



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 529 436

61 Int. Cl.:

**B01D 19/04** (2006.01) **C09D 7/12** (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 20.03.2009 E 09004037 (9)
 (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 03.12.2014 EP 2168648

(54) Título: Agente desespumante para pintura de base acuosa

(30) Prioridad:

24.09.2008 JP 2008243995

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 20.02.2015

(73) Titular/es:

KUSUMOTO CHEMICALS, LTD. (100.0%) 11-13 UCHIKANDA 1-CHOME CHIYODA-KU TOKYO 101-0047, JP

(72) Inventor/es:

ARIMA, TOMOKO; HORIGUCHI, TAKASHI y KAWAHITO, SHIGEHIRO

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

#### **DESCRIPCIÓN**

Agente desespumante para pintura de base acuosa

Esta invención se refiere a un agente desespumante que se va a añadir a una pintura de base acuosa, para controlar las espumas generadas durante la preparación de, o el revestimiento con, una pintura de base acuosa.

Se conoce un gran número de agentes desespumantes para pintura de base acuosa (cf. Referencia que no es patente 1), que pueden clasificarse como (l) tipo aceite formado dispersando un componente desespumante en aceite mineral o similares (cf. Referencia de Patente 1), (2) tipo tensioactivo hidrófobo (cf. Referencias de Patente 2 - 7), (3) tipo emulsión formado emulsionando un componente desespumante (alcohol superior, éster, aceite de silicona o similares) en agua (cf. Referencias de Patente 8 - 12), (4) tipo compuesto oleoso formado combinando un componente desespumante (alcohol superior, éster, aceite de silicona o similares) con un polvo fino tal como polvo de sílice (cf. Referencias de Patente 13-19), y (5) tipo auto-emulsionante (cf. Referencia de Patente 20).

[Referencia que no es patente 1] Water-based Paint and Coating Technology, Technical Information Institute Co., Ltd. (1992) pág. 167 - 181

[Referencia de Patente 1] JP 2006 87966A

15 [Referencia de Patente 2] JP Hei 9(1997)-117608A

[Referencia de Patente 3] JP Hei 9(1997)-117609A

[Referencia de Patente 4] JP Hei 11(1999)-244609A

[Referencia de Patente 5] JP 2000-300907A

[Referencia de Patente 6] JP 2003-265904A

20 [Referencia de Patente 7] JP 2006 068678A

[Referencia de Patente 8] JP Hei 6(1994)-39207A

(correspondiente al documento US5431853)

[Referencia de Patente 9] JP 2005-13894A

[Referencia de Patente 10] JP 2005-169271A

25 [Referencia de Patente 11] P 2006-95506A

[Referencia de Patente 12] P 2006-305461A

[Referencia de Patente 13] JP Hei 8(1996)-239690A

(correspondiente a los documentos US5767053 y EP0718018)

[Referencia de Patente 14] JP Hei 10(1998)-286404A

30 [Referencia de Patente 15] P Hei 10(1998)-323505A

(correspondiente a los documentos US5994415 y EP0878224)

[Referencia de Patente 16] JP 2003 170005A

[Referencia de Patente 17] JP 2005-270890A

[Referencia de Patente 18] JP 2005-279565A

35 [Referencia de Patente 19] JP 2006 320837A

40

[Referencia de Patente 20] JP 2007-21316A

Respecto a estos cinco tipos de agentes desespumantes, generalmente se dice que los agentes de tipo aceite son excelentes en cuanto a la propiedad de explosión de la espuma; el tipo tensioactivo hidrófobo, en cuanto a la propiedad de supresión de forma; el tipo emulsión, en cuanto a la propiedad de desaireación; se dice que los agentes de tipo compuesto oleoso son universalmente eficaces, tanto para pintura de base acuosa como para pintura oleosa; y generalmente se dice que el tipo auto-emulsionante tiene una excelente durabilidad del efecto desespumante.

Sin embargo, con estos agentes desespumantes conocidos, frecuentemente se observa que los intentos para eliminar la espuma con cualquiera de los tipos en solitario falla a la hora de conseguir un resultado satisfactorio. En tales ocasiones, es necesario usar simultáneamente diferentes tipos de agentes desespumantes, lo que provoca el problema del aumento cuantitativo del agente desespumante que hay que añadir. Asimismo, en el campo en el que se requiere un acabado de alta calidad, tal como el revestimiento de automóviles, que está en estudio en los últimos años, debe evitarse el uso de un agente desespumante de tipo compuesto oleoso, porque un componente sólido tal como polvo de sílice o similares contenido en su interior tiene a afectar a la capacidad de repintado o al aspecto de una película de revestimiento acabada.

El documento US 5187201 describe una composición para eliminar la espuma en una pintura de base acuosa, comprendiendo dicha composición un copolímero de alguil vinil éter disuelto en un disolvente.

En vista de los defectos anteriores de los agentes desespumantes conocidos para pintura de base acuosa, el objeto de la presente invención es proporcionar un agente desespumante para pintura de base acuosa, que presente un efecto desespumante suficiente tras la adición de solo una cantidad minoritaria de una sola clase del agente desespumante a la pintura de base acuosa, sin afectar al aspecto revestido de alta calidad.

De acuerdo con la presente invención, como el agente desespumante para la pintura de base acuosa que satisface el objeto anterior, se proporciona un agente desespumante para pintura de base acuosa caracterizado por comprender

(1) triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno representados por la fórmula general (A)

$$CH_{2}CH_{2}\left(OCH_{2}CH_{2}\right)O-COC_{17}H_{35}$$

$$CH_{2}-O-C_{1}\left(CH_{2}\right)_{111}CH-\left(CH_{2}\right)_{5}CH_{3}$$

$$OCH_{2}CH_{2}\left(OCH_{2}CH_{2}\right)O-COC_{17}H_{35}$$

$$CH-O-C_{1}\left(CH_{2}\right)_{111}CH-\left(CH_{2}\right)_{5}CH_{3}$$

$$OCH_{2}CH_{2}\left(OCH_{2}CH_{2}\right)O-COC_{17}H_{35}$$

$$OCH_{2}CH_{2}\left(OCH_{2}CH_{2}\right)C-COC_{17}H_{35}$$

$$CH_{2}-O-C_{1}\left(CH_{2}\right)_{111}CH-\left(CH_{2}\right)_{5}CH_{3}$$

20 [en la fórmula, a+b+c = un número entero de 5 - 50, a > 1, b > 1 y c > 1] y

5

30

(2) uno, dos o más de los polímeros seleccionados de polialquil vinil éter, polibutadieno, polibuteno y poliisopreno, que están disueltos en

(3) un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

la cantidad combinada de los triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno (es decir, triisoestearatos de aceite de ricino etoxilado, hidrogenado,) es del 2 - 90% en peso, basado en el peso del agente desespumante para pintura de base acuosa.

Una de las realizaciones preferidas del agente desespumante de acuerdo con la invención comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula general anterior (A) y 2 - 90% en peso de polialquil vinil éter que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula general (B)

$$\begin{pmatrix}
CH_2 & \downarrow \\
\downarrow \\
O \\
\downarrow \\
B_1
\end{pmatrix} m$$
(B)

[en la fórmula,  $R_1$  representa un grupo alquilo  $C_{1-18}$ , y m es un número entero de 10 - 500],

que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

Otra realización preferida del agente desespumante de acuerdo con la invención comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula general anterior (A) y 2 - 90% en peso de un polibutadieno que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula general (C)

$$-\left(CH_{2}-CH=CH-CH_{2}\right)_{11}\left(-CH_{2}-CH\right)_{0}$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

[en la fórmula, n+o es un número entero de 10 - 500, n ≥ 0 y o ≥ 0], polibutadieno hidrogenado, polibutadieno terminado en carboxi o polibutadieno terminado en hidroxi, que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

Otra realización preferida más del agente desespumante de acuerdo con la invención comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula anterior (A) y 2 - 90% en peso de polibuteno que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula general (D)

$$\begin{array}{c}
\left(\begin{array}{c}
CH_{2} - CH \\
CH_{2} \end{array}\right)_{p} \left(\begin{array}{c}
CH_{2} - C \\
CH_{3}
\end{array}\right)_{q} \\
CH_{3}
\end{array}$$
(D)

[en la fórmula, p+q es un número entero de 10 - 500, p > 1, y q  $\geq$  0] o polibuteno hidrogenado, que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

Otra realización preferida más del agente desespumante de acuerdo con la invención comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula general anterior (A) y 2 - 90% en peso de poliisopreno que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula (E)

$$\begin{array}{c|c}
CH_3 \\
CH_2 - C - CH - CH_2 \\
\end{array}$$
(E)

[en la fórmula, r es un número entero de 10 - 500],

5

10

15

20

25

30

35

40

45

poliisopreno hidrogenado o poliisopreno terminado en hidroxi, que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

El agente desespumante que comprende un compuesto de la fórmula general (A) y un polímero insoluble en agua de la fórmula general (B), (C), (D), (E) o una modificación del mismo como en el caso anterior, tal como disuelto en parafina normal líquida, isoparafina líquida o cicloparafina líquida como en el caso anterior, puede controlar eficazmente las espumas generadas durante la preparación de la pintura de base acuosa así como durante el revestimiento, secado y cocido de la misma pintura, mediante el uso del agente en solitario, sin el uso combinado con otro(s) agente(s) desespumante(s). Debido a que el agente desespumante de la presente invención contiene el compuesto de la fórmula general (A), posibilita que tales polímero insolubles en agua tales como aquellos de fórmula general (B), (C), (D) y (E) se dispersen uniformemente en la pintura de base acuosa, evitando así defectos en el revestimiento tales como falta de adherencia o formación de cráteres, pudiendo ser causados los defectos por el uso de tales polímeros insolubles en agua como agentes desespumantes. Además, debido a que el agente desespumante de esta invención no afecta al aspecto de la película de revestimiento cocida o a la capacidad de repintado, es útil también para la pintura para la que se requiere una alta calidad de acabado, tal como pintura para automóvil.

En lo sucesivo en la presente memoria se explica el mejor modo para utilizar la presente invención.

Los triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno usados en la presente invención son el componente esencial para que el agente muestre un rendimiento desespumante estable. El número total de moles de oxietileno contenido en la fórmula general (A), (a+b+c), es 5 - 50, y es necesario que a > 1, b > 1 y c > 1. Un compuesto de este tipo en el que uno cualquiera de a, b y c es 1 o menor tiene una estructura en la que no se añade polioxietileno y, por lo tanto, no puede usarse en la presente invención. Cuando el número de moles (a+b+c) es menor que 5, surge entonces el problema de que el compuesto se separa de la pintura provocando falta de adherencia. Por otro lado, cuando el número de moles (a+b+c) del oxietileno es mayor que 50, no puede darse una propiedad desespumante suficiente. Los triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno pueden producirse por triesterificación entre el polioxietileno de aceite de ricino hidrogenado y ácido isosteárico, y están disponibles en el mercado en un número de tipos, ejemplos de los cuales incluyen EMALEX RWIS-305 (5 mol), EMALEX RWIS-310 (10 mol), EMALEX RWIS-315 (15 mol), EMALEX RWIS 320 (20 mol), EMALEX RWIS-330 (30 mol), EMALEX RWIS-340 (40 mol) y EMALEX RWIS-350 (50 mol) (todos frabricados por Nihon Emulsion Co., Ltd.). En lo anterior, (5 mol), (10 mol), (15 mol), (20 mol), (30 mol), (40 mol) y (50 mol) añadidos después de los nombres comerciales indica el número de moles respectivo de oxietileno añadido en los productos.

La cantidad combinada de los triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno es preferiblemente 2 - 90% en peso, en particular, 5-40% en peso. Cuando es menor que 2% en peso, la dispersión del(de los) polímero(s) insoluble(s) en agua o el disolvente resulta incompleta y no puede mostrarse una capacidad desespumante suficiente. Además, el agente es susceptible de provocar defectos en la película revestida resultante. Cuando se combina más del 90% en peso, la cantidad de otros componentes resulta demasiado pequeña para posibilitar que el agente muestre un comportamiento desespumante.

El polialquil vinil éter de la fórmula general (B), que se usa en la presente invención, puede obtenerse por polimerización o copolimerización de monómero(s) de vinil éter que tiene(n) alquilo C<sub>1-18</sub>. Los ejemplos de monómero de vinil éter C<sub>1-18</sub> incluyen metil vinil éter, etil vinil éter, n-propil vinil éter, i-propil vinil éter, n-butil vinil éter, i-butil vinil éter, terc-butil vinil éter, hexil vinil éter, n-octil vinil éter, 2-etilhexil vinil éter, i-nonil vinil éter, dodecil vinil éter, tetradecil vinil éter, hexadecil vinil éter, octadecil vinil éter y similares. Los polialquil vinil éteres preferidos son aquellos obtenidos por polimerización o copolimerización de uno, dos o más de los monómeros anteriores por el método de polimerización con catión, que tiene un grado de polimerización de 10 - 500 (correspondiente al peso molecular promedio en número de 1.000 - 150.000). Cuando el grado de polimerización es menor que 10, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Mientras tanto, cuando el grado de polimerización supera un valor de 500, resulta difícil que el polímero o copolímero se disperse uniformemente en la pintura, lo que induce problemas tales como falta de adherencia o formación de cráteres.

La cantidad combinada del polialquil vinil éter es preferiblemente 2 - 90% en peso, en particular, 5 - 40% en peso. Cuando la cantidad combinada es menor que 2% en peso, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Cuando se combina más de 90% en peso, por otro lado, los otros componentes resultan demasiado

escasos para mostrar un comportamiento desespumante.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

El polibutadieno de la fórmula general (C) que se usa en la presente invención es un homopolímero o copolímero de 1,3-butadieno (CH<sub>2</sub>=CH-CH=CH<sub>2</sub>) o 1,2-butadieno (CH<sub>2</sub>=C=CH-CH<sub>3</sub>). Diversos tipos de tal polibutadieno están disponibles en el mercado, incluyendo los ejemplos preferidos, como los homopolímeros, B-1000 (pentadeca -pentacosámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 1.000), B-2000 (triaconta -tetracontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2.000), B-3000 (pentatetraconta -pentahexacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 3.000); como el tipo hidrogenado, BI-2000 (triaconta -- tetracontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2.000), BI-3000 (pentatetraconta -- pentahexacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 3.000); como el tipo grupo ácido carboxílico terminal, C-1000 (eicosa -- triacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 1,400); y como el tipo grupo hidroxilo terminal. G-1000 (eicosa -- triacontámeros; peso molecular promedio en número, aproximadamente 1.500), G-2000 (triaconta -- tetracontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2.000), G-3000 (pentatetraconta -- hexacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2.900) [todos frabricados por Nippon Soda Co., Ltd.]; Poli bd R-15HT (eicosa -pentacosámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 1.200), Poli bd R-45HT (pentatetraconta -pentapentacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2.800) [fabricados por Idemitsu Kosan Co., Ltd] y similares.

El grado de polimerización preferido del polibutadieno es 10 - 500 (correspondiente a un peso molecular promedio en número de 500 - 22.000). Cuando el grado de polimerización es menor que 10, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Mientras tanto, cuando el grado de polimerización supera un valor de 500, resulta difícil que el polímero o copolímero se disperse uniformemente en la pintura, los que induce problemas tales como falta de adherencia, formación de cráteres, y empañamiento de la película de revestimiento.

La cantidad combinada del polibutadieno es preferiblemente 2 - 90% en peso, en particular, 5 - 40% en peso. Con la cantidad combinada de menos de 2% en peso, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Cuando se combina más de 90% en peso, por otro lado, los otros componentes resultan demasiado escasos para mostrar un comportamiento desespumante.

Como el polibuteno de la fórmula general (D) que se va a usar en la presente invención, pueden usarse homopolímeros de 1-buteno o copolímeros de 1-buteno, o aquellos disponibles en el mercado. Los ejemplos de productos comerciales preferidos de copolímero de 1-buteno/isobuteno incluyen HV-15 (enea --tridecámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 630), HV-35 (deca -- pentadecámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 750), HV-50 (dodeca -- hexadecámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 800), HV-100 (hexadeca -- eicosámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 980), HV-300 (tricosa -- heptacosámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 1.400) y HV-1900 (pentatetraconta -- pentapentacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2.900) [todos frabricados por Nippon Oil Corporation] y similares. Como ejemplos del homopolímero de 1-buteno, 15R (enea -- undecámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 720), 100R (hexadeca -- eicosámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 960), 300R (tetracosa -- triacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 1.500); y como el tipo hidrogenado, 300H (tetracosa -- triacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 1.500), 2000H (pentaconta -- pentapentacontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 3.000) [fabricados por Idemitsu Kosan Co., Ltd.] y similares pueden nombrarse.

El grado de polimerización preferido del polibuteno es 10 - 500 (correspondiente al peso molecular promedio en número de 500 - 22.000). Aquellos que tienen un grado de polimerización menor que 10 se incluyen mediante el disolvente de tipo isoparafina descrito posteriormente. Mientras tanto, cuando el grado de polimerización supera un valor de 500, resulta difícil dispersar el polímero o copolímero uniformemente en la pintura, lo que induce problemas tales como falta de adherencia, formación de cráteres, y empañamiento de la película de revestimiento.

La cantidad combinada de polibuteno es preferiblemente 2 - 90% en peso, en particular, 5 - 40% en peso. Cuando la cantidad combinada es menor que 2% en peso, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Cuando se combina más de 90% en peso, por otro lado, los otros componentes resultan demasiado escasos para mostrar un comportamiento desespumante.

Como el poliisopreno de la fórmula general (E) que se va a usar en la presente invención, pueden usarse aquellos disponibles en el mercado. Los ejemplos del polímero disponible en el mercado incluyen Poli iP (triaconta -- tetracontámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 2500) que es de tipo grupo hidroxilo terminal, EPOL que es el tipo hidrogenado de Poli iP [ambos fabricados por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) y similares.

El grado de polimerización preferido del poliisopreno es 10 - 500 (correspondiente a un peso molecular promedio en número de 700 - 35.000). Cuando el grado de polimerización es menor que 10, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Mientras tanto, cuando el grado de polimerización supera un valor de 500, resulta difícil que el polímero se disperse uniformemente en la pintura, lo que induce problemas tales como falta

de adherencia, formación de cráteres, y empañamiento de la película de revestimiento.

La cantidad combinada del poliisopreno es preferiblemente 2 - 90% en peso, en particular, 5 - 40% en peso. Con una cantidad combinada de menos de 2% en peso, no puede mostrarse un comportamiento desespumante suficiente. Cuando se combina más de 90% en peso, por otro lado, los otros componentes resultan demasiado escasos para mostrar un comportamiento desespumante.

Los ejemplos de parafina normal líquida usada en la presente invención incluyen hexano normal, heptano normal, octano normal, decano normal, dodecano normal, parafina líquida y disolvente mixto que contiene parafina normal comercializado comúnmente (por ejemplo, DISOLVENTE L Nº 0 fabricado por Nippon Oil Corporation).

Los ejemplos de isoparafina líquida usada en la presente invención incluyen isohexano, isooctano, isododecano, isohexadecano, polibuteno de bajo peso molecular LV-7 (tetra -- hexámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 300), LV-50 (hexa -- eneámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 500) [todos frabricados por Nippon Oil Corporation); polibuteno OH de tipo hidrogenado (octa -- heptámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 350), 5H (hexa -- octámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 400), 10H-T (repta -- decámeros: peso molecular promedio en número, aproximadamente 470) [todos frabricados por Idemitsu Kosan Co., Ltd.]; y disolventes mixtos que contienen isoparafina comercializados comúnmente (por ejemplo, IP SOLVENT de Idemitsu Kosan Co., Ltd., la serie SHELLSOL T de Shell Chemicals Co., Ltd., la serie ISOPER de Exxon Chemicals K.K.) y similares.

Los ejemplos de la cicloparafina líquida usada en la presente invención incluyen disolventes nafténicos disponibles en el mercado, tales como Metil Ciclohexano, Etil Ciclohexano, SWACLEAN 150 (otro nombre: una mezcla de alquilo ciclohexanos C<sub>9</sub> y C<sub>10</sub>) [todos frabricados por Maruzen Petrochemical Co., Ltd.), la serie Naphtesol y la serie Cactus Solvent [todos frabricados por Nippon Oil Corporation) y similares.

También es posible usar disolventes mixtos en el mercado que contienen parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida, en la presente invención. Los ejemplos de tal disolvente comercial incluyen Naphtesol M (nafteno/isoparafina/parafina normal = al menos 70%/5-10%/no mayor que 15%; nombre comercial, Nippon Oil Corporation), Isosol 300 y Isosol 400 (nombres comerciales, Nippon Oil Corporation), Exxsol D80, Exxsol D110, Exxsol D130 y Exxsol D160 (disolventes mixtos parafina/cicloparafina, nombres comerciales, ExxonMobil Chemical Company) y similares.

La pintura adecuada para la adición del agente desespumante de la presente invención incluye pintura de base acuosa para la que se requiere un acabado de alta calidad, por ejemplo, pintura básica de base acuosa para automóviles, pintura intermedia de base acuosa para automóviles, pintura de imprimación de base acuosa para automóviles, pintura de base acuosa para mobiliario doméstico de gama alta y similares. Cuando el agente desespumante de la presente invención se añade a tales pinturas, se consigue un excelente efecto desespumante en el momento de su preparación, durante la operación de revestimiento y cocido, y puede evitarse la aparición de una caída en la eficacia de producción de las pinturas de base acuosa o defectos en el revestimiento tales como burbujas atrapadas.

El momento de la adición del agente desespumante de la invención a la pintura de base acuosa es opcional. Puede realizarse en la fase de amasado del pigmento o incluso después de la formulación de la pintura.

La razón de adición del agente desespumante de la invención a la pintura de base acuosa difiere dependiendo de las clases de resinas en la pintura objeto, composición de combinación de pigmento y similares, aunque normalmente es de 0,01 - 10% en peso, preferiblemente 0,05 - 5% en peso, respecto al vehículo para pintura cuando se convierte al contenido de sólidos. Cuando es menor que 0,01% en peso, el agente no puede mostrar una propiedad desespumante suficiente. Mientras tanto, cuando se añade más de 10% en peso, puede producir efectos negativos tales como una pequeña adherencia intercapa en el revestimiento de la pintura, falta de uniformidad en la película de revestimiento superior, o disminución en la resistencia al agua de la película de revestimiento después del cocido.

En lo sucesivo en la presente memoria la presente invención se explica más específicamente con mayor detalle, haciendo referencia a los Ejemplos, entendiéndose que la invención no se limita a estos Ejemplos.

En lo que sigue, "parte" y "%" son, respectivamente, "parte en peso " y "% en peso".

#### 50 Ejemplo 1 de Producción

5

25

30

35

40

45

55

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 3 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 10% con éter dietílico que es un iniciador de polimerización de cationes. La temperatura en el reactor se elevó a 30°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (a-1) al mismo a una velocidad constante a través del embudo de goteo, durante 2 horas.

#### Disolución de goteo (a-1)

Etil vinil éter 300 partes
Tolueno 100 partes

Treinta (30) minutos después de completarse el goteo de la disolución (a-1), se añadieron 15 partes de alcohol etílico para detener la reacción. Después del final de la reacción, el disolvente se retiró con un evaporador para proporcionar un polímero de alquil vinil éter [A-1]. El polímero sintetizado de esta manera tenía un peso molecular promedio en número al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel de 3.000, que corresponde a 30 en grado de polimerización.

#### Ejemplo 2 de Producción

5

25

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 1,5 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 10% con éter dietílico. La temperatura en el reactor se elevó a 40°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (a-2) al mismo a una velocidad constante a través del embudo de goteo, durante 2 horas. Después, se obtuvo el polímero de alguil vinil éter [A-2] por un método similar al del Ejemplo 1 de Producción.

#### Disolución de goteo (a-2)

Etil vinil éter 150 partes

2-Etilhexil vinil éter 150 partes

Tolueno 100 partes

El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 4.500 que corresponde a 35 en grado de polimerización.

#### Ejemplo 3 de Producción

Por un método similar al del Ejemplo 2 de Producción excepto que se reemplazó la disolución de goteo (a-2) usada en el Ejemplo 2 de Producción con la siguiente disolución de goteo (a-3), se obtuvo el polímero de alquil vinil éter [A-3].

### Disolución de goteo (a-3)

Butil vinil éter 100 partes

Dodecil vinil éter 200 partes

Tolueno 100 partes

30 El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 5.000 que corresponde a 30 en grado de polimerización.

#### Ejemplo 4 de Producción

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 0,6 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 10% con éter dietílico. La temperatura en el reactor se elevó a 40°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (a-4) al mismo a una velocidad constante a través del embudo de goteo, durante 2 horas. Después, se obtuvo el polímero de alquil vinil éter [A-4] por un método similar al del Ejemplo 1 de Producción.

# Disolución de goteo (a-4)

40 Dodecil vinil éter 150 partes
Hexadecil vinil éter 150 partes

Tolueno

El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 10.500 que corresponde a 45 en grado de polimerización.

100 partes

#### Ejemplo 5 de Producción

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 0,3 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 10% con éter dietílico. La temperatura en el reactor se enfrió a 15°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (a 5) al mismo a una velocidad constante a través del embudo de goteo, durante 2 horas. Después, se obtuvo el polímero de alquil vinil éter [A-5] por un método similar al del Ejemplo 1 de Producción,

#### Disolución de goteo (a-5)

5

10

30

45

Dodecil vinil éter 150 partes
Octadecil vinil éter 150 partes
Tolueno 100 partes

El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 120.000 que corresponde a 480 en grado de polimerización.

#### Ejemplo 6 de Producción

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 0,6 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 30% con éter dietílico. La temperatura en el reactor se enfrió a 20°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (a-6) al mismo a una velocidad constante a través del embudo de goteo, durante 2 horas. Después, se obtuvo el polímero de alquil vinil éter [A 6] por un método similar al del Ejemplo 1 de Producción.

#### Disolución de goteo (a-6)

Hexadecil vinil éter 150 partes

Octadecil vinil éter 150 partes

Tolueno 100 partes

El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 62.000 que corresponde a 220 en grado de polimerización.

#### Ejemplo 1 de Producción Comparativo

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 0,6 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 10% con éter dietílico. La temperatura en el reactor se enfrió a 20°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (n-1) al mismo a una velocidad constante a través del embudo de goteo, durante 2 horas. Después, se obtuvo el polímero de alquil vinil éter [N-1] por un método similar al del Ejemplo 1 de Producción.

#### Disolución de goteo (n-1)

35 Etil vinil éter 100 partes
Isobutil vinil éter 200 partes
Tolueno 100 partes

El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 95.000 que corresponde a 810 en grado de polimerización.

#### 40 Ejemplo 2 de Producción Comparativo

Se cargó un reactor de 1000 ml equipado con un dispositivo de agitación, condensador de reflujo, embudo de goteo y puerto de entrada de gas nitrógeno con 150 partes de tolueno y 6 partes de complejo de fluoruro de boro-éter dietílico diluido al 10% con éter dietílico. La temperatura en el reactor se elevó a 50°C mientras se introducía gas nitrógeno a su interior, y posteriormente se añadió gota a gota la siguiente disolución de goteo (n-2) al mismo a una velocidad constante, durante 2 horas. Después, se obtuvo el polímero de alquil vinil éter [N-2] por un método similar al del Ejemplo 1 de Producción.

# ES 2 529 436 T3

# Disolución de goteo (n-2)

Dodecil vinil éter 150 partes
Octadecil vinil éter 150 partes
Tolueno 100 partes

5 El peso molecular promedio en número del copolímero sintetizado, al convertirlo en poliestireno en su cromatógrafo de permeación en gel, fue de 1.500 que corresponde a 6 en grado de polimerización.

TABLA 1
Polímeros de los Ejemplos de Producción

	Nombre de la Muestra	Peso Molecular	Grado de
		Promedio en Número	Polimerización
Ejemplo 1 de Producción	A-1	3.000	30
Ejemplo 2 de Producción	A-2	4.500	35
Ejemplo 3 de Producción	A-3	5.000	30
Ejemplo 4 de Producción	A-4	10.500	45
Ejemplo 5 de Producción	A-5	120.000	480
Ejemplo 6 de Producción	A-6	62.000	220

10 TABLA 2
Polímeros de los Ejemplos de Producción Comparativos

	Nombre de la Muestra	Peso Molecular	Grado de
		Promedio en Número	Polimerización
Ejemplo 1 de Producción Comparativo	N-1	95.000	810
Ejemplo 2 de Producción Comparativo	N-2	1.500	6

<u>Ejemplos 1 - 6 de Combinación</u> (Ejemplos en los que se varió el número añadido de moles de oxietileno en triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno)

15 Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 3.

TABLA 3

Fiample de Cambinación	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo
Ejemplo de Combinación	1	2	3	4	5	6
EMALEX RWIS-305 (*1)	15	-	-	-	-	-
EMALEX RWIS-310 (*2)	-	15	-	-	-	-
EMALEX RWIS 315 (*3)	-	-	15	-	-	-
EMALEX RWIS-320 (*4)	-	-	-	15	-	-
EMALEX RWIS-330 (*5)	-	-	-	-	15	-
EMALEX RWIS-340 (*6)	-	-	-	-	-	15
Polímero de alquil vinil éter [A-1]	15	15	15	15	15	15
Parafina líquida Nº 30 *7)	15	15	15	15	15	15
Isododecano	55	55	55	55	55	55

<sup>\*1)</sup> Triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 5

- \*2) Triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 10
  - \*3) Triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 15
  - \*4) Triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 20
- \*5) Triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 30
  - \*6) Triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 40

[Todos fabricados por Nihon Emulsion Co., Ltd.]

5

15 \*7) Una combinación de parafinas normales fabricadas por Sanko Chemical Industries Co., Ltd.

<u>Ejemplos 7 - 12 de Combinación</u> (Ejemplos en los que se varió la cantidad combinada de triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno)

Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 4.

20 TABLA 4

Figmala de Combinación	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo
Ejemplo de Combinación	7	8	9	10	11	12
EMALEX RWIS-320	5	10	20	40	60	80
Polímero de alquil vinil éter [A-1]	35	15	15	15	5	5
Parafina líquida Nº 30	25	20	10	-	-	-
Isododecano	55	55	55	45	35	15

Ejemplos 13 - 17 de Combinación (Ejemplos en los que se varió la clase de polímero de alquil vinil éter combinado)

Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 5.

TABLA 5

Ejemplo de Combinación	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo
Ejempio de Combinación	13	14	15	16	17
EMALEX RWIS-320	15	15	15	15	15
Polímero de alquil vinil éter [A-2]	15	-	-	-	-
Polímero de alquil vinil éter [A-3]	-	15	-	-	-
Polímero de alquil vinil éter [A-4]	-	-	15	-	-
Polímero de alquil vinil éter [A-5]	-	-	-	15	-
Polímero de alquil vinil éter [A-6]	-	-	-	-	15
Parafina líquida Nº 30	15	15	15	15	15
Isododecano	55	55	65	55	55

Ejemplos de 18 - 22 de Combinación (Ejemplos en los que se combinó polibutadieno, polibuteno o poliisopreno)

Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 6.

TABLA 6

Ejemplo de Combinación	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo
Ejempio de Combinación	18	19	20	21	22
EMALEX RWIS-320	15	15	15	15	15
Polibutadieno [B-3000] *1)	15	-	-	-	-
Polibutadieno [R-45T] *2)	-	15	-	-	-
Polibuteno [300R] *3)	-	-	15	-	-
Polibuteno [2000H] *4)	-	-	-	15	-
Poliisopreno [Poli iP] *5)	-	-	-	-	15
Parafina líquida Nº 30	15	15	15	15	15
Isododecano	55	55	55	55	55

<sup>\*1)</sup> fabricado por Nippon Soda Co., Ltd.

10 \*4) do.

\*5) do.

Ejemplos 23 - 28 de Combinación (Ejemplos en los que se varió la clase de disolvente de parafina)

Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 7.

15

<sup>\*2)</sup> Idemitsu Kosan Co., Ltd.

<sup>\*3)</sup> do.

TABLA 7

Ejemplo de Combinación	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo
Ejempio de Combinación	23	24	25	26	27	28
EMALEX RWIS-320	15	15	15	15	15	15
Polímero de alquil vinil éter [A-1]	10	10	10	10	10	10
Poliisopreno [Poli iP]	10	10	10	10	10	10
Parafina líquida Nº 30	-	10	15	10	10	10
Parafina líquida N° 70 *7)	10	-	-	-	-	-
Isododecano	-	-	35	-	25	-
Dodecano normal	-	-	-	55	-	-
SHELLSOL TK *1)	55	-	-	-	-	25
Polibuteno [OH] *2)	-	10	-	-	-	-
Etilciclohexano *3)	-	-	15	-	-	-
IP SOLVENT 1620 *4)	-	45	-	-	-	-
SOLVENT L N° 0 *5)	-	-	-	-	30	-
Exxsol D80 *6)	-	-	-	-	-	30

<sup>\*1)</sup> Shell Chemicals Japan, Ltd.

Ejemplos 1 - 6 de Combinación Comparativos (Ejemplos usando los compuestos en los que los triisotearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno usados tenían un número añadido de moles de oxietileno fuera del alcance de la presente invención, o los compuestos que tenían estructuras químicas no correspondientes a la fórmula general (A))

Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 8.

<sup>\*2)</sup> Idemitsu Kosan Co., Ltd.

<sup>\*3)</sup> Maruzen Petrochemical Co., Ltd.

<sup>5 \*4)</sup> Idemitsu Kosan Co., Ltd.

<sup>\*5)</sup> Nippon Oil Corporation

<sup>\*6)</sup> ExxonMobil Chemical Company

<sup>\*7)</sup> Sanko Chemical Industries Co., Ltd.

TABLA 8

Ejemplo de Combinació Comparativo	on Ejemplo Compa rativo	a- Compa-	Ejemplo 3 Compa- rativo	Ejemplo 4 Compa- rativo	Ejemplo 5 Compa- rativo	Ejemplo 6 Compa- rativo
EMALEX RWIS-303 (	15	-	-	-	-	-
EMALEX RWIS-360 (		15	-	-	-	-
EMALEX RWIS-120 (		-	15	-	-	-
EMALEX RWIS-220 (		-	-	15	-	-
EMALEX RWL-120 (	(5) -	-	-	-	15	-
EMALEX GWIS-320 (	·6) -	-	-	-	-	15
Polímero de alquil vinil éter	A-1] 15	15	15	15	15	15
Parafina líquida Nº 30	15	15	15	15	15	15
Isododecano	55	55	55	55	55	55

<sup>\*1)</sup> triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 3

- \*2) triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 60
  - \*3) polioxietileno de aceite de ricino hidrogenado con monoisoestearato en el que el número añadido de moles de oxietileno era 20
  - \*4) polioxietileno de aceite de ricino hidrogenado con diisoestearato en el que el número añadido de moles de oxietileno era 20
- \*5) polioxietileno de aceite de ricino hidrogenado con monolaurato en el que el número añadido de moles de oxietileno era 20
  - \*6) gliceril triisoestearato de polioxietileno en el que el número añadido de moles de oxietileno era 20

Todos fabricados por Nihon Emulsion Co., Ltd.

<u>Ejemplos 7 - 12 de Combinación Comparativos</u> (Ejemplos de composiciones en los que no se combinó triisoestearato de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno y un Ejemplo en el que no se combinó ninguno de polialquil vinil éter, polibutadieno, polibuteno y poliisopreno)

Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 9.

TABLA 9

Ejemplo de Combinación	Ejemplo 7 Compa-	Ejemplo 8 Compa-	Ejemplo 9 Compa-	Ejemplo 10 Compa-	Ejemplo 11 Compa-	Ejemplo 12 Compa-
Comparativo	rativo	rativo	rativo	rativo	rativo	rativo
EMALEX RWIS 320	15	-	-	-	1	-
Polímero de alquil vinil éter [A-1]	-	15	-	-	-	-
Polibutadieno [B-3000]	-	-	15	-	-	-
Polibutadieno [R-45T]	-	-	-	15	-	-
Polibuteno [300R]	-	-	-	-	15	-
Poliisopreno [Poli iP]	-	-	-	-	-	15
Parafina líquida Nº 30	30	30	30	30	30	30
Isododecano	55	55	55	55	55	55

<u>Ejemplos 13 - 14 de Combinación Comparativos</u> (Ejemplos de las composiciones en las que se combinaron polialquil vinil éteres que tienen el grado de polimerización fuera del alcance de la invención)

5 Como las composiciones para su uso en los Ejemplos de Ensayo de Pintura, se prepararon las composiciones que tienen las razones de combinación mostradas en la Tabla 10.

TABLA 10

Ejemplo de Combinación	Ejemplo 13	Ejemplo 14
Comparativo	Comparativo	Comparativo
EMALEX RWIS-320	15	15
Polímero de alquil vinil éter [N-1]	15	-
Polímero de alquil vinil éter [N-2]	-	15
Parafina líquida Nº 30	15	15
Isododecano	55	55

Ejemplo de Ensayo de Pintura (ensayo de desespumante con pintura de melamina acrílica de base acuosa)

10 El ensayo de actividad desespumante se realizó con la composición de pintura de melamina acrílica de base acuosa formada de una mezcla de la Combinación A y la Combinación B como se especifica en la Tabla 11.

[Formulación de pintura de melamina acrílica de base acuosa]

25

La combinación A se dispersó uniformemente con un molino de arena de sobremesa (fabricado por Kansai Paint Co. Ltd.) para formar una base molida, con la que se mezcló la combinación B con agitación con un dispositivo de dispersión de laboratorio para formular una pintura de melamina acrílica de base acuosa. La pintura resultante se ajustó con 2-dimetilaminoetanol para que tuviera un pH de 7,8, y se diluyó con agua destilada para que tuviera una viscosidad de 35 segundos/copa Ford del Nº 4/20°C.

[Ensayo de actividad desespumante en lata: ensayo y evaluación de la actividad desespumante durante la formulación de la pintura]

A la pintura de melamina acrílica de base acuosa anterior, se le añadió un 2% en peso de cada uno de los agentes desespumantes especificados en las Tablas 3 - 10, y se agitaron con un dispositivo de dispersión de laboratorio a 4.000 rpm durante 3 minutos para espumarla.

Después de 1 minuto y 5 minutos del final de la agitación, se midió la densidad relativa de cada una de las muestras de pintura de base acuosa en las que se recogieron las espumas con una copa de densidad relativa de 1.000 ml (fabricada por Taiyu Kizai K.K.). Cuanto mayor es la densidad relativa, mayor será el efecto de rotura de las

espumas recogidas en la pintura.

10

15

20

[Ensayo de actividad desespumante en el momento del revestimiento y el cocido]

Las muestras de pintura de melamina acrílica de base acuosa formuladas se dejaron reposar durante 24 horas, y después cada una se <u>pulverizó con aire</u> sobre una placa de estaño de 200 mm x 300 mm mediante revestimiento con cuña para proporcionar un espesor de película de revestimiento cocida de 30 µm a 100 µm. Después de 3 minutos de fraguado a temperatura ambiente, las muestras de placa de estaño revestida se secaron durante 3 minutos en un horno a 80°C, seguido de 20 minutos de cocido en un horno a 150°C.

[Evaluación de la actividad desespumante en el momento del revestimiento y el cocido]

La evaluación de la actividad desespumante se realizó por examen visual de la aparición de burbujas atrapadas y falta de adherencia, cada una de los cuales se clasificó en 5 grados de "mejor" (5) a "peor" (1). Asimismo, se midió el espesor de película mínimo al que empezaban a aparecer burbujas atrapadas con un equipo de ensayo de revestimiento electromagnético (LE-200J: fabricado por Kett Electric Laboratory).

Los resultados son los que se muestran en las Tablas 12 y 13.

El concepto de "burbujas atrapadas" mencionado en la presente memoria se refiere a las espumas que se forman en una película de revestimiento cocida y que pueden confirmarse con observación visual en forma de burbujas en la superficie de la película revestida. Asimismo, la "falta de adherencia" se refiere a deposiciones similares a cráteres u orificios que permiten la percepción directa del sustrato a través de los mismos, que se forman sobre la superficie de la película revestida después del cocido.

# TABLA 11 Composición de pintura de melamina acrílica de base acuosa

Material de partida	Cantidad (partes)	Fabricante	Observaciones
Combinación A			
Setalux 6100GR-74	73,7	Nuplex Industries Limited	resina en emulsión acrílica
2-butoxietanol	22,4	Kyoei Yowi K.K.	adyuvante de formación de película
2-dimetilaminometanol	1,5	Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.	neutralizante
agua destilada	140,0		diluyente
óxido de titanio JK-600A	160,2	Tayca Corporation	pigmento
Combinación B			
Setalux 6100GR-74	220,5	Nuplex Industries Limited	resina en emulsión acrílica
2-butoxietanol	22,4	Kyoei Yozai K.K.	adyuvante de formación de película
Propilenglicol	22,4	Canto Chemical Co., Ltd.	agente anti-congelante
Setamine MS-152 AQ-70	137,3	Nuplex Industries Limited	resina de melamina
2-dimetilaminoetanol	2,7	Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.	neutralizante
agua destilada	167,5		diluyente

TABLA 12

Resultados del ensayo de agentes desespumantes de los Ejemplos 1 - 28 de Combinación, en pintura de melamina acrílica de base acuosa

		pumante en lata		atrapadas	
Nº de Ejemplo de Combinación	después de 1 minuto	d relativa)  después de 5  minutos	evaluación de burbujas atrapadas	ula cocida espesor de película al que aparecieron las burbujas atrapadas (μm)	Aparición de falta de adherencia (número)
BLANCO	0,65	0,69	1	30	0
1	0,82	0,86	3	50	0
2	0,92	0,94	3	55	0
3	0,92	0,93	4	55	0
4	0,96	0,97	5	80	0
5	0,94	0,96	5	80	0
G	0,88	0,92	3	45	0
7	0,94	0,95	4	60	0
8	0,94	0,96	5	80	0
9	0,94	0,96	5	80	0
10	0,91	0,93	4	60	0
11	0,89	0,93	4	60	0
12	0,84	0,88	3	50	0
13	0,96	0,97	5	80	0
14	0,96	0,97	6	80	0
15	0,97	0,97	5	85	0
16	0,88	0,91	3	55	0
17	0,90	0,92	3	60	0
18	0,89	0,92	4	55	0
19	0,83	0,86	3	55	0
20	0,89	0,91	3	55	0
21	0,83	0,85	3	55	0
22	0,89	0,91	4	65	0
23	0,92	0,94	5	80	0
24	0,90	0,92	5	80	0
25	0,91	0,93	5	80	0
26	0,95	0,96	5	80	0
27	0,95	0,97	5	80	0
28	0,95	0,96	5	80	0

TABLA 13

Resultados del ensayo de agentes desespumantes de los Ejemplos 1 - 14 de Combinación Comparativos, en pintura de melamina acrílica de base acuosa

	Actividad desespumante en lata (densidad relativa)		Burbujas atrapadas en película cocida		
Nº de Ejemplo de Combinación Comparativo	después de 1 minuto	después de 5 minutos	evaluación de burbujas atrapadas	espesor de película al que aparecieron las burbujas atrapadas (μm)	Actividad desespumante en lata (densidad relativa)
BLANCO	0,65	0,69	1	30	0
1	0,82	0,84	1	30	incontable
2	0,72	0,74	1	30	0
3	0,69	0,69	1	30	0
4	0,73	0,76	1	30	0
5	0,69	0,71	1	30	0
6	0,55	0,56	1	30	0
7	0,94	0,95	1	30	0
8	0,83	0,86	3	30	8
9	0,76	0,76	2	30	3
10	0,76	0,77	2	30	7
11	0,79	0,80	2	30	6
12	0,76	0,78	2	30	2
13	0,93	0,94	3	40	incontable
14	0,91	0,94	2	30	0

#### **REIVINDICACIONES**

- 1. Un agente desespumante para pintura de base acuosa caracterizado por que comprende
- (1) triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno representados por la fórmula general (A)

$$CH_{2}CH_{2}(OCH_{2}CH_{2})O-COC_{17}H_{35}$$

$$CH_{2}-O-C_{1}(CH_{2})_{111}CH-(CH_{2})_{5}CH_{3}$$

$$OCH_{2}CH_{2}(OCH_{2}CH_{2})O-COC_{17}H_{35}$$

$$CH-O-C_{1}(CH_{2})_{111}CH-(CH_{2})_{5}CH_{3}$$

$$OCH_{2}CH_{2}(OCH_{2}CH_{2})O-COC_{17}H_{35}$$

$$OCH_{2}CH_{2}(OCH_{2}CH_{2})O-COC_{17}H_{35}$$

$$OCH_{2}CH_{2}(OCH_{2}CH_{2})O-COC_{17}H_{35}$$

$$CH_{2}-O-C_{1}(CH_{2})_{111}CH-(CH_{2})_{5}CH_{3}$$

5 en la que a+b+c = un número entero de 5 - 50, a > 1, b > 1 y c > 1

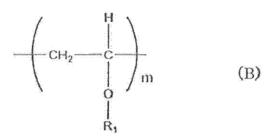
у

15

- (2) uno, dos o más de los polímeros seleccionados de polialquil vinil éter, polibutadieno, polibuteno y poliisopreno, que están disueltos en
- (3) un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida,
   isoparafina líquida y cicloparafina líquida,

siendo la cantidad combinada de los triisoestearatos de aceite de ricino hidrogenado con polioxietileno del 2 - 90% en peso, basado en el peso del agente desespumante para pintura de base acuosa.

2. Un agente desespumante de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula general (A) y 2 - 90% en peso de polialquil vinil éter que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula general (B)



en la que R<sub>1</sub> representa un grupo alquilo C<sub>1-18</sub>, y m es un número entero de 10 - 500,

que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

3. Un agente desespumante de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula general (A) y 2 - 90% en peso de un polibutadieno que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula general (C)

$$-\left(CH_{2}-CH=CH-CH_{2}\right)_{\Pi}\left(CH_{2}-CH\right)_{\Omega}$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

$$CH$$

en la que n+o es un número entero de 10 - 500,  $n \ge 0$  y  $o \ge 0$ , y polibutadieno hidrogenado, polibutadieno terminado en carboxi o polibutadieno terminado en hidroxi, que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

4. Un agente desespumante de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula (A) y 2 - 90% en peso de polibuteno que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula general (D)

$$\begin{array}{c}
\begin{pmatrix}
CH_2 - CH \\
CH_2
\end{pmatrix}_p \begin{pmatrix}
CH_2 - C \\
CH_3
\end{pmatrix}_q \\
CH_3
\end{array}$$
(D)

en la que p+q es un número entero de 10 - 500, p > 1, y q ≥ 0, o polibuteno hidrogenado, que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.

5. Un agente desespumante de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende 2 - 90% en peso del compuesto representado por la fórmula general (A) y 2 - 90% en peso de poliisopreno que tiene las unidades estructurales repetitivas representadas por la fórmula (E)

$$-\left(CH_2-C-CH_3\right)_{\Gamma} \qquad (E)$$

en la que r es un número entero de 10 - 500,

poliisopreno hidrogenado o poliisopreno terminado en hidroxi, que están disueltas en un disolvente o una mezcla de dos o más clases de disolventes seleccionados de parafina normal líquida, isoparafina líquida y cicloparafina líquida.