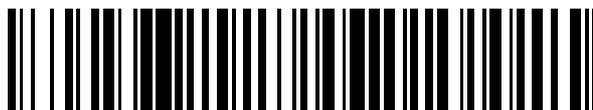


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 441 199**

51 Int. Cl.:

**B01F 17/00** (2006.01)  
**C09D 7/02** (2006.01)  
**C09D 17/00** (2006.01)  
**C09D 7/12** (2006.01)  
**C09D 5/02** (2006.01)  
**C09D 133/02** (2006.01)  
**C09B 67/18** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2008 E 08869375 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.11.2013 EP 2227316**

54 Título: **Agente de neutralización y codispersión con fuerte capacidad de desarrollo de la fuerza colorante, y las pinturas y concentrados de pigmentos que contengan el anterior**

30 Prioridad:

**04.01.2008 FR 0850053**

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

**03.02.2014**

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)  
420, RUE D'ESTIENNE D'ORVES  
92700 COLOMBES, FR**

72 Inventor/es:

**VAN HEMELRYCK, BRUNO y  
RUPPIN, CHRISTOPHE**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 441 199 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

Agente de neutralización y codispersión con fuerte capacidad de desarrollo de la fuerza colorante, y las pinturas y concentrados de pigmentos que contengan el anterior.

La presente invención se refiere a pinturas, tanto de base acuosa como basadas en disolventes.

- 5 En las pinturas acuosas, tales como las pinturas al látex de la base acrílica, suele ser necesario ajustar el pH para estabilizar el látex. Este ajuste se denomina neutralización. Además, cuando se diluye un concentrado de pigmento en una pintura blanca o base blanca, tanto de base acuosa como basada en disolvente, también es necesario neutralizar estos concentrados de pigmentos.

10 Además, el desarrollo del color en una base blanca sigue siendo objeto de una optimización de la intensidad del color deseada en la búsqueda de una disminución en los costes.

15 El uso de un dispersante polimérico primario (tal como Coatex® P90 de la empresa Coatex o Dysperbyk® 191 o BYK® 192 de la empresa BYK-Chemie GmbH, u Orotan™ 850ER de la empresa Rohm & Haas), con el fin de dispersar grandes cantidades de pigmentos en los concentrados (o pastas) pigmentados, puede requerir el uso de aditivos que tengan una acción de codispersión importante para reducir la cantidad del dispersante primario, generalmente caro.

Algunos neutralizantes, tales como entre los más habituales, amoníaco, carbonato de sodio, dimetilamina, monoetanolamina, dietanolamina, y N-metiletanolamina, no tienen ninguna acción sobre la expresión del color en pigmentos orgánicos o minerales.

20 Otro neutralizante conocido, el 2-amino-2-metil-1-propanol (N° CAS 124-68-5), comercializado con la marca AMP® al 90 o 95 % en agua, con los nombres AMP® 90 y AMP® 95 respectivamente, por la empresa Angus, presenta una mejora en la acción neutralizante que favorece la estabilidad de látex o concentrados pigmentados gracias a una dispersión simultánea de los pigmentos que refuerza el papel del dispersante primario.

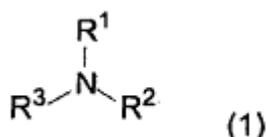
25 De forma típica, el pH de un látex se ajusta de manera ideal a un valor comprendido entre 8 y 10, preferentemente entre 8,5 y 9,5 cuando se añade la amina neutralizante (amina de ajuste) en una proporción de 0,1 al 0,5 % en peso, preferentemente de 0,1 a 0,3 %, aún más preferentemente de 0,1 a 0,2 %. En los concentrados de pigmentos, la cantidad de amina codispersante se mantiene, preferentemente, por debajo de un 3,5 % en peso.

30 El producto AMP® 90 puede, por tanto, adaptarse a dichas condiciones, mejorando la acción neutralizante y la reducción del dispersante primario, pero no resuelve el problema de buen desarrollo de color. El documento US 5959001 describe composiciones de pigmentos para colorear poliuretanos, que comprenden una amina, con mucha frecuencia hidroxilada, con un peso molecular inferior o igual a 500 g/mol.

35 De este modo, un primer objeto de la invención es proponer un agente de neutralización y codispersión, especialmente para pinturas de base acuosa o de base disolvente, o para concentrados de pigmentos para la preparación de dichas pinturas, que tengan una fuerza colorante mejorada con respecto a los agentes de neutralización y codispersión conocidos hasta ahora. Otros objetos aparecerán en la descripción de la invención que sigue.

Estos objetos se consiguen en todo o en parte, gracias a los trabajos de investigación realizados por la empresa solicitante.

40 De este modo, la presente invención tiene por objeto, en primer lugar, el uso como agente de neutralización y/o de codispersión en una pintura y/o como agente de desarrollo de la fuerza colorante de pigmento(s) en una base de pintura blanca que se desea teñir, de al menos una amina secundaria o terciaria hidroxilada de fórmula (1):



en la que, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup>, iguales o diferentes, se han seleccionado entre átomo de hidrógeno, un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 12 átomos de carbono y un radical hidroxialquilo lineal que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,

entendiéndose que:

- además, uno de los R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representa el átomo de hidrógeno,
- al menos uno de los R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> comprende un grupo hidroxilo (-OH), y
- al menos uno de los R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> incluye al menos una ramificación en la posición  $\alpha$  ("alfa") con respecto al átomo de nitrógeno.

Por ramificación en la posición  $\alpha$  ("alfa") del átomo de nitrógeno se entiende que el átomo de carbono directamente unido al átomo de nitrógeno está además unido a otros dos átomos de carbono.

Por "radical hidroxialquilo lineal que comprende de 1 a 6 átomos de carbono", se entiende un radical alquilo lineal que comprende de 1 a 6 átomos de carbono, sustituido en posición terminal (es decir, en la posición  $\omega$  con respecto al átomo de carbono unido al átomo de nitrógeno presente en el compuesto de fórmula (1)) mediante un grupo hidroxilo.

Se prefiere más especialmente un radical hidroxialquilo lineal seleccionado entre hidroximetilo, 2-hidroxietilo, 3-hidroxi-n-propilo, 4-hidroxi-n-butilo, 5-hidroxi-n-pentilo y 6-hidroxi-n-hexilo, y aún más preferentemente, el radical hidroxialquilo lineal se ha seleccionado entre hidroximetilo, 2-hidroxietilo y 3-hidroxi-n-propilo, siendo especialmente preferido el radical 2-hidroxietilo.

De acuerdo con una realización, se prefieren las aminas de fórmula (1) en las que R<sup>1</sup> representa el átomo de hidrógeno y R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup>, iguales o diferentes, se seleccionan entre un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 12 átomos de carbono y un radical hidroxialquilo lineal que comprende de 1 a 6 átomos de carbono, entendiéndose que:

- al menos uno de los R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> comprende un grupo hidroxilo (-OH), y
- al menos uno de los R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> incluye al menos una ramificación en la posición  $\alpha$  (« alfa ») con respecto al átomo de nitrógeno.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, se prefieren las aminas de fórmula (1) en las que cada radical alquilo contiene de 3 a 10 átomos de carbono, preferentemente de 3 a 8 átomos de carbono.

De acuerdo con otra realización preferida adicional de la presente invención, el radical portador de un grupo hidroxilo contiene 2 o 3, aún más preferiblemente 2, átomos de carbono.

De acuerdo con un aspecto especialmente preferido, la presente invención se refiere al uso anteriormente citado de una amina de fórmula (1) en la que:

R<sup>1</sup> representa el átomo de hidrógeno y

R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup>, iguales o diferentes, se seleccionan entre un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 3 a 8 átomos de carbono, y un radical hidroxialquilo lineal que comprende 2 o 3, preferentemente 2, átomos de carbono, entendiéndose que:

- al menos uno de los R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> comprende un grupo hidroxilo (-OH), y
- al menos uno de los R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> incluye al menos una ramificación en la posición  $\alpha$  (« alfa ») con respecto al átomo de nitrógeno.

Se prefiere especialmente el uso de al menos una amina seleccionada entre:

- N-(1-metilpropil)-N-(2-hidroxietil)amina;
- N-(1,3-dimetilpropil)-N-(2-hidroxietil)amina; y
- N-(1-etil-3-metilpentil)-N-(2-hidroxietil)amina;

Las aminas de fórmula (1) bien están disponibles en el comercio, o bien son conocidas, o bien se pueden obtener según los procedimientos de síntesis conocidos por el experto en la técnica, directamente o con adaptaciones sencillas, y que se describen en la bibliografía científica, la bibliografía de patentes, en el "Chemical Abstracts", o en las bases de datos en línea e incluso en Internet.

Por ejemplo, las aminas de fórmula (1) se pueden obtener fácilmente mediante aminación reductora de una cetona o de un aldehído mediante una amina primaria o una hidroxialquilamina primaria.

De este modo, la presente invención se refiere al uso, como agente de neutralización y/o de codispersión en una pintura y/o como agente de desarrollo de la fuerza colorante de pigmento(s) en una base de pintura blanca que se

desea teñir, de al menos una amina de fórmula (1) tal como se ha definido más arriba.

La pintura puede ser una pintura acuosa, tal como una pintura al látex sobre una base acrílica, o incluso una pintura de base disolvente, tal como una pintura alquídica o gliceroftálica.

5 Las aminas de fórmula (1) tienen un uso especialmente interesante en el caso de pinturas pigmentadas, especialmente en el caso en que el pigmento o pigmentos se introduzcan en la formulación mediante la dilución de un concentrado de pigmentos en una base de pintura blanca.

10 En efecto, se ha descubierto de modo sorprendente que la presencia de al menos una amina de fórmula (1) en la pintura, es decir Incluso en el concentrado de pigmentos, o incluso al mismo tiempo en la base de pintura denominada "base blanca" y en el concentrado de pigmentos, permite aumentar de manera sustancial la fuerza colorante (expresión del color) del pigmento o pigmentos citados.

En otras palabras, la presencia de al menos una amina de fórmula (1) en la pintura, la base blanca y/o en el concentrado de pigmentos puede permitir que disminuya la cantidad de pigmentos que habrían sido necesarios para obtener la misma fuerza colorante en dicha pintura o en dicho concentrado de pigmentos que no contuviera nada de la amina de fórmula (1).

15 La presente invención tiene también por objeto un concentrado de pigmentos que comprenda al menos una amina de fórmula (1) tal como se ha definido más arriba. El concentrado de pigmentos de la invención comprende además generalmente un dispersante primario, uno o varios pigmentos, agua y uno o varios aditivos y sustancias auxiliares habituales.

20 El concentrado de pigmentos de la invención puede destinarse ventajosamente a teñir una base de pintura blanca, tanto de base acuosa como basada en disolvente.

El concentrado de pigmentos también puede incluir uno o varios agentes de neutralización adicionales, especialmente seleccionado(s) entre los utilizados habitualmente, y conocidos, del experto en la materia, y especialmente los seleccionados entre amoníaco, hidróxido de sodio, dimetilamina, monoetanolamina, dietanolamina, N-metiletanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, y 2-n-butilaminoetanol.

25 Dicho concentrado de pigmentos puede comprender ventajosamente de 0,05 a 10 % en peso de al menos una amina de fórmula (1), y, cuando esta(s) se utiliza(n) mezclada(s) con al menos otro agente de neutralización, representa(n) ventajosamente al menos el 1 % en peso, preferentemente al menos el 50 % en peso de dicha mezcla (totalidad de los agentes de neutralización).

30 Otra ventaja vinculada al uso de al menos una amina de fórmula (1) en el concentrado de pigmentos reside en el hecho de que se puede regular la cantidad de dispersante primario que forma parte de la formulación del concentrado de pigmentos, teniendo en cuenta el papel dispersante de la amina o aminas de fórmula (1) definido anteriormente.

35 Análogamente, se puede regular ventajosamente la cantidad de concentrado de pigmentos que debe teñir la pintura blanca, teniendo en cuenta la capacidad de favorecer un desarrollo intenso de la fuerza colorante de la amina o aminas de fórmula (1) definida anteriormente.

De acuerdo con otro aspecto, la presente invención tiene también por objeto una pintura de base acuosa o de base disolvente caracterizada por el hecho de que comprende al menos una amina de fórmula (1) tal como se ha definido anteriormente como agente de neutralización y/o agente de codispersión en la pintura y/o como agente de desarrollo de la fuerza colorante de pigmento(s).

40 Las pinturas de base acuosa o de base disolvente, teñidas o no, de acuerdo con la presente invención tienen un uso especialmente ventajoso como productos de revestimiento de superficies, en paredes y otras superficies arquitectónicas, tanto interiores como exteriores.

De forma ventajosa, la pintura de acuerdo con la invención puede contener de 0,05 a 2 % en peso, preferentemente de 0,1 a 0,5 % en peso, y aún más preferentemente de 0,05 a 0,2 % en peso de al menos una amina de fórmula (1).

45 La amina o aminas de fórmula (1) puede(n) ser el(los) único(s) agente(s) de neutralización de la formulación de pintura, o incluso la pintura puede comprender al menos otro agente de neutralización seleccionado entre los habitualmente utilizados y conocidos del experto en la materia, y especialmente entre amoníaco, hidróxido de sodio, dimetilamina, monoetanolamina, dietanolamina, N-metiletanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, y 2-n-butilaminoetanol.

Preferentemente, la amina o aminas de fórmula (1) representa(n) al menos el 1 % de la mezcla de agentes de neutralización, aún más preferentemente al menos el 50 % en peso de la mezcla de agentes de neutralización.

La presente invención tiene igualmente por objeto una pintura teñida, caracterizada por el hecho de que se ha obtenido por dilución de un concentrado de pigmentos (CP1) que comprende, para 100 partes en peso:

- 5
- de 1 a 4 partes en peso de al menos una amina de fórmula (1) tal como se ha definido más arriba;
  - de 20 a 50 % en peso de al menos un pigmento o colorante;
  - de 40 a 70 partes en peso de agua;
  - de 1 a 10 partes en peso de un retardante del secado, tal como polietilenglicol 200; y
  - de 0,1 a 0,8 partes en peso de los aditivos y sustancias auxiliares habituales, tales que antiespumantes y biocidas;
- 10

En una base de pintura acuosa blanca mate (PM1) que incluye, para 1000 partes en peso:

- de 80 a 150 partes en peso de agua de adición;
  - de 1 a 2 partes en peso de al menos un agente dispersante;
  - de 1 a 3 partes en peso de al menos un agente de neutralización;
  - de 80 a 150 partes en peso de pigmento blanco, por ejemplo, dióxido de titanio ( $TiO_2$ );
  - de 400 a 550 partes en peso de al menos otro pigmento blanco;
  - de 100 a 200 partes en peso de al menos un aglutinante tal como una emulsión acrílica, una resina acrílica;
  - de 150 a 250 partes en peso de al menos un espesante tal como una sustancia celulósica; y
  - de 2 a 5 partes en peso de los aditivos y sustancias auxiliares habituales, tales como un antiespumante, agente de coalescencia y biocidas.
- 15
- 20

De acuerdo con otro aspecto, la presente invención tiene igualmente por objeto una pintura teñida, caracterizada por el hecho de que se ha obtenido por dilución del concentrado de pigmentos (CP1) definido más arriba en una pintura acuosa blanca satinada (PS1) que comprende, para 1000 partes en peso:

- de 70 a 150 partes en peso de agua de adición;
  - de 1 a 3 partes en peso de al menos un agente dispersante;
  - de 1 a 2 partes en peso de al menos un agente de neutralización;
  - de 80 a 300 partes en peso de pigmento blanco, por ejemplo, dióxido de titanio ( $TiO_2$ );
  - de 40 a 90 partes en peso de al menos otro pigmento blanco;
  - de 400 a 550 partes en peso de al menos un aglutinante tal como una emulsión acrílica, una resina acrílica;
  - de 40 a 20 partes en peso de al menos un espesante; y
  - de 10 a 40 partes en peso de los aditivos y sustancias auxiliares habituales, tales como un antiespumante, agente de coalescencia y biocidas.
- 25
- 30

De acuerdo con otro aspecto adicional, la presente invención tiene igualmente por objeto una pintura teñida, caracterizada por el hecho de que se ha obtenido por dilución del concentrado de pigmentos (CP1) definido más arriba en una pintura acuosa blanca para fachadas (PF1) que comprende, para 1000 partes en peso:

- de 80 a 150 partes en peso de agua de adición;
  - de 200 a 250 partes en peso de al menos un aglutinante tal como una resina acrílica;
  - de 1 a 3 partes en peso de al menos un agente dispersante;
  - de 1 a 3 partes en peso de al menos un agente de neutralización;
  - de 160 a 250 partes en peso de pigmento blanco, por ejemplo, dióxido de titanio ( $TiO_2$ );
  - de 300 a 400 partes en peso de al menos otro pigmento blanco;
  - de 120 a 200 partes en peso de al menos un espesante tal como una sustancia celulósica; y
  - de 2 a 5 partes en peso de los aditivos y sustancias auxiliares habituales, tales que antiespumantes y biocidas.
- 35
- 40

De acuerdo con otro aspecto adicional, la presente invención tiene igualmente por objeto una pintura teñida, caracterizada por el hecho de que se ha obtenido por dilución del concentrado de pigmentos (CP1) definido más arriba en una pintura de base disolvente blanca ( $P_{dis}$ ), que comprende, para 1000 partes en peso:

- de 500 a 650 partes en peso de una resina alquídica;
  - de 230 a 350 partes en peso de al menos un pigmento blanco;
  - de 4 a 8 partes en peso de al menos un agente mojante;
  - de 15 a 25 partes en peso de al menos un desecante;
  - de 6 a 10 partes en peso de los aditivos y sustancias auxiliares habituales, tales como agentes antisedimentación y agentes antipeliculares; y
- 45
- 50

- de 80 a 120 partes en peso de un disolvente de tipo hidrocarburo, tal como por ejemplo, la trementina.

En cualquiera de las pinturas anteriormente descritas, el concentrado de pigmentos representa generalmente entre el 0,1 y 8 % en peso de la pintura resultante.

5 La utilización de al menos una amina de fórmula (1) como la descrita más arriba en un concentrado de pigmentos, o una pintura tanto de base acuosa como basada en disolvente, permite poner de manifiesto una o varias de las características siguientes:

- 10 1) cuando el AMP ® 90, utilizado como agente de neutralización y/o agente de codispersión en las pinturas acuosas, tiene un contenido en látex de un 0,1 a un 0,5 % y preferiblemente del 0,1 a 0,2 %, para un ajuste de pH ideal comprendido entre 8 y 10, preferentemente entre 8,5 y 9,5, se sustituye exactamente por el mismo peso de al menos una amina de fórmula (1), la fuerza colorante es más elevada, con una Δ E de al menos una unidad de diferencia con respecto al AMP ® -90 de referencia (AMP ® -90 en el concentrado de pigmentos y la base blanca);
- 15 2) gracias a su capacidad superior para desarrollar la fuerza colorante, una amina de fórmula (1) puede permitir no sólo reducir la cantidad de dispersante primario en un factor al menos 4 en los concentrados de pigmentos; también una disminución de al menos un 10 % en la cantidad de concentrado de pigmentos que debe teñir una base blanca acuosa;
- 3) la sustitución del AMP ® 90 por al menos una amina de fórmula (1) no se limita a su aplicación a las pinturas de tipo látex, también se puede aplicar a las pinturas de tipo alquídico, ofreciendo al mismo tiempo una mayor capacidad dispersante y una mayor capacidad de desarrollo de la fuerza colorante;
- 20 4) la sustitución del AMP ® 90 por al menos una amina de fórmula (1) no excluye el uso conjunto de uno o varios agentes de neutralización adicionales tal como se han definido anteriormente, además del propio AMP ® 90, en todo caso, siempre con una proporción mínima de la amina o aminas de fórmula (1) (al menos 1 %) para aprovechar las ventajas descritas;
- 5) el fenómeno se observa especialmente para los pigmentos conocidos por ser difíciles de dispersar, tales como los azules de ftalocianina.

25 Los ejemplos siguientes ilustran la presente invención sin limitar su alcance en forma alguna. En estos ejemplos, las partes y porcentajes se indican en peso, salvo indicación en sentido contrario.

**Ejemplo de preparación A: Preparación de los concentrados de pigmentos**

30 Se preparan, de acuerdo con los procedimientos conocidos del experto en la materia, tres (3) concentrados de pigmentos (CP) diferentes que tienen las fórmulas indicadas en la Tabla 1 siguiente y denominados como CPAM, CPAD y CPSB, de color azul (pigmento azul de ftalocianina).

- Tabla 1 -

Formulación de concentrados de pigmentos (cantidades indicadas en partes en peso)				
Componentes		CPAM	CPAD	CPSB
Agua		62,97	62,97	62,97
Agente neutralizante	2-amino-2-'metil-1-propanol (¹)	2,1	-	-
	2-n-butilaminoetanol(²)	-	2,1	-
	N-(1-metilpropil)-n-(2-hidroxietyl)amina(³)	-	-	2,1
Agente dispersante primario(⁴)		2,1	2,1	2,1
Pigmento azul(⁵)		27,98	27,98	27,98
Antiespumante (⁶)		0,35	0,35	0,35
Biocida (⁷)		0,07	0,07	0,07
Retardante del secado polietilenglicol 200		2,83	2,83	2,83
Agente espesante (⁸)		1,6	1,6	1,6

Formulación de concentrados de pigmentos (cantidades indicadas en partes en peso)			
Componentes	CPAM	CPAD	CPsB
(1) Agente de neutralización comercializado por la empresa "ANGUS" con la marca "AMP ® 90" (N° CAS 124-68-5) que no tiene ramificaciones en uno u otro de los átomos de carbono situados en $\alpha$ con respecto del nitrógeno (ejemplo comparativo). Este agente neutralizante se introduce en la formulación en forma de un 90 % en agua, esta cantidad de agua no se ha incluido en las 47 partes en peso de agua de adición de la formulación;			
(2) Agente de neutralización que no tiene ramificaciones en uno u otro de los átomos de carbono situados en $\alpha$ con respecto del nitrógeno (ejemplo comparativa) (N° CAS 111-75-1);			
(3) Agente de neutralización de fórmula (1) de acuerdo con la invención (N° CAS 35265-04-4);			
(4) Agente dispersante primario comercializado por la empresa "BYK-CHEMIE" con la marca "DISPERBYK 191";			
(5) Pigmento ftalo azul 15:2, tal como el comercializado por la empresa "CLARIANT" con la denominación "Blue BT 627 D"			
(6) Antiespumante comercializado por la empresa "CIBA SPECIALTY CHEMICALS" con la denominación "EFKA 2526";			
(7) Biocida comercializado por la empresa "THOR" con la denominación "ACTICIDE MBS";			
(8) Agente espesante comercializado por la empresa « DEGUSSA » con la denominación « VISCOPLUS 3030 10 % » al 50 % en agua.			

El concentrado de pigmentos CPAM se obtiene con mucha espuma y un aspecto granulado. El concentrado de pigmentos CP AD presenta también un poco de espuma. Por el contrario, el concentrado de pigmentos CP SB (de acuerdo con la invención) presente un buen aspecto, sin ninguna formación de espuma.

- 5 Para preparar cada uno de estos concentrados de pigmentos, se lleva a cabo la trituración del pigmento en un molino de bolas de 1,5 mm de diámetro, en presencia de agua, del dispersante primario, del agente neutralizante, del antiespumante, a 1000 revoluciones/minuto durante 1 h y 30'. El tamaño de partículas se controla mediante un calibre North seleccionado a 10  $\mu$ m. El biocida, el retardante del secado PEG200 y en su caso el espesante se añaden al final del periodo de molienda.

**Ejemplo de preparación B: Preparación de las bases blancas de pinturas mate**

- 10 Se preparan tres bases blancas de pinturas BBP1, BBP2 y BBP3, de 952 g cada una. Cada componente de la pintura se introduce en proporciones controladas. Las composiciones de las pinturas se indican en la Tabla 2 siguiente:

- Tabla 2 -

Componentes	Partes en peso
Agua de adición	110
Antiespumante comercializado con la denominación "Tego Foamex 7447" por la empresa Tego Chemie	2
Agente dispersante de poliacrilato comercializado con la denominación « "Coatex P90" por la empresa Coatex	2
Agente neutralizante: <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Para BBP1:</b> comercializado con la marca "AMP ® 90" por la empresa Angus compuesto por una disolución al 90 % en agua de 2-amino-2-metil-1-propanol (ejemplo comparativo; N° CAS 124-68-5) •</li> <li>• <b>Para BBP2:</b> 2-n-butilaminoetanol (ejemplo comparativo; N° CAS 111-75-1)</li> <li>• <b>Para BBP3:</b> N-(1-metilpropil)-N-(2-hidroxi-etil)amina de acuerdo con la invención (N° CAS 35265-04-4) •</li> </ul>	2
Biocida comercializado por la empresa "THOR" con la denominación "Acticide MBS"	1
Pigmento blanco comercializado bajo la denominación « Tiona 595 » por la empresa Millenium	90

<b>Componentes</b>	<b>Partes en peso</b>
Talco con un tamaño promedio de partículas de 20 $\mu$ m, comercializado por la empresa "TALCO LUZENAC"	60
Carbonato de calcio comercializado con la denominación "MIKHART 2" por la empresa "PROVENCALE"	160
Carbonato de calcio comercializado con la denominación "MIKHART 5" por la empresa "PROVENCALE"	250
Aglutinante basado en resina acrílica comercializado con la denominación "Craymul 2132" por la empresa Cray Valley	100
Agente de coalescencia comercializado con la denominación "Texanol" por la empresa Coatex	5
Espesante celulósico comercializado con la denominación "Natrosol 330PA 2 %" por la empresa Hercules/Aqualon	170
Total	952

Las tres bases blancas BBP1 (con el agente de neutralización AMP ® 90), BBP2 (con el agente de neutralización 2-n-butilaminoetanol) y BBP3 (con el agente de neutralización N-(1-metilpropil)-N-(2-hidroxi)etilamina de acuerdo con la invención) se prepararon mezclando los diversos componentes presentados en el la Tabla 2 anterior, en las proporciones indicadas, según las técnicas conocidas por el experto en la materia para la formulación de los látex.

- 5 En primer lugar se mezcla el agua, el antiespumante, el dispersante, el agente de neutralización y el antibiótico a 500 revoluciones/min con un mezclador durante 5 minutos. La mezcla obtenida es fluida.

- 10 A continuación se lleva a cabo el "empastado" (etapa en la que se introducen las cargas), introduciendo en la mezcla obtenida anteriormente los pigmentos y modificadores de la reología y del brillo (dióxido de titanio, carbonato de calcio y talco), con agitación a 800 revoluciones/minuto, durante 20 minutos. La introducción de las cargas se realiza lentamente, y se observa con frecuencia un calentamiento de la mezcla debido a las fuerzas de cizalla.

- 15 A continuación, la agitación se reduce a 500 revoluciones/minuto para añadir la resina y el agente de coalescencia. En su caso, la viscosidad se regula mediante la adición de un espesante (de tipo PU, celulósico, o poli-éter). Si la pintura es demasiado espesa, se puede añadir agua. Por lo general, la viscosidad debe ser de aproximadamente 4000 a 5000 mPa.s. Después del ajuste de la viscosidad, el conjunto se mantiene con agitación a 500 revoluciones/minuto, durante 5 minutos.

Estabilidad durante el almacenamiento de las bases blancas:

Las medidas de pH y viscosidad (Brookfield, Mobile 6, 100 revoluciones/min, temperatura ambiente) se toman al menos 24 horas después de la formulación, ya que el espesante puede actuar durante algún tiempo tras finalizar la formulación. Los valores de pH son equivalentes para las 3 formulaciones, y están comprendidos entre 9,2 y 9,3.

- 20 Después de 15 días en una estufa a 40°C, lo que corresponde a un envejecimiento de aproximadamente 6 meses, el pH ha disminuido poco, por lo que las formulaciones se consideran estables.

### Ejemplos de la invención y ejemplos comparativos

Modo operativo general

- 25 Se llevan a cabo las coloraciones de las bases blancas BBP1 a BBP3 por dilución de los concentrados de pigmentos CPAM, CPAD, y CPSB preparados en el ejemplo de preparación A, en las bases blancas de pinturas del ejemplo de preparación B, según los esquemas de mezcla indicados en la Tabla 3 siguiente.

- Tabla 3 -

<u>Esquemas de mezcla (dilución)</u>			
<b>Ejemplo</b>	<b>Base blanca de pintura (partes en peso)</b>	<b>Concentrado de pigmentos (partes en peso)</b>	<b>Color de la pintura obtenida</b>
1 (comparativo)	BBP1 (100)	CPAM (4)	Azul
2 (comparativo)	BBP2 (100)	CPAD (4)	Azul

Esquemas de mezcla (dilución)			
Ejemplo	Base blanca de pintura (partes en peso)	Concentrado de pigmentos (partes en peso)	Color de la pintura obtenida
3 (invención)	BBP3 (100)	CPsB (4)	Azul

Ensayos de opacidad, brillo y fuerza colorante sobre películas secas:

La opacidad representa la capacidad de revestimiento de una pintura. La opacidad, medida con un espectrofotómetro Dr. Lange y según las instrucciones del fabricante, es totalmente aceptable para cada una de las formulaciones y, en cada uno de los casos, es superior al 95 %.

5 El brillo indica la capacidad de una superficie para reflejar la luz sin que se produzca difusión. No se observan diferencias entre las distintas formulaciones, cuyo brillo a 60° es inferior a 10, tal como se ha medido con el equipo Trio™ de Novo Glass.

10 La fuerza colorante (desarrollo de color) se evaluó sobre la base de los concentrados de pigmentos de azul de ftalocianina, añadidos a cada una de las formulaciones de pintura. Los ensayos realizados en este punto ponen de relieve la capacidad dispersante de cada uno de los agentes de neutralización anteriormente indicados.

En cada uno de los casos, el desarrollo de color se evalúa en las condiciones experimentales siguientes:

- La evaluación del desarrollo del color de una base blanca teñida se lleva a cabo mediante depósito en húmedo a 200 μ m sobre tarjetas de contraste LENETA 2A normalizadas (The LENETA COMPANY, EE.UU.).
- Estas tarjetas de contraste, después de un secado de 24 horas, se examinan visualmente y se miden con un espectrofotómetro Dr. Lange.
- Las medidas de color se llevan a cabo con un espectrofotómetro Dr. Lange, con el modo especular incluido, medida de reflexión, apertura de medida 8 mm, emisión UV 100 %, luminancia d/8 (difusión a 8° con respecto al eje de la iluminación).
- Los valores son el promedio de tres medidas tomadas en las tarjetas de contraste. Los valores L, a\*, b\* y Δ E\* indicados en la Tabla 4 siguiente son las coordenadas del espacio de color según CIELAB y se describen en la norma DIN 6174, y también se explicitan en "BASF Handbook on Basics of Coating Technology" de los autores Goldschmidt y Streitberger, Editorial Vincents, publicado en 2003, páginas 360 a372). A modo de recuerdo, se indica que:

- L\* representa el índice de blanco comprendido entre 0 (negro) y 100 (blanco);
- a\* representa el índice de rojo comprendido entre -100 (verde) y +100 (rojo);
- b\* representa el índice de amarillo comprendido entre -100 (azul) y +100 (amarillo).

El valor E\* se calcula mediante la ecuación:  $E^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2} + L^{*2}}$ .

30 La Tabla 3 indicada más arriba presenta tres (3) ejemplos (1 que ilustra la presente invención, y dos comparativos) de pinturas teñidas de color azul y que se han sometido a las medidas de color descritas anteriormente; los resultados de estas medidas (valores espectrofotométricos) se indican en la Tabla 4 siguiente.

- Tabla 4 -

Resultados de las medidas de desarrollo del color de las pinturas				
Ejemplo	L*	a*	b*	
1	60,99	-14,54	-31,16	
	Δ L* (con respecto al Ej. 1)	Δ a* (con respecto al Ej. 1)	Δ b* (con respecto al Ej. 1)	Δ E* (con respecto al Ej. 1)
2	-0,75	-0,69	-2,10	2,33
3	-1,19	-0,67	-2,09	2,50

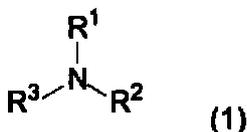
Se desprende de la Tabla 4 que las fórmulas de los ejemplos 2 y 3 presentan un desarrollo de la fuerza colorante más intenso que la formulación del ejemplo 1.

Además, El  $\Delta E^*$  del ejemplo 3 es más grande que el del ejemplo 2, lo que indica por tanto un mejor desarrollo de color. Esto se corrobora por una observación visual de las películas. Las películas preparadas a partir de la formulación del ejemplo 3 son más homogéneas que las preparadas a partir de la formulación del ejemplo 1, y también que las preparadas a partir de la formulación del ejemplo 2, en las que se puede observar la presencia de granos y de trazas azules más oscuras.

5

## REIVINDICACIONES

1. El uso, como agente de neutralización y/o de codispersión en una pintura y/o como agente de desarrollo de la fuerza colorante de pigmento(s) en una base de pintura blanca que se desea teñir, de al menos una amina secundaria o terciaria hidroxilada de fórmula (1):



5

en la que,  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$ , iguales o diferentes, se han seleccionado entre átomo de hidrógeno, un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 12 átomos de carbono y un radical hidroxialquilo lineal que comprende de 1 a 6 átomos de carbono, entendiéndose que:

- 10
- además uno de los  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  representa el átomo de hidrógeno,
  - al menos uno de los  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  comprende un grupo hidroxilo (-OH), y
  - al menos uno de los  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  incluye al menos una ramificación en la posición  $\alpha$  con respecto al átomo de nitrógeno.

15 2. Uso de acuerdo con la reivindicación 1, donde  $\text{R}^1$  representa el átomo de hidrógeno y  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$ , iguales o diferentes, se seleccionan entre un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 12 átomos de carbono y un radical hidroxialquilo lineal que comprende de 1 a 6 átomos de carbono, entendiéndose que:

- 20
- al menos uno de los  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  comprende un grupo hidroxilo (-OH), y
  - al menos uno de los  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  incluye al menos una ramificación en la posición  $\alpha$  con respecto al átomo de nitrógeno.

3. Uso de acuerdo con la reivindicación 1, donde cada radical alquilo comprende de 3 a 10 átomos de carbono, preferentemente de 3 a 8 átomos de carbono.

4. Uso de acuerdo con la reivindicación 1, donde el radical portador de un grupo hidroxilo comprende 2 o 3, aún más preferiblemente 2, átomos de carbono.

25 5. Uso de acuerdo con la reivindicación 1, donde  $\text{R}^1$  representa el átomo de hidrógeno y  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$ , iguales o diferentes, se seleccionan entre un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 3 a 8 átomos de carbono y un radical hidroxialquilo lineal que comprende de 2 o 3, preferentemente 2, átomos de carbono, entendiéndose que:

- 30
- al menos uno de los  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  comprende un grupo hidroxilo (-OH), y
  - al menos uno de los  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^3$  incluye al menos una ramificación en la posición  $\alpha$  con respecto al átomo de nitrógeno.

6. Uso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la al menos una amina se ha seleccionado entre:

- 35
- N-(1-metilpropil)-N-(2-hidroxietyl)amina;
  - N-(1,3-dimetilbutil)-N-(2-hidroxietyl)amina; y
  - N-(1-etyl-3-metilpentil)-N-(2-hidroxietyl)amina.

7. Uso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde la pintura es una pintura pigmentada tanto de base acuosa como basada en disolvente.

40 8. Uso de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, donde la pintura es una pintura pigmentada, introduciéndose el pigmento o pigmentos en la formulación mediante la dilución de un concentrado de pigmentos en una base de pintura blanca, conteniendo dicho concentrado de pigmentos adicionalmente un dispersante primario, agua y los aditivos y sustancias auxiliares habituales.

9. Concentrado de pigmentos que comprende al menos una amina de fórmula (1) de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, un dispersante primario, uno o varios pigmentos, agua y uno o varios aditivos y sustancias

auxiliares habituales.

10. Concentrado de pigmentos de acuerdo con la reivindicación 9, que comprende del 0,05 al 10 % en peso de al menos una amina de fórmula (1) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
- 5 11. Concentrado de pigmentos de acuerdo con la reivindicación 9 o la reivindicación 10, que comprende además uno o varios agentes de neutralización adicionales, especialmente seleccionado(s) entre amoníaco, hidróxido de sodio, dimetilamina, monoetanolamina, dietanolamina, N-metiletanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, y 2-n-butilaminoetanol, la cantidad de amina(s) de fórmula (1) que representan al menos un 1 % en peso, preferentemente al menos el 50 % en peso de la mezcla de los agentes de neutralización.
- 10 12. Pintura tanto de base acuosa como basada en disolvente que comprende del 0,05 al 2 % en peso, preferentemente de 0,1 a 0,5 % en peso, y aún más preferentemente del 0,1 a 0,2 % en peso de al menos una amina de fórmula (1) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 como agente de neutralización y/o agente de codispersión en la pintura y/o como agente de desarrollo de la fuerza colorante del (de los) pigmento(s).
- 15 13. Pintura de acuerdo con la reivindicación 12, que comprende además uno o varios agentes de neutralización adicionales, especialmente seleccionado(s) entre amoníaco, hidróxido de sodio, dimetilamina, monoetanolamina, dietanolamina, N-metiletanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, y 2-n-butilaminoetanol, la cantidad de amina(s) de fórmula (1) que representan al menos un 1 % en peso, preferentemente al menos el 50 % en peso de la mezcla de los agentes de neutralización.