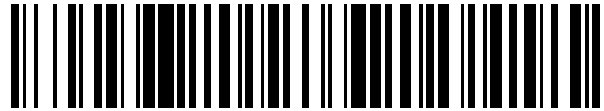


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 545 402**

51 Int. Cl.:

**C09D 5/00** (2006.01)  
**C09D 7/12** (2006.01)  
**C09D 5/33** (2006.01)  
**C08K 7/22** (2006.01)  
**C08L 25/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.11.2011 E 11187520 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.07.2015 EP 2452986**

54 Título: **Composiciones de revestimiento reflectante de infrarrojo**

30 Prioridad:

**16.11.2010 CN 201010576133**

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

**10.09.2015**

73 Titular/es:

**ROHM AND HAAS COMPANY (50.0%)  
100 Independence Mall West  
Philadelphia, PA 19106-2399, US y  
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (50.0%)**

72 Inventor/es:

**HUANG, QIAN;  
ROKOWSKI, JOSEPH M. y  
ZHANG, YANG**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 545 402 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**

Composiciones de revestimiento reflectante de infrarrojo

**Antecedentes**

5 Esta invención se refiere generalmente a composiciones de revestimiento con propiedades mejoradas de reflectancia de infrarrojo, resistencia a la acumulación de suciedad (DPUR), y rendimiento de tracción.

El incrementado coste y escasez de energía ha conducido a un énfasis creciente de la conservación de energía de los edificios. El desarrollo de revestimientos reflectantes del infrarrojo y aislantes térmicos sería una medida efectiva para minimizar la transferencia de calor desde la parte superior hasta el interior, y de este modo rebajar la demanda de consumo de energía.

10 Una exploración se centra en el examen de materiales, especialmente pigmentos orgánicos, por medida de la reflectancia en regiones específicas de longitud de onda. Y los productos de revestimiento reflectante contienen los pigmentos, típicamente óxidos metálicos, que reflejan selectivamente radiación en regiones electromagnéticas especiales. Aún hay necesidad de mejora del rendimiento de reflectancia en la región de radiación solar total (300-2.500 nm), especialmente en la región de infrarrojo cercano (NIR, 700-2500 nm) que se sabe que es la principal  
15 contribución a la acumulación de calor. Además, la mejora significativa del rendimiento de aislamiento térmico y las propiedades de durabilidad, tales como DPUR y resistencia a la abrasión, no se pueden suministrar sin la propiedad de reflectancia mejorada seleccionando pigmentos específicos, especialmente para productos de alta PVC.

El documento 10010538A, de Hugo describe revestimientos que comprenden una mezcla espectralmente selectiva de pigmentos en copos y esféricos que absorben radiación infrarroja (IR) y (UV) y reflejan la radiación solar de más alta energía. La patente de EE.UU. no. 6194484B, de Hugo, describe revestimientos que absorben energía térmica (infrarrojo) y de luz visible y comprenden una mezcla de partículas esféricas y en forma de copos. Las referencias de Hugo no describen revestimientos reflectantes de IR que son deseables para revestimientos blandos y en climas cálidos. La publicación WIPO WO2010/091416, de Valspar, describe un sistema de tinción con pintura a gusto del consumidor que toma una base de tintura oscura de cualquiera de un gran número de pigmentos y prepara una  
20 pintura de color más ligero a partir de ella; algunos pigmentos son no absorbentes de infrarrojo; sin embargo, las pinturas no son reflectantes de infrarrojo. La publicación EPO no. EP 2182033A, de Akzo, describe una composición de pintura que consume baja energía que es de bajo contenido de TiO<sub>2</sub> y tiene una concentración en volumen de pigmento o PVC de 75 a 90%; sin embargo, la composición de revestimiento de Akzo tiene una baja proporción de aglomerante polimérico y así no sería útil en aplicaciones de pintura de exterior en las que se necesitan pinturas supercríticas. La publicación WIPO no. WO 2008/048765A, de Millennium Inorganic Chemicals, describe composiciones de revestimiento descontaminante que son resistentes a la acumulación de suciedad pero no reflectantes de infrarrojo.

Se han usado microesferas huecas poliméricas como reemplazo ideal de pigmentos inorgánicos para resolver los problemas anteriormente mencionados. La publicación de patente china CN101665658, de Peng Yi, proporciona un revestimiento que funciona como reflectante térmico y radiante térmico que consiste en un material formador de película macromolecular, un material reflectante térmico y radiante térmico, y un material de microesferas huecas poliméricas con una relación en peso seco de, respectivamente, 40-70%, 30-60% y 0,2-10%. El material de microesferas huecas poliméricas es una resina de emulsión de microesferas huecas con tamaño de partícula de 0,1-5 µm o, 0,1-2 µm. Sin embargo, la resina de emulsión de microesferas huecas poliméricas se usa en la referencia  
35 como material de aislamiento térmico para reemplazar las microesferas huecas de vidrio, micropartículas huecas o cenosferas cerámicas. La propiedad de reflexión térmica del revestimiento se deriva del material reflectante térmico y radiante térmico tal como polvo de mica, sericita en polvo, dióxido de titanio, caolín, tiza francesa, alúmina y pigmento de infrarrojo. No se descubre que las microesferas huecas poliméricas tengan efecto en la reflectancia solar. Ni se encontró que la diferencia de sus tamaños de partícula tenga diferentes tasas reflectantes en diferentes longitudes de onda solar, por las referencias tales como US2050126441, US6787585 y US20040137160. Por lo tanto, aún hay una necesidad de una nueva composición de revestimiento que contiene microesferas huecas poliméricas específicas con cierto tamaño de partícula y composición de residuos para conseguir una reflectancia mejorada en longitud de onda de infrarrojo, durabilidad de reflectancia con el tiempo (medida por DPUR) y rendimientos de tracción de la película de revestimiento formada, especialmente en aplicaciones de revestimiento de tejados.

Por lo tanto, el problema tratado por la presente invención es para superar los defectos de los sistemas anteriormente mencionados proporcionando composiciones de revestimiento reflectante de infrarrojo que imparten reflectancia mejorada de longitud de onda de infrarrojo, DPUR y propiedades de tracción de la película de revestimiento formada con ellas.

**55 Declaración de la invención**

La presente invención, en sus distintos aspectos, es como se expone en las reivindicaciones adjuntas

El primer aspecto de la presente invención se refiere a una composición de revestimiento reflectante de infrarrojo

que comprende, en porcentaje en peso basado en el peso seco total de la composición, de 0,1% a 50% de partículas huecas poliméricas, de 0,1% a 70% de partículas de pigmento y de 20% a 80% de por lo menos un aglomerante polimérico, que tiene una Tg, medida por calorimetría diferencial de barrido, de -60°C a 0°C, en el que el tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas es de 0,38 a 1,6 µm; y en el que la distribución de tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas es tal que el 90% de las partículas se encuentra dentro de ±10% del tamaño medio de partícula en volumen.

5

El segundo aspecto de la presente invención se refiere a un material revestido que comprende por lo menos una película de revestimiento derivada de la composición de revestimiento.

El tercer aspecto de la presente invención se refiere a un sistema de revestimiento multicapa reflectante de infrarrojo derivado de la composición de revestimiento del primer aspecto de la presente invención, en el que la composición de revestimiento se aplica en forma de un revestimiento de base, un revestimiento superior, o en forma de tanto un revestimiento de base como de un revestimiento superior de un sistema de revestimiento multicapa.

10

### Descripción Detallada

Para el propósito de describir los componentes en las composiciones de esta invención, todas las frases que comprenden paréntesis denotan cualquiera o ambos de los asuntos incluidos entre paréntesis y su ausencia. Por ejemplo, la frase "(co)polímero" incluye, alternativamente, polímero, copolímero y sus mezclas; la frase "(met)acrilato" quiere decir acrilato, metacrilato, y sus mezclas.

15

Tal como se usa aquí, el término "acuoso" significará agua o mezclado con agua con 50% en peso o menos, basado en el peso de la mezcla, de disolvente miscible en agua.

20

Tal como se usa aquí, el término "polímero" incluirá resinas y copolímeros.

Tal como se usa aquí, el término "acrílico" significará ácido (met)acrílico, (met)acrilato de alquilo, (met)acrilamida, (met)acrilonitrilo y sus formas modificadas, tales como, por ejemplo, (met)acrilato de hidroxialquilo.

25

Tal como se usa aquí, el término "estirénico" se refiere a un monómero que contiene una estructura molecular de, o un polímero que contiene una unidad polimerizada de estireno o cualquiera de sus derivados, tales como, por ejemplo, estireno, metilestireno, viniltolueno, metoxiestireno, butilestireno, o cloroestireno, o similares.

30

Tal como se usa aquí, el término "pigmento" significará un material inorgánico en partículas que es capaz de contribuir materialmente a la opacidad o capacidad de ocultar de un revestimiento. Tales materiales tienen típicamente un índice de refracción superior a 1,5 e incluyen, por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de hierro rojo, óxido de hierro amarillo, dióxido de circonio, óxido de cinc, trióxido de cromo, sulfuro de cinc, óxido de aluminio, y similares.

35

Tal como se usa aquí, el término "extendedor" significará un material inorgánico en partículas que tiene un índice de refracción menor o igual a 1,5 e incluye, por ejemplo, carbonato de calcio, arcilla, sulfato de calcio, aluminosilicatos, silicatos, zeolitas, sulfato de bario, silicato de magnesio, caolín, mica, sílice amorfa, sílice de diatomeas, tierra de diatomeas y similares.

40

Tal como se usa aquí, la expresión "sistema de revestimiento multicapa" significará estructura de revestimiento que comprende por lo menos dos capas de película de revestimiento sobre la superficie del sustrato.

Tal como se usa aquí, a menos que se indique lo contrario, la expresión "tamaño (o diámetro) medio de partícula" se refiere al tamaño (o diámetro) medio de partícula de una distribución de partículas según se determina por impedancia eléctrica usando un contador Coulter Multisizer™ 3 (Beckman Coulter, Inc., Fullerton, CA), según los procedimientos recomendados por el fabricante. La mediana se define como el tamaño en el que 50% en peso de las partículas en la distribución son más pequeñas que la mediana y el 50% en peso de las partículas en la distribución son más grandes que la media. Este es un tamaño medio de partícula en volumen.

45

Tal como se usa aquí, a menos que se indique lo contrario, el término "Tg" significará temperatura de transición vítrea medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) utilizando una velocidad de calentamiento de 20°C/minuto y tomando el punto de inflexión en el termograma como el valor de Tg. La expresión "Tg calculada" se refiere a la Tg de polímeros determinada mediante la ecuación de Fox (TG Fox, Bull. Am. Física Soc., Volumen 1, número 3, página 123 (1956)). Las Tgs de homopolímeros se pueden encontrar, por ejemplo, en "Polymer Handbook", editado por J. Brandrup y EH Immergut, Interscience Publishers. En el caso de un polímero multietapa, el valor de Tg dado será la media ponderada de los puntos de inflexión observados en el termograma. Por ejemplo, un polímero de dos etapas que consiste en 80% de polímero blando de la primera etapa y 20% de polímero duro de la segunda etapa que tiene dos puntos de inflexión de DSC, uno a -43°C y uno a 68°C, tendrá una Tg dada de -20,8°C.

50

Tal como se usa aquí, la expresión "% en peso" significará porcentaje en peso.

Tal como se usa aquí, el término "hasta" en un intervalo significará cualquiera y todas las cantidades mayores de cero y hasta e incluyendo el punto final del intervalo.

Tal como se usa aquí, el término DPUR significa "resistencia a la acumulación de suciedad" como se define en la Sección de Procedimientos de Ensayo.

5 Todos los intervalos citados son inclusivos y combinables. Por ejemplo, un diámetro medio de 1  $\mu\text{m}$  o más, o 2  $\mu\text{m}$  o más, o 4  $\mu\text{m}$  o más y hasta 20  $\mu\text{m}$ , o hasta 15  $\mu\text{m}$ , incluirá intervalos de 1  $\mu\text{m}$  a 20  $\mu\text{m}$  o menos, de 1  $\mu\text{m}$  o más a 15  $\mu\text{m}$  o menos, de 2  $\mu\text{m}$  o más a 15  $\mu\text{m}$  o menos, de 2  $\mu\text{m}$  o más a 20  $\mu\text{m}$  o menos, de 4  $\mu\text{m}$  o más a 15  $\mu\text{m}$  o menos, y de 4  $\mu\text{m}$  o más a 20  $\mu\text{m}$  o menos.

10 En la presente invención, la composición de revestimiento reflectante de infrarrojo comprende, en porcentaje en peso basado en el peso total en seco de la composición, de 0,1% a 50%, preferentemente de 5% a 30%, más preferentemente de 5% a 25%, de partículas huecas poliméricas que contienen por lo menos un hueco por partícula. Las partículas huecas poliméricas presentes se refieren a un (co)polímero de emulsión formadora y no formadora de película que contiene por lo menos un hueco por partícula de (co)polímero; durante el secado de la composición de revestimiento, el agua en el hueco se difunde a través de la envoltura del (co)polímero y deja huecos de aire en la película de revestimiento. Debido a la diferencia de índice de refracción entre el aire y el polímero circundante, la luz se dispersa efectivamente y de este modo puede contribuir a las características ópticas de la película de revestimiento tales como opacidad, ocultamiento del sustrato y reflexión de la luz. Por "hueco" aquí se entiende un espacio hueco relleno de aire o gas en una microesfera. Cualquier espacio fuera de la microesfera, independientemente de si está lleno de aire o gas o vacío, no se incluye en la definición de dicho "hueco". Las partículas de pigmento o las partículas de extendedor de la presente invención, que pueden tener espacio hueco dentro de las partículas o espacios entre las partículas, no se consideran partículas huecas ni en la categoría de material que tiene huecos de la presente invención. Los ejemplos de partículas huecas poliméricas incluyen los polímeros multietapa comercialmente disponibles, tales como, los productos de la serie ROPAQUE™ que incluyen Ultra E, HP-1055, AF-1353, HP-1670 y EXP-4454, disponibles de DOW Chemical Company.

25 El tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas de la presente invención estará en el intervalo de 0,38 a 1,6  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 0,38 a 1,3  $\mu\text{m}$ , y tendrá una distribución de tamaño medio de partícula en volumen (PSD) de 90% de partículas que están dentro de  $\pm 10\%$  del tamaño medio de partícula en volumen. La composición de revestimiento que contiene las partículas huecas poliméricas de alrededor de 0,38  $\mu\text{m}$  exhiben una mayor reflectancia solar en la región de longitud de onda visible (400-700 nm) que la de una composición de revestimiento en la que las partículas huecas poliméricas están substituidas por dióxido de titanio con el mismo porcentaje en peso. Ocurre similar mejora de la reflectancia solar en la región de radiación infrarroja (700-2.500 nm) usando las partículas huecas poliméricas con un tamaño medio de partícula de alrededor de 1,0  $\mu\text{m}$  a 1,3  $\mu\text{m}$ . Las partículas huecas poliméricas con el tamaño medio de partícula de 1,0  $\mu\text{m}$  proporcionan la más alta reflectancia solar total así como reflectancia de infrarrojo cercano, comparado con las otras composiciones que contienen partículas de 0,38  $\mu\text{m}$ , 1,3  $\mu\text{m}$  o 1,6  $\mu\text{m}$ . Cuando el tamaño medio de partícula es mayor de 1,6  $\mu\text{m}$ , la reflectancia de infrarrojo de la composición de revestimiento es obviamente menor que la de 1,0  $\mu\text{m}$  a 1,3  $\mu\text{m}$ . Una disminución de reflectancia de infrarrojo similar se observa aparentemente cuando el tamaño medio de partícula es menor de 0,38  $\mu\text{m}$ .

40 Las partículas huecas poliméricas apropiadas pueden incluir, por ejemplo, polímeros escogidos de polímeros de una sola etapa, tales como (co)polímero de acrilato de t-butilo reticulado (t-BA), (co)polímero de (met)acrilato de 2-etilhexilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de sec-butilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de etilo reticulado, (co)polímero de acrilato de metilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de hexilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de isobutilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de bencilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de isopropilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de decilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de dodecilo reticulado, (co)polímero de (met)acrilato de n-butilo reticulado, (met)acrilatos de alquilo de C21 a C30 reticulados, copolímero de propionato de vinilo reticulado, polímero de uretano, polímero de melanina, copolímero de (met)acrilato con grupos funcionales silicona, un copolímero de cualquiera de los polímeros reticulados con un monómero acrílico, teniendo el copolímero una Tg de  $-10^{\circ}\text{C}$  a  $75^{\circ}\text{C}$ , un copolímero de cualquiera de los polímeros reticulados con un monómero vinílico teniendo el copolímero una Tg de  $-10^{\circ}\text{C}$  a  $75^{\circ}\text{C}$ ; polímeros multietapa tales como polímero multietapa acrílico, polímero multietapa vinílico, copolímero de caucho sintético multietapa, copolímero de uretano multietapa, copolímero de injerto dispersable en agua, sus mezclas y combinaciones, tal como poli(acrilato de uretano). Preferentemente, las partículas huecas poliméricas contienen, como unidad (co)polimerizada, por lo menos 50% en peso de monómero estirénico, alternativamente por lo menos 70% en peso de monómero estirénico, y alternativamente por lo menos 85% en peso de monómero estirénico. Preferentemente, las partículas huecas poliméricas comprenden (co)polímeros reticulados de una sola etapa que son el producto de polimerización de más de 50% en peso de monómeros que daría una película de homopolímero que tiene una Tg de  $-10^{\circ}\text{C}$  a  $75^{\circ}\text{C}$ . Más preferentemente, las partículas huecas poliméricas comprenden polímeros multietapa.

60 En una realización preferente de la invención, las partículas huecas poliméricas comprenden (co)polímeros multietapa con, por ejemplo, una estructura núcleo-envoltura o en capas, tal como una estructura multilóbulo. Las partículas más opacas multietapa comprenden una fase de núcleo polimérico y una o más fases de envoltura polimérica, o, preferentemente comprenden una composición de índice de refracción graduado (grin) formada como se muestra en la publicación de patente de EE.UU. no. 20070218291 de Chiou et al. El núcleo se puede preparar de una variedad de monómeros de vinilo, y puede ser un polímero vítreo o de caucho. El núcleo se puede preparar por

5 polimerización o copolimerización de tales monómeros como diolefinas, por ejemplo, butadieno o isopreno; monómeros vinil aromáticos, por ejemplo, estireno o cloroestireno; ésteres vinílicos, por ejemplo, acetato de vinilo o benzoato de vinilo; acrilonitrilo; metacrilonitrilo; ésteres de (met)acrilato, por ejemplo, metacrilato de metilo, metacrilato de butilo, metacrilato de fenilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo, y acrilato de bencilo; cloruro de vinilo; y otros monómeros polimerizables por iniciación con radicales libres.

10 Las partículas huecas poliméricas tendrán un tamaño medio de partícula en volumen de 0,38 a 1,6  $\mu\text{m}$ , y preferentemente contienen por lo menos 50% de restos estirénicos. Cuando se tiene que preparar y usar un (co)polímero estirénico hueco que tiene un diámetro medio de menos de 0,3  $\mu\text{m}$ , la contribución a la reflectancia mejorada, ocultamiento y opacidad en la región de longitud de onda visible se reduce visiblemente. Alternativamente, los copolímeros estirénicos huecos que tienen un tamaño medio de partícula mayor de 1,6  $\mu\text{m}$  tienen envolturas exteriores delgadas que son propensas al colapso. Por lo tanto, se excluyen de la presente invención si el tamaño medio de partícula del (co)polímero estirénico hueco es menor de 0,38  $\mu\text{m}$  o mayor de 1,6  $\mu\text{m}$ . En otras palabras, cuando la composición de revestimiento de la presente invención contiene (co)polímero estirénico hueco como mero componente funcional que pertenece a la categoría de partícula hueca polimérica, el tamaño medio de partícula estará dentro del intervalo de 0,38  $\mu\text{m}$  a 1,6  $\mu\text{m}$ , que da las propiedades completas y equilibradas de reflectancia solar especialmente en la región de infrarrojo cercano, durabilidad de reflectancia/DPUR y rendimiento de tracción.

20 La composición de revestimiento de la presente invención comprende, en porcentaje en peso basado en el peso seco total de la composición, de 0,1% a 70%, preferentemente de 5% a 25%, incluso más preferentemente de 5% a 20%, de partículas de pigmento. Las partículas de pigmento tendrán un índice de refracción medio de 1,43 a 2,81, preferentemente de 1,64 a 2,81, más preferentemente de 1,75 a 2,81 que son conocidos como opacificantes. El tamaño medio de partícula en peso de las partículas de pigmento puede variar de 50 a 2.000 nm, preferentemente de 50 a 1.000 nm, más preferentemente de 100 a 1.000 nm, ajustable basado en la aplicación. Por ejemplo, en una realización de revestimiento de tejados, el grosor medio de las partículas de pigmento que rodean o cubren las partículas huecas poliméricas está en el intervalo de 0,1-10  $\mu\text{m}$ . Por lo tanto, el tamaño medio de partícula de la partícula de pigmento puede no ser mayor de 1.000 nm, apropiado en el intervalo de 50 a 300 nm, especialmente de 50 a 100 nm. Es conocido el efecto del tamaño de partícula del pigmento sobre la dispersión de luz y UV. Por ejemplo, indica que los pigmentos de dióxido de titanio comerciales se fabrican con un tamaño medio de partícula de alrededor de 200 nm. Aunque el valor óptimo para dispersar radiación visible con una intensidad máxima de 500 nm. Por lo tanto, se requieren mayores tamaños de partícula para dispersar las longitudes de onda más grandes de radiación solar/infrarroja, por ejemplo, partículas de 1  $\mu\text{m}$  de dióxido de titanio dispersarían efectivamente radiación de infrarrojo cercano a 2,3  $\mu\text{m}$ . El tamaño de partícula del pigmento de la presente invención se puede deducir basado en tales principios físicos.

35 Los materiales de pigmento apropiados de la presente invención incluyen dióxido de titanio, óxido de cinc, sulfuro de cinc, caolín, óxido de aluminio y sus mezclas. El pigmento preferido es dióxido de titanio que tiene un máximo índice de refracción de 2,8 entre los pigmentos en la técnica, que incluye productos comerciales tales como, por ejemplo, TRONOX™ CR 828 (tamaño de partícula de 190 nm) producido por Tronox Company, TI-PURE™ R-706 (tamaño de partícula de 360 nm) y TI-PURE™ R-902+ (tamaño de partícula de 420 nm) disponibles de DuPont Company, R-820 (tamaño de partícula de 260 nm), R-830 (tamaño de partícula de 250 nm) de ISK Company, y Tioxide™ TR88 (tamaño de partícula de 260 nm), Tioxide™ TR92 (tamaño de partícula de 240 nm) de Huntsman Company.

La composición de revestimiento puede comprender opcionalmente partículas de extendedor tales como, por ejemplo, carbonato de calcio, arcilla, sulfato de calcio, aluminosilicatos, silicatos, zeolitas, y tierra de diatomeas. El contenido del extendedor puede ser hasta del 50% en peso, preferentemente hasta 40% en peso, más preferentemente hasta 35% en peso, basado en el peso seco total de la composición de revestimiento.

45 La composición de revestimiento de la presente invención comprende, en porcentaje en peso basado en el peso seco total de la composición, de 20% a 80%, preferentemente de 25% a 75%, más preferentemente de 20% a 70%, por lo menos de un aglomerante. El aglomerante polimérico puede comprender (co)polímeros de emulsión acuosa o de emulsiones acuosas, es decir, de aceite en agua, de (co)polímeros preformados escogidos de acrílicos, vinilos, tales como acetato de vinilo o acetato de vinilo-etileno, poliuretanos, poliestirenos, epóxidos, poliolefinas, poliésteres, poliamidas, siloxanos, cauchos naturales, polímeros de caucho sintético, tales como copolímeros de bloques de estireno-butadieno (SBR), y sus mezclas y combinaciones. Preferentemente, el (co)polímero aglomerante es acrílico.

55 El aglomerante polimérico tiene una Tg medida de -60°C a 0°C. El uso de aglomerantes poliméricos con baja Tg, es decir, de -60°C a 0°C, o de -60°C a -20°C o de -60°C a -40°C mejora la reflectancia solar (en la región de longitud de onda de radiación de 300-2.500 nm) de la composición de revestimiento que comprende las partículas huecas poliméricas. En tal realización, cuando una composición de revestimiento tal como, por ejemplo, un revestimiento elastómero, contiene el aglomerante polimérico que tiene una Tg menor de -20°C, no solo la reflectancia solar se puede mejorar obviamente incorporando dichas partículas huecas poliméricas, sino también la DPUR y la durabilidad de largo plazo (es decir, la capacidad de retener un alto nivel de reflectancia solar con el tiempo) se puede mejorar enormemente.

60

El aglomerante polimérico de la presente invención puede comprender uno o más copolímeros de emulsión acuosa.

Las técnicas de polimerización usadas para preparar los (co)polímeros de la presente invención son conocidas en la técnica, por ejemplo, la polimerización de emulsión acuosa, como se describe en el documento US 20030236374.

5 Los (co)polímeros de emulsión acuosa se pueden preparar por un procedimiento de polimerización de emulsión multietapa, en el que por lo menos dos etapas que difieren en composición se polimerizan de modo secuencial. Tal procedimiento puede dar como resultado la formación de por lo menos dos composiciones poliméricas mutuamente incompatibles, dando como resultado por ello la formación de por lo menos dos fases dentro de las partículas del polímero. Tales partículas están compuestas de dos o más fases de varias geometrías o morfologías tales como, por ejemplo, partículas de núcleo/envoltura o núcleo/vaina, partículas de núcleo/envoltura con fases de envoltura que encapsulan incompletamente el núcleo, partículas núcleo/envoltura con una multiplicidad de núcleos, y partículas de red interpenetrada. En todos estos casos la mayoría de la superficie específica de la partícula estará ocupada por lo menos por una fase exterior y el interior de la partícula estará ocupado por lo menos por una fase interior. Cada etapa del (co)polímero de emulsión multietapa puede contener los mismos monómeros, tensioactivos, agentes de transferencia de cadena, etc., como se describe aquí anteriormente para el polímero de emulsión. El núcleo de la partícula de (co)polímero puede ser hueco (es decir, hueco de aire). Las técnicas de polimerización usadas para preparar tales polímeros de emulsión multietapa son bien conocidas en la técnica tales como, por ejemplo, las patentes de EE.UU. No. 4.325.856; 4.654.397; y 4.814.373.

20 La composición de revestimiento puede contener adyuvantes de revestimiento convencionales tales como, por ejemplo, adhesivos, emulsionantes, agentes de coalescencia tales como, por ejemplo, TEXANOL™ (Eastman Chemical Co.), codisolventes tales como, por ejemplo, glicoles y éteres de glicol, tampones, neutralizantes, espesantes o modificadores de reología, humectantes, agentes de humedecimiento, biocidas, plastificantes, agentes antiespuma, colorantes, ceras, anticongelante, antioxidantes.

25 Se contempla que la composición de revestimiento incluye revestimientos arquitectónicos, composiciones de pintura o revestimientos industriales que se pueden describir en la técnica como revestimientos de bajo brillo o planos, imprimaciones, revestimientos texturados y similares.

30 La composición de revestimiento se prepara por técnicas que son bien conocidas en la técnica de revestimientos. Primero, opcionalmente, por lo menos un pigmento se dispersa bien en un medio acuoso con alta cizalladura tal como la proporcionada por un mezclador Cowles o, alternativamente, se puede usar por lo menos un pigmento predispersado. A continuación se añade el aglomerante polimérico con agitación de baja cizalladura junto con otros adyuvantes de revestimiento, según se desee. Alternativamente, el aglomerante polimérico se puede incluir en la etapa de dispersión de pigmento opcional.

35 El contenido de sólidos de la composición de revestimiento puede ser de alrededor de 10% a alrededor de 70% en volumen. La viscosidad de la composición de revestimiento puede ser de 0,05 a 40 Pa.s (de 50 cps a 40.000 cps), tal como se mide usando un viscosímetro Brookfield; las viscosidades apropiadas para diferentes métodos de aplicación varían considerablemente.

40 La composición de revestimiento se puede aplicar por métodos de aplicación convencionales tales como, por ejemplo, con brocha, aplicación con rodillo y métodos de pulverización tales como, por ejemplo, pulverización atomizada con aire, pulverización asistida por aire, pulverización sin aire, pulverización de baja presión y alto volumen, y pulverización sin aire asistida por aire. En medios de aplicación en fábrica la composición de revestimiento se puede aplicar por cualquier método apropiado, que incluye revestidor de rodillo, revestidor de cortina y similares.

45 La presente invención proporciona también un material revestido que comprende por lo menos una película de revestimiento derivada de la composición de revestimiento. La composición de revestimiento se puede aplicar a un material como substrato tal como, por ejemplo, plástico, madera, metal, telas, papel, superficies imprimadas, espuma de PU pulverizada, superficies previamente pintadas, asfalto, caucho, poliolefina termoplástica (TPO) y substratos cementosos en arquitectura u otras industrias que incluyen automoción, trenes, aviones, naves espaciales, barcos, depósitos de combustible, conducciones. En aplicaciones arquitectónicas, la composición de revestimiento es apropiada para el revestimiento de una superficie exterior que incluye tejado, pared y acristalamientos. La composición de revestimiento revestida sobre el substrato se seca típicamente, o se deja secar, a una temperatura de 1°C a 95°C.

55 La película de revestimiento derivada de la composición de revestimiento puede contener una gran cantidad de huecos que se generan debido a la discontinua y desconexión de la fase sólida dentro de la película y fuera de las partículas huecas poliméricas. Sin embargo, tales huecos pueden también contribuir a la reflectancia de infrarrojo y propiedades de aislamiento a pesar de su mecanismo de generación y los parámetros mecánicos podrían ser diferentes de los de los huecos dentro de las partículas huecas poliméricas.

Un sistema de revestimiento multicapa reflectante de infrarrojo derivado de la composición de revestimiento se proporciona también por la presente invención. La composición de revestimiento se aplica en forma de una capa de revestimiento superior que cubre una superficie pre-revestida, en forma de una capa de revestimiento base cubierta

por otro revestimiento superior transparente o pigmentado, o en forma tanto de revestimiento de base como de revestimiento superior de un sistema de revestimiento multicapa.

5 En su conjunto, la presente invención proporciona una composición de revestimiento reflectante de infrarrojo rentable que puede resolver el problema de un compromiso entre reflectancia solar, DPUR, y rendimiento de tracción. Una mejora significativa de la reflectancia solar se demuestra en la composición de revestimiento no solo en la región de radiación solar total sino también en la reflectancia de NIR, comparado con los sistemas de revestimiento convencional sin las partículas huecas poliméricas o con microesferas huecas de vidrio. La composición de revestimiento también consigue mayores niveles de DPUR que los sistemas de revestimiento convencional midiendo el porcentaje de pérdidas en reflectancia solar en la región solar total y en NIR después de un ensayo de DPUR, especialmente en formulaciones de aglomerante de baja Tg (por ejemplo, alrededor de -40°C). También es inesperado que dichas partículas huecas poliméricas mejoran tremendamente la resistencia de tracción de los sistemas de revestimiento convencionales sin sacrificar su rendimiento de elongación.

15 En la presente memoria descriptiva, las características técnicas en cada solución técnica preferida y solución técnica más preferida se pueden combinar entre sí para formar nuevas soluciones técnicas a menos que se indique lo contrario. Para brevedad, el solicitante omite las descripciones de estas combinaciones. Sin embargo, se debe considerar que todas las soluciones técnicas obtenidas combinando estas características técnicas se describen literalmente en la presente memoria descriptiva de una manera explícita.

## Ejemplos

### I. Materias primas

20 Tabla 1. Materias primas

Material	Función	Naturaleza química	Proveedor
Tronox CR 828	Pigmento	Dióxido de titanio (tamaño de partícula de 190 nm)	Tronox Inc.
Ti-Pure™ R-706	Pigmento	Dióxido de titanio (tamaño de partícula de 360 nm)	DuPont
Ti-Pure® R-902+	Pigmento	Dióxido de titanio (tamaño de partícula de 420 nm)	DuPont
ROPAQUE™ Ultra E	Carga funcional	Microesfera hueca poliestirénica (>85% estireno), tamaño de partícula 340-550 nm, el 90% de las partículas están dentro de $\pm 10\%$ del tamaño medio de partícula en volumen (380 nm)	Dow Chemical
ROPAQUE™ HP-1055	Carga funcional	Microesfera hueca poliestirénica (>85% estireno), tamaño de partícula 900-1.200 nm, el 90% de las partículas están dentro de $\pm 10\%$ del tamaño medio de partícula en volumen (1.000 nm)	Dow Chemical
ROPAQUE™ AF-1353	Carga funcional	Microesfera hueca poliestirénica (>85% estireno), tamaño de partícula 1.100-1.400 nm, el 90% de las partículas están dentro de $\pm 10\%$ del tamaño medio de partícula en volumen (1.300 nm)	Dow Chemical
ROPAQUE™ HP-1670 o EXP-4454	Carga funcional	Microesfera hueca poliestirénica (>70% estireno), tamaño de partícula 1.500-1.700 nm, el 90% de las partículas están dentro de $\pm 10\%$ del tamaño medio de partícula en volumen (1.600 nm)	Dow Chemical
VS5500	Carga funcional	Burbujas de vidrio (tamaño de partícula de 40-50 $\mu\text{m}$ , $0,127 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ de conductividad térmica)	3M Company
Emulsión A	Aglomerante	Acrilato/polímero de acrilato (85 BA/12,35 MMA/1,65 MMA/1 Monómero* de adhesión) disperso en agua, 55% de sólidos, 0,3-0,4 $\mu\text{m}$ de tamaño de partícula, y -40°C para Tg	Dow Chemical
Emulsión B	Aglomerante	Acrilato/polímero de acrilato (90,6 BA/7AN/1,4 AA/1 monómero* de adhesión) disperso en agua, 55% de sólidos, 0,3-0,4 $\mu\text{m}$ de tamaño de partícula, y -40°C para Tg	Dow Chemical

Material	Función	Naturaleza química	Proveedor
Emulsión C	Aglomerante	Acrilato/polímero de acrilato (45,6 BA/52,4 MMA/1 MMA,4 AA/1 monómero* de adhesión) disperso en agua, 50% de sólidos, 0,16 µm de tamaño de partícula, 16°C para MFFT, y 24°C para Tg	Dow Chemical
Dispex A-40	Dispersante	Dispersante acrílico de fracción estrecha para pigmentos inorgánicos.	BASF
Triton CF-10	Agente humectante	Tensioactivo no iónico	Dow Chemical
Bevaloid 681F	Desespumante	Desespumante basado en aceite mineral, no silicona	Rhodia
Arysol RM-2020NPR	Espesante	Modificador reológico no iónico hidrófobamente modificado libre de disolvente	Dow Chemical
Acrysol TT-615/H <sub>2</sub> O (1:5)	Espesante	Espesante aniónico hidrófobamente modificado (contenido de sólidos: 30%)	Dow Chemical
Texanol (10% de sólidos de polímero)	Auxiliar formador de película	Alcohol de éster (monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol)	Eastman

\* El monómero de adhesión usado aquí es metacrilato de ureidoetilo.

## II. Procedimientos de ensayo

5 Ensayo de reflectancia solar: ASTM E903-96 Standard Test Method for Solar Absorptance, Reflectance, and Transmittance of Materials Using Integrating Spheres (1996, suspendido en 2005). Alternativamente, el método de ensayo ASTM C-1549 Determination of Solar Reflectance Near Ambient Temperature Using a Portable Solar Reflectometer (2009).

Ensayo DPUR estándar: el procedimiento estándar para el ensayo se basa en el China National Standard GB Method GB/T 9780 (Agosto de 2005) según las siguientes etapas:

- 10 1) medir tres puntos de reflectancia y la media. Registrar la reflectancia inicial (R). La reflectancia después del ensayo DPUR se mide respectivamente por medio de 1) reflectómetro (400-700 nm) según el método GB/T 9780; y 2) espectrómetro UV-VIS-NIR con una esfera de integración (300-2.500 nm) según un método desarrollado;
- 2) usar una mezcla 50/50 de ceniza de carbón y agua aplicar 0,7 g de material uniformemente sobre el panel;
- 3) dejar secar el panel durante 2 horas a 25°C (77°F)/55% de h.r.;
- 15 4) colocar el panel sobre el aparato de lavado. Usando una presión de agua de 34,4 kPa (5 psi), aplicar el agua sobre el panel durante 1 minuto;
- 5) dejar secar el panel durante 24 horas a 25°C(77°F)/55% de h.r. Esto completa un ciclo;
- 6) efectuar un total de 5 ciclos;
- 7) medir la reflectancia (final) de nuevo en tres lugares del panel.

Registrar la reflectancia final (R'); y

20 8) calcular el porcentaje de pérdida de reflectancia usando la siguiente ecuación:

$$\text{Pérdida de reflectancia (\%)}^* = (1-R/R') \times 100 \%$$

25 \*En el ensayo DPUR, la reflectancia en la región visible se midió por medio de un reflectómetro (400-700 nm) según el método GB/T 9780. Para evaluar la DPUR en otras regiones solares, se usó un espectrofotómetro de UV-VIS-NIR con una esfera de integración (300-2.500 nm) con un método desarrollado para ensayar la pérdida de reflectancia en la región solar total, región UV y región NIR.

Ensayo de rendimiento de tracción: Método de ensayo ASTM D 2370 para propiedades de tracción de revestimientos orgánicos (diciembre de 1998).

Ensayo de temperatura de la superficie y aislamiento térmico: el procedimiento estándar para ensayar el aislamiento



térmico se basa en el China National Standard “Architectural reflective thermal insulation coatings” (JG/T 235-2008). El incremento de temperatura en el punto central de una caja XPS se registra para el panel que es un lado de la caja cerca de la lámpara térmica, con y sin revestimiento respectivamente. El efecto de aislamiento térmico se calcula por:

5  $\Delta T_{\text{sin revestimiento}} - \Delta T_{\text{con revestimiento}}$

Los inventores desarrollaron adicionalmente un método para medir la temperatura superficial basado en el anterior China National Standard JG/T 235-2008. La única modificación es que, durante la radiación de la lámpara térmica, se fija un sensor de temperatura sobre la superficie del panel que es un lado de la caja cerca de la lámpara térmica para registrar la temperatura de la superficie con o sin revestimiento.

10 **III. Ejemplos**

Ejemplo 1-16

15 Formulación de los ejemplos: Se fabricó la pintura “base de mezcla” a partir de los ingredientes dados en la Tabla 2 usando un dispersor de alta velocidad que funciona a alrededor de 400 rpm durante 30 min. Después de enfriar la mezcla de alta velocidad, la “base de mezcla” se almacenó herméticamente. Las pinturas se prepararon a continuación a partir de la “base de mezcla” añadiendo los ingredientes en “dilución” de la Tabla 2. La mezcla de los ingredientes se consiguió usando paletas de mezcla a baja velocidad. Después de la fabricación, todas las pinturas se almacenaron a temperatura ambiente.

Tabla 2. Formulación de la composición de revestimiento

Formulación			% en peso
Base de mezcla	Disolvente	Agua	6,6
	Dispersante del pigmento	Dispex A-40	0,3
	Tensioactivo	Triton CF-10	0,2
	Desespumante	Bevaloid 681F	0,2
	Espesante	Arysol RM-2020NPR	2,2
	Ajuste de pH	Hidróxido de amonio (25%)	0,23
	Pigmento	Dióxido de titanio	7,5
Agitar 0,5 h			
Dilución	Carga	ROPAQUE™ Ultra E, HP-1055, AF-1353 o EXP-4454	7,5
	Desespumante	Bevaloid 681F	0,2
	Espesante	Acrysol TT-615/H <sub>2</sub> O (1:5)	3,3
	Ajuste de pH	Amoniaco (25%)	0,48
	Auxiliar de formación de película	Texanol (10% de sólidos de polímero)	1,84
	Anticongelante	Propilenglicol	1
	Dispersión de polímero (aglomerante)	Emulsión A, B o C;	40
	Disolvente	Agua	8,255
Total (% en peso)			100

20 Para la formulación en la Tabla 2, los detalles de los componentes clave – aglomerante, carga (ROPAQUE™), y pigmento (TiO<sub>2</sub>) para cada muestra se listaron respectivamente en la Tabla 3. Otros componentes tales como los aditivos son los mismos que en la tabla 2.

## ES 2 545 402 T3

Tabla 3. Componentes clave para los Ejemplos 6-8, 11-13 y Ejemplos Comparativos 1-5, 9-10 , 14 y 15.

Exp. No	Aglomerante (% en peso)			Pigmento y carga			
	Emulsión C	Emulsión A	Emulsión B	TiO <sub>2</sub> (% en peso)	Microesferas*	Cantidad de microesferas (% en peso)	PVC (%)
	Tg=24°C	Tg=40°C					
1	40	0	0	7,5	Ultra E	1,5	43
2	40	0	0	7,5	HP-1055	7,5	47
3	40	0	0	7,5	AF-1355	7,5	50
4	40	0	0	15	0	0	16
5	40	0	0	7,5	VS5500	7,5	53
6	0	40	0	7,5	Ultra E	7,5	40
7	0	40	0	7,5	HP-1055	7,5	44
8	0	40	0	7,5	AF-1353	7,5	46
9	0	40	0	15	0	0	15
10	0	40	0	7,5	VS5500	7,5	51
11	0	0	40	7,5	Ultra E	7,5	40
12	0	0	40	7,5	HP-1055	7,5	44
13	0	0	40	7,5	AF-1353	7,5	46
14	0	0	40	15	0	0	15
15	0	0	40	7,5	VS5500	7,5	51
16	0	40	0	7,5	EXP-4454	7,5	48

\*Ultra E, HP-1055, AF-1353 y EXP-4454 son partículas huecas poliméricas de la serie ROPAQUE™ disponibles de Dow Chemical Company; y VS5500 son microesferas de vidrio disponibles de 3M Company

### 5 IV. Resultados del ensayo

#### 1. Reflectancia solar

Tabla 4. Reflectancia solar para Ejemplos y Ejemplos Comparativos

Exp. No.	% de reflectancia solar			
	Solar total	UV	Visible	Infrarrojo cercano
1	77,14	15,94	96,37	77,33
2	78,57	12,99	93,45	79,74
3	77,08	12,26	92,18	78,16
4	73,56	11,02	96,22	73,25
5	75,21	9,424	88,44	76,66
6	76,6	16,52	96,06	76,69
7	79,53	12,93	92,84	81,01
8	77,28	12,28	91,91	78,45

Exp. No.	% de reflectancia solar			
	Solar total	UV	Visible	Infrarrojo cercano
9	76,29	8,954	94,02	77,07
10	72,95	9,442	86,29	74,25
11	75,79	16,32	95,73	75,77
12	80,12	12,88	93,19	81,68
13	77,53	12,23	91,82	78,78
14	75,48	8,631	92,90	76,29
15	73,00	9,285	86,11	74,35
16	67,55	11,49	88,53	67,16

Los resultados en la Tabla 4 mostraron que los ejemplos que usan partículas huecas poliméricas tenían más alta reflectancia solar que los Ejemplos Comparativos 5, 10 y 15 que usan microesferas huecas de vidrio.

5 Para los ejemplos que usan la emulsión C de aglomerante de alta Tg (24°C) en la Tabla 4, los Ejemplos 1-3 mostraron mayor reflectancia solar total (77,1%-78,6%) que el Ejemplo Comparativo 4 (73,6%). Indicaba que la reflectancia solar total se incrementó significativamente introduciendo partículas huecas poliméricas tales como, ROPAQUE™ Ultra E en el Ejemplo 1, ROPAQUE™ HP-1055 en el Ejemplo 2, y ROPAQUE™ AF-1353 en el Ejemplo 3.

10 Además, todos los Ejemplos 1-3 proporcionaron mayor reflectancia solar total que el Ejemplo Comparativo 5 con microesferas huecas de vidrio. Reveló que las partículas huecas poliméricas tenían un efecto más significativo en la reflectancia solar que el sistema de microesferas huecas de vidrio.

Se obtuvieron resultados similares en los otros dos sistemas de aglomerante que contienen Emulsión A y Emulsión B de aglomerantes de baja Tg.

15 Con respecto al efecto de los diferentes tamaños medios de partícula de las partículas huecas poliméricas en el rendimiento de reflectancia solar, las partículas que tienen un tamaño de 1,0 µm contribuyeron a la mayor reflectancia solar, especialmente en la región de infrarrojo cercano que las partículas de 0,38 µm, 1,3 µm y 1,6 µm. ROPAQUE™ Ultra E con el tamaño medio de partícula de 0,38 µm (Ejemplos 1, 6 y 11) contribuyó principalmente al incremento de reflectancia en la región de longitud de onda visible (400-700 nm); ROPAQUE™ HP-1055 con un tamaño medio de partícula de 1,0 µm (Ejemplos 2, 7 y 12); ROPAQUE™ AF-1353 con un tamaño medio de partícula de 1,3 µm (Ejemplo 3, 8 y 13) contribuyeron principalmente al incremento de reflectancia en la región de radiación de infrarrojo cercano (700-2.500 nm); y ROPAQUE™ EXP-4454 (HP-1670) con el tamaño medio de partícula de 1,6 µm (Ejemplo 16) tiene la menor reflectancia en la región visible (400-700 nm) y de infrarrojo cercano (700-2.500). ROPAQUE™ HP-1055 con el tamaño medio de partícula de 1,0 µm (Ejemplo 2, 7 y 12) proporcionó la más alta reflectancia solar total así como reflectancia de infrarrojo cercano que las otras tres partículas ROPAQUE™ Ultra E, ROPAQUE™ AF-1353, ROPAQUE™ EXP-4454 (HP-1670).

20 La mejora de reflectancia solar proporcionada por las partículas huecas poliméricas se observó más singularmente en las composiciones de revestimiento que contienen aglomerantes poliméricos de baja Tg (por ejemplo, -40°C), como se muestra en el Ejemplo 6-8, y 11-13 (comparado con el Ejemplo 1-3 que contiene aglomerante de alta Tg) en la Tabla 4. Por ejemplo, para los mismos revestimientos basados en ROPAQUE™ HP-1055, mostró una propiedad de más alta reflectancia en los sistemas de resina de Emulsión A y B (81,0%-81,7% para los Ejemplos 7 y 12) que en el sistema de resina de emulsión C (79,7% para el Ejemplo 2). Indicaba que las resinas con menor Tg tales como la emulsión A y la emulsión B (Tg=-40°C) tiene interacción más fuerte con partículas huecas poliméricas tales como ROPAQUE™ HP-1055 que la emulsión C de resina de Tg=24°C, que conduce a la mejora de la propiedad de reflectancia solar. Por otra parte, los ejemplos comparativos con la misma microesfera hueca inorgánica (por ejemplo, Ejemplos 4, 9 y 14) no mostró un fenómeno similar. En su lugar, la reflectancia incluso disminuyó de 76,7% a 74,3%, con disminución de la Tg de la resina de 24°C a -40°C en los revestimientos basados en microesferas huecas inorgánicas. Sugería que las resinas con baja Tg (por ejemplo, -40°C) mejoraban la reflectancia solar de un revestimiento formulado con partículas huecas poliméricas por fuerte interacción con partículas huecas poliméricas tales como ROPAQUE™ HP-1055.

40 Ejemplo 17-19

Además, la presente invención se ensayó para comparar la propiedad de reflectancia de una microesfera hueca orgánica y sistema de revestimiento de TiO<sub>2</sub> con la microesfera hueca orgánica solo o sistema de revestimiento de TiO<sub>2</sub> solo. En cada sistema de revestimiento, la carga inorgánica total se mantuvo igual (15% en peso).

5 Los ejemplos con igual carga inorgánica total se listaron en la Tabla 5. La correspondiente reflectancia solar se listó en la Tabla 6.

Tabla 5. Componentes inorgánicos para ejemplos con igual carga inorgánica total

(% en peso) de composiciones de revestimiento basadas en resina de emulsión A

Ejemplo No.	TiO <sub>2</sub>	Ultra E	HP-1055	AF-1353
Ejemplo 6	7,5	7,5	0	0
Ejemplo Comparativo 17*	0	15	0	0
Ejemplo 7	7,5	0	7,5	0
Ejemplo Comparativo 18*	0	0	15	0
Ejemplo 8	7,5	0	0	7,5
Ejemplo Comparativo 19*	0	0	0	15
Ejemplo Comparativo 9	15	0	0	0

\* Para los Ejemplos Comparativos 17-19, los otros ingredientes (tales como la emulsión A y aditivos) eran los mismos que los del Ejemplo 6-8 (a los que nos referimos en la Tabla 2)

10 Tabla 6. Reflectancia solar de los ejemplos en la Tabla 5

Ejemplo No.	% de reflectancia solar			
	Solar total	UV	Visible	Infrarrojo cercano
Ejemplo 6	76,60	16,52	96,06	76,69
Ejemplo Comparativo 17	62,58	90,92	93,40	55,87
Ejemplo 7	79,53	12,93	92,84	81,01
Ejemplo Comparativo 18	71,85	71,56	78,01	70,84
Ejemplo 8	77,28	12,28	91,91	78,45
Ejemplo Comparativo 19	69,21	71,82	74,07	68,26
Ejemplo Comparativo 9	76,29	8,954	94,02	77,07

15 Los resultados en la Tabla 6 mostraron que los Ejemplos 6-8 (partículas huecas poliméricas + TiO<sub>2</sub>) consiguieron mayor reflectancia solar que los correspondientes Ejemplos Comparativos 17-19 (que solo contienen partículas huecas poliméricas) y el Ejemplo Comparativo 9 (que solo contiene TiO<sub>2</sub>). Indicaba que la combinación de las partículas huecas poliméricas y TiO<sub>2</sub> funcionó mejor para la reflectancia solar especialmente en la región de infrarrojo, comparado con meramente solo TiO<sub>2</sub> o meramente partículas huecas poliméricas solas con la misma cantidad total.

Ejemplo 20-34

20 La presente invención también diseñó revestimientos multicapa, Ejemplo 20-34, para investigar el efecto del modo combinación/montaje (diferente material con diferentes índices de refracción) sobre la propiedad de reflectancia. Los resultados experimentales se mostraron en la Tabla 7. En cada una de las tablas (a)-(c), indicaba que los Ejemplos 6-8 (microesfera hueca orgánica en combinación con TiO<sub>2</sub> en el revestimiento tanto de base como superior) proporcionó la mayor reflectancia solar especialmente para la reflectancia de infrarrojo cercano que sus correspondientes revestimientos multicapa (solo microesfera hueca orgánica en el revestimiento superior y solo TiO<sub>2</sub> en las capas de revestimiento de base o en orden inverso). Confirmó que la combinación de TiO<sub>2</sub> y microesferas huecas orgánicas consiguió una superior propiedad de reflectancia.

Tabla 7. Reflectancia solar de revestimientos\* multicapa (basados en resina de emulsión A)

(a) Ultra E (0,38 µm) en forma de partículas huecas poliméricas	Revestimientos multicapa		% de reflectancia solar			
	Capa superior: Ejemplo	Capa base: Ejemplo	Solar total	UV	Visible	Infrarrojo cercano
Ejemplo Comparativo 20	17	9	70,19	84,97	93,99	65,40
Ejemplo Comparativo 21	9	17	69,52	8,819	91,47	69,23
Ejemplo 22	6	6	76,60	16,52	96,06	76,69
Ejemplo Comparativo 23	17	17	62,58	90,92	93,40	55,87
Ejemplo Comparativo 24	9	9	76,29	8,954	94,02	77,07

(b) HP-1055 (1,0 µm) en forma de partículas huecas poliméricas	Revestimientos multicapa		% de reflectancia solar			
	Capa superior: Ejemplo	Capa base: Ejemplo	Solar total	UV	Visible	Infrarrojo cercano
Ejemplo Comparativo 25	18	9	74,46	61,35	88,87	72,19
Ejemplo Comparativo 26	9	18	71,36	8,735	87,64	72,12
Ejemplo 27	7	7	79,53	12,93	92,84	81,01
Ejemplo Comparativo 28	18	18	71,85	71,56	78,01	70,84
Ejemplo Comparativo 29	9	9	76,29	8,954	94,02	77,07

(c) AF-1353 (1,3 µm) en forma de partículas huecas poliméricas	Revestimientos multicapa		% de reflectancia solar			
	Capa superior: Ejemplo	Capa base: Ejemplo	Solar total	UV	Visible	Infrarrojo cercano
Ejemplo Comparativo 30	19	9	73,97	58,72	89,09	72,30
Ejemplo Comparativo 31	9	19	71,03	8,962	87,49	71,73
Ejemplo 32	8	8	77,28	12,28	91,91	78,45
Ejemplo Comparativo 33	19	19	69,21	71,82	74,07	68,26
Ejemplo Comparativo 34	8	9	76,29	8,954	94,02	77,07

5 \*El grosor de cada capa de revestimiento (superior o base) era de 120 µm (revestimiento húmedo)

2. Temperatura de la superficie y propiedad de aislamiento térmico

Para determinar mejor el beneficio práctico del revestimiento reflector de infrarrojo, se midieron respectivamente la temperatura de la superficie y la diferencia de temperatura del aislamiento térmico. Los resultados detallados se mostraron en las Tablas 8 y 9.

Tabla 8. Aislamiento térmico para los Ejemplos 6-8 y Ejemplo Comparativo 9

Ejemplo No.	TiO <sub>2</sub> % en peso	Ultra E (0,38 μm) % en peso	HP-1055 (1,0 μm) % en peso	AF-1353 (1,3 μm) % en peso	Cambio de la temperatura de aislamiento* $\Delta T = T_e - T_0$	Diferencia de temperatura de aislamiento térmico** $\Delta T_{\text{sin revestimiento}} - \Delta T_{\text{con revestimiento}}$
Ejemplo 6	7,5	7,5	0	0	14,9	15,2
Ejemplo 7	7,5	0	7,5	0	14,3	15,8
Ejemplo 8	7,5	0	0	7,5	15,2	14,9
Ejemplo Comparativo 9	15	0	0	0	15,4	14,7
Panel en blanco	Panel sin revestimiento				30,1	-

5 \*T<sub>0</sub> es la temperatura inicial dentro de la caja antes de la radiación de la lámpara térmica; T<sub>e</sub> es la temperatura dentro de la caja después de la radiación de la lámpara térmica (durante más de 2 horas). ΔT es el cambio de temperatura de T<sub>e</sub> a T<sub>0</sub>.

\*\*La diferencia de temperatura de aislamiento térmico es para comparar ΔT<sub>sin revestimiento</sub> (cambio de temperatura para el panel sin revestimiento) con ΔT<sub>con revestimiento</sub> (cambio de temperatura para el panel con ejemplos de revestimiento).

Tabla 9. Temperatura de la superficie para los Ejemplos 6-9 y Ejemplo Comparativo 9.

Ejemplo No.	TiO <sub>2</sub> % en peso	Partículas huecas poliméricas % en peso	Temperatura de la superficie T <sub>e</sub> '	Temperatura de la superficie T <sub>0</sub> '	Cambio de temperatura de la superficie* $\Delta T' = T_e' - T_0'$
Ejemplo 6	7,5	7,5 Ultra E (0,38μm)	46,0	20,9	25,1
Ejemplo 7	7,5	7,5 HP-1055 (1,0 μm)	44,5	20,6	23,9
Ejemplo 8	7,5	7,5 AF-1353 (1,3 μm)	47,1	20,8	26,3
Ejemplo Comparativo 9	15	0	51,5	20,7	30,8
Panel en blanco	Panel sin revestimiento		61,5	20,4	41,1

10 \*T<sub>0</sub>' es la temperatura inicial sobre la superficie del revestimiento/panel antes de la radiación de la lámpara térmica; T<sub>e</sub>' es la temperatura sobre la superficie del revestimiento/panel después de la radiación de la lámpara térmica (durante más de 2 horas). ΔT' es el cambio de temperatura de T<sub>e</sub>' a T<sub>0</sub>'.

15 Los datos en la Tabla 8 mostraron que los Ejemplos 6-8 consiguieron una mayor diferencia de temperatura de aislamiento térmico (14,9-15,8°C) que el Ejemplo Comparativo 9 (14,7°C), y el requisito (≥10°C) en el estándar nacional. El Ejemplo 7 con las partículas huecas poliméricas y TiO<sub>2</sub> consiguió la más alta diferencia de temperatura de aislamiento térmico (15,8°C) de todos los ejemplos, lo que sugirió la mejor propiedad de aislamiento térmico especialmente para radiación de luz de NIR de la región de longitud de onda de 700-2.500 nm.

20 Los inventores se dieron cuenta de que el aislamiento estaba dominado por la propiedad de todo el revestimiento – tanto de la superficie como de toda la masa, y la propiedad de reflectancia estaba principalmente relacionada con la propiedad de la superficie en un revestimiento. Para validar mejor el valor práctico de la reflectancia de infrarrojo cercano, se desarrolló la medida de la temperatura de la superficie para el revestimiento que estaba bajo la radiación de una lámpara térmica. El cambio de temperatura para la superficie del revestimiento después y antes de la radiación se registró en la Tabla 9.

25 Los datos en la Tabla 9 mostraron que los Ejemplos 6-8 consiguieron una temperatura significativamente más baja de la superficie de revestimiento (<50°C) que el Ejemplo Comparativo (>50°C), y el panel sin revestimiento (>60°C) después de la radiación directa de la lámpara térmica. Y el Ejemplo 7 con las partículas huecas poliméricas y TiO<sub>2</sub> consiguió la más baja temperatura de la superficie (44,5°C) y el menor cambio de temperatura de la superficie

(23,9°C) de todos los ejemplos, sugiriendo la mejor propiedad de barrera térmica de la superficie de revestimiento.

Los resultados anteriores de medida de la temperatura de la superficie y de la propiedad de aislamiento térmico eran similares a los datos previos de reflectancia de infrarrojo/solar, que validaban el valor práctico para la propiedad de reflectancia en la gestión/ahorro de energía de un sistema de revestimiento.

5 3. Resistencia a la acumulación de suciedad

Los estudios en la técnica han descubierto que la resistencia a la acumulación de suciedad tiene una correlación significativa con el rendimiento a largo plazo y la durabilidad de revestimientos que reflejan radiación solar. La pérdida de reflectancia después de un ensayo DPUR para los Ejemplos 1-15 se listó en la Tabla 10.

Tabla 10. Pérdida de reflectancia (DPUR) para los Ejemplos 1-15

(a) Emulsión C (Tg=24°C)		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo Comparativo 4	Ejemplo Comparativo 5	
% de pérdida de reflectancia	(sin exposición a UV)	Solar total	2,4806	2,9578	4,809	2,7461	7,2885
		UV	-38,118	-48,147	-69,44	-104,97	-134,64
		Visible	5,6095	4,751	7,815	7,0641	10,196
		NIR	2,3037	3,0715	4,8569	2,6885	7,6981

10

(b) Emulsión A (Tg=-40°C)		Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo Comparativo 9	Ejemplo Comparativo 10	
% de pérdida de reflectancia	(sin exposición a UV)	Solar total	11,74	14,69	15,48	24,113	22,583
		UV	-49,23	-79,53	-81,24	-195,15	-169,43
		Visible	17,66	19,14	18,75	30,814	27,521
		NIR	11,19	14,67	15,69	24,25	22,932
% de pérdida de reflectancia	(exposición a UV)	Solar total	10,46	12,67	13,26	20,35	20,36
		UV	-50,88	-81,19	-71,93	-133	-135,8
		Visible	15,55	15,84	16,44	25,64	25,54
		NIR	10,09	12,86	13,4	20,32	20,46

(c) Emulsión B (Tg=-40°C)		Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo Comparativo 14	Ejemplo Comparativo 15	
% de pérdida de reflectancia	(sin exposición a UV)	Solar total	14,12	14,18	17,89	24,181	23,676
		UV	-57,66	-89,76	-83,8	-245,12	-176,79
		Visible	19,75	18	21,49	32,05	29,323
		NIR	13,747	14,347	18,07	24,342	23,977
% de pérdida de reflectancia	(exposición a UV)	Solar total	11,59	14,81	13,45	23,14	21,23
		UV	-49,25	-72,38	-67,76	-173,9	-146,6
		Visible	15,16	18,33	16,68	29,22	27,24
		NIR	11,54	14,91	13,53	23,24	21,21

Las DPUR de la composición de revestimiento se mejoraron significativamente introduciendo las partículas huecas poliméricas en combinación con TiO<sub>2</sub>, especialmente en el sistema de revestimiento elastómero.

- 5 Para el sistema (a), todos los Ejemplos 1-5 de revestimiento basado en la emulsión C proporcionaron buena propiedad de DPUR (2-7% de pérdida de reflectancia solar total y 5-10% de pérdida de reflectancia del visible), debido a la alta Tg (26°C) de la resina de emulsión C.

- 10 Para el sistema (b) y (c), tanto la emulsión A como la emulsión B son emulsiones elastómeras (Tg ≤ -40°C) aplicadas en revestimientos de tejado elastómeros (ERC). De este modo los ejemplos 6-15 en estos dos sistemas mostraron pobre propiedad de DPUR (10-24% de pérdida de reflectancia solar total y 15-31% de pérdida de reflectancia del visible).

- 15 Sin embargo, en los Ejemplos 6-8 y 11-13, se observó mejor DPUR (10-18% de pérdida de reflectancia solar total y 18-21% de pérdida de reflectancia del visible) que la de los Ejemplos Comparativos (23-24% de pérdida de reflectancia solar total y 27-32% de pérdida de reflectancia del visible) en los sistemas de aglomerante de baja Tg (b) y (c). Comparado con los revestimientos basados en microesferas huecas inorgánicas (Ejemplo Comparativo 5, 10 y 15), los Ejemplos basado en partículas huecas poliméricas correspondientes proporcionaron significativamente mejor propiedad de DPUR.

Además, la propiedad de DPUR mejoró incluso más por la exposición a UV (reticulación) de los sistemas de revestimiento basados en emulsión elastómera (emulsión A y emulsión B).

- 20 Indicaba que la resistencia a la acumulación de suciedad y de este modo la retención de la reflectancia con el tiempo mejoraron significativamente introduciendo partículas huecas poliméricas (combinadas con TiO<sub>2</sub>) en la formulación de la invención especialmente con emulsiones elastómeras.

#### 4. Rendimiento de tracción

- 25 Es bien conocido que normalmente hay un compromiso entre DPUR y rendimiento de elongación en revestimientos basados en emulsión elastómera. Lo que es más, hay además un compromiso entre la elongación y la resistencia a la tracción para el rendimiento de tracción de un revestimiento formulado. Los datos detallados del rendimiento de tracción para los Ejemplos 1-15 se listaron en la Tabla 11.



Tabla 11. Rendimiento de tracción para los Ejemplos 1-15

Ejemplo No.		Rendimiento de tracción	
		Porcentaje de elongación (rotura)	Resistencia a la tracción (tensión máxima, MPa)
(a) Emulsión C Tg 24°C	Ejemplo 1	23,91	3
	Ejemplo 2	53,89	3,9
	Ejemplo 3	24,98	3,64
	Ejemplo Comparativo 4	311,5	1,66
	Ejemplo Comparativo 5	21,98	1,85
(b) Emulsión A Tg -40°C	Ejemplo 6	268,2	1,1
	Ejemplo 7	217,6	1,08
	Ejemplo 8	164,0	1,34
	Ejemplo Comparativo 9	493,2	0,76
	Ejemplo Comparativo 10	85,22	0,53
(c) Emulsión B Tg -40°C	Ejemplo 11	520,3	0,84
	Ejemplo 12	175,0	0,89
	Ejemplo 13	232,5	0,78
	Ejemplo Comparativo 14	1086	0,49
	Ejemplo Comparativo 15	203,6	0,42

El rendimiento de tracción de la composición de revestimiento mejoró significativamente introduciendo las partículas huecas poliméricas, especialmente en el sistema de revestimiento elastómero.

- 5 Como se muestra en la Tabla 11, los Ejemplos Comparativos 4, 9 y 14 (solo TiO<sub>2</sub>) tenían la más alta elongación y relativamente baja resistencia a la tracción en cada sistema de resina. En su lugar, los Ejemplos Comparativos 5, 10 y 15 (microesfera hueca inorgánica más TiO<sub>2</sub>) tenían la relativamente baja elongación y resistencia a la tracción en cada uno de los sistemas de resina. Comparado con los Ejemplos Comparativos, los Ejemplos proporcionaron relativamente más alta elongación y mejor resistencia a la tracción en cada sistema de resina especialmente para los revestimientos basados en emulsión elastómera, que proporcionaron una solución para evitar el compromiso entre ambas propiedades de tracción.
- 10

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Una composición de revestimiento reflectante de infrarrojo que comprende, en porcentaje en peso basado en el peso seco total de la composición de 0,1% a 50% de partículas huecas poliméricas, de 0,1% a 70% de partículas de pigmento y de 20% a 80% de por lo menos un aglomerante polimérico, que tiene una Tg, medida por calorimetría diferencial de barrido, de -60°C a 0°C, en la que el tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas es de 0,38 a 1,6 µm; y en la que
- la distribución de tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas es tal que el 90% de las partículas se encuentran dentro de ±10% del tamaño medio de partícula en volumen.
- 10 2. La composición de revestimiento de la composición 1, en la que las partículas huecas poliméricas son (co)polímeros que contienen, como unidad (co)polimerizada, por lo menos 50% en peso de monómero estirénico.
3. La composición de revestimiento de la composición 2, en la que las partículas huecas poliméricas son (co)polímeros que contienen, como unidad (co)polimerizada, por lo menos 70% en peso de monómero estirénico.
4. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas es de 0,38 a 1,3 µm.
- 15 5. La composición de revestimiento de la reivindicación 4, en la que el tamaño medio de partícula en volumen de las partículas huecas poliméricas es de 1,0 a 1,3 µm.
6. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el aglomerante polimérico tiene una Tg medida de -60 a -40°C.
- 20 7. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el contenido de las partículas huecas poliméricas es de 5% en peso a 30% en peso, basado en el peso seco total de la composición.
8. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que las partículas de pigmento se seleccionan del grupo que consiste en dióxido de titanio, óxido cinc, sulfuro de cinc, caolín y sus mezclas.
9. Un material revestido que comprende por lo menos una película derivada de la composición de revestimiento de la reivindicación 1.
- 25 10. Una película de revestimiento multicapa reflectante de infrarrojo derivada de la composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que la composición de revestimiento se aplica en forma de un revestimiento base, un revestimiento superior, o tanto en forma de revestimiento base como de revestimiento superior de la película de revestimiento multicapa.