19

OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 567 732**

51 Int. Cl.:

C09D 7/02 (2006.01)

C08K 5/20 (2006.01)

C08K 5/103 (2006.01)

C08G 69/34 (2006.01)

C08J 3/03 (2006.01)

C08L 77/06 (2006.01)

C08L 77/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.08.2011 E 11176121 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.03.2016 EP 2457961**

54 Título: **Agente contra la sedimentación de pigmento acuoso y proceso para su producción**

30 Prioridad:

24.11.2010 JP 2010261416

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

26.04.2016

73 Titular/es:

**KUSUMOTO CHEMICALS, LTD. (100.0%)
11-13 Uchikanda 1-chome Chiyoda-ku
Tokyo 101-0047, JP**

72 Inventor/es:

**AZEYANAGI, NORIFUMI;
UBUKATA, MAKOTO;
IKUTA, TOMOHISA y
KAWAI, YUMIKO**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 567 732 T3

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

DESCRIPCIÓN

Agente contra la sedimentación de pigmento acuoso y proceso para su producción

[Campo técnico]

5 La presente invención se refiere a un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso que, al agregarse a un material de recubrimiento acuoso como, por ejemplo, pintura metálica acuosa, pintura resistente a la corrosión acuosa y tinta metálica acuosa, demuestra un excelente efecto contra la sedimentación de pigmento y particularmente a un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso (en lo sucesivo se puede abreviar como agente contra la sedimentación acuoso) que demuestra un excelente efecto anttsedimentante de pigmento incluso en un ambiente de alta temperatura.

10 [Antecedentes de la técnica]

En los últimos años, el cambio a sistemas acuosos ha sido examinado activamente en los materiales de recubrimiento y similares, debido a problemas ambientales, peligro de incendio y similar y con relación a agentes contra la sedimentación de pigmento; naturalmente, también se buscan los acuosos. Por ejemplo, en materiales de recubrimiento a base de solvente, se conoce bien el uso de un agente contra la sedimentación a base de cera de amida termotratada (Documento de Patente 1) o a base de aceite de ricino hidrogenado (Documento de Patente 2) con el fin de prevenir la sedimentación de los pigmentos. Mientras muchos de estos aditivos demuestran excelentes efectos contra la sedimentación de pigmento en un ambiente a temperatura normal y en un ambiente a alta temperatura como a 50 °C, no son adecuados para un sistema acuoso debido a su mala afinidad con el agua.

15 Mientras, se conoce un agente contra la sedimentación acuoso a base de poliamida que contiene una poliamida obtenida por la reacción de una diamina primaria con cantidades específicas de átomos de carbono y ácido dímero (Documento de Patente 3), un agente contra la sedimentación acuoso que contiene una poliamida, que se obtiene por la reacción de una diamina con 14 a 40 átomos de carbono y un ácido dicarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono, y un poliéster policondensado con un grupo hidroxilo (Documento de Patente 4) y un agente contra la sedimentación acuoso que contiene una poliamida, que se obtiene por la reacción de una diamina con 4 a 40 átomos de carbono y un ácido dicarboxílico con 4 a 40 átomos de carbono, una cera de poliolefina y un tensioactivo (Documento de Patente 5). Sin embargo, mientras los agentes contra la sedimentación acuosos a base de poliamida demuestran excelentes efectos contra la sedimentación en un ambiente a temperatura normal, tienen la desventaja de que los efectos contra la sedimentación de pigmento son malos en un ambiente a alta temperatura como a 50 °C, por ejemplo.

20 Como se describe anteriormente, en la técnica anterior se han sugerido varios agentes contra la sedimentación acuosos. Sin embargo, por ejemplo, los pigmentos de aluminio o pigmentos nacarados como mica usados en pinturas metálicas acuosas o pigmentos resistentes a la corrosión contenidos en pinturas resistentes a la corrosión acuosas, o similares, tienen un gran tamaño de partícula y una alta gravedad específica también, de modo que, con relación a estas pinturas, un agente contra la sedimentación acuoso, aun si demuestra suficientes efectos en un ambiente a temperatura normal, tiene problemas como efectos insuficientes en un ambiente a alta temperatura como a 50 °C, que es la temperatura termorresistente requerida en líneas de pintura de automóviles, por ejemplo.

[Técnica Anterior]

[Documentos de Patente]

[Documento de Patente 1] Solicitud de patente japonesa abierta a la inspección pública n.º 2002-146336

[Documento de Patente 2] Solicitud de patente japonesa abierta a la inspección pública n.º Sho 56-112977

40 [Documento de Patente 3] Publicación de patente n.º 3564259

[Documento de Patente 4] Solicitud de patente japonesa abierta a la inspección pública n.º 2005-171155

[Documento de Patente 5] Solicitud de patente japonesa abierta a la inspección pública n.º 2008-266448

[Compendio de la invención]

[Problemas a ser resueltos por la invención]

45 Un objetivo de la invención es proporcionar un agente contra la sedimentación acuoso que demuestre excelentes efectos contra la sedimentación de pigmento sobre, por ejemplo, un material de recubrimiento acuoso y, particularmente, un agente contra la sedimentación acuoso que demuestre excelentes efectos contra la sedimentación de pigmento incluso en un ambiente a alta temperatura.

[Medios para resolver los problemas]

50 Como resultado de estudios serios para resolver los problemas anteriores, los presentes inventores descubrieron que

al combinar una poliamida usada en un agente contra la sedimentación acuoso, una cera de amida y/o aceite de ricino hidrogenado usado en agente contra la sedimentación a base de solvente, se podría prevenir la precipitación de pigmentos, cuyo tamaño de partícula es grande y además cuya gravedad específica también es alta, que están contenidos en un material de recubrimiento acuoso como, por ejemplo, pinturas metálicas acuosas, pinturas resistentes a la corrosión acuosas y tintas metálicas acuosas, en un ambiente a temperatura normal y, también, en un ambiente a alta temperatura, y así lograron que se complete la invención.

Por lo tanto, según la invención, se proporciona un proceso para producir un agente contra la sedimentación acuoso que comprende neutralizar, con una base, una mezcla que comprende [A] una poliamida obtenida por la reacción de una diamina con 2 a 34 átomos de carbono y una cantidad excesiva con respecto a la diamina de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono, preferiblemente 6 a 36 átomos de carbono, o una mezcla de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono, preferiblemente 6 a 36 átomos de carbono, y un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono, preferiblemente 12 a 18 átomos de carbono, [B] una cera de amida obtenida por la reacción de un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono, preferiblemente 12 a 18 átomos de carbono y una diamina con 2 a 12 átomos de carbono, preferiblemente 2 a 8 átomos de carbono, y/o una monoamina con 2 a 22 átomos de carbono, preferiblemente 2 a 16 átomos de carbono, y/o [C] aceite de ricino hidrogenado, luego, dispersar el producto neutralizado obtenido en un medio compuesto principalmente por agua, y opcionalmente, termotratar la dispersión obtenida así como un agente contra la sedimentación acuoso producido por tal proceso. Es decir, la invención se refiere a un proceso para producir un agente contra la sedimentación acuoso que comprende neutralizar, con una base, una mezcla que comprende una combinación de [A] una poliamida y [B] una cera de amida, o una mezcla que comprende una combinación de [A] una poliamida y [C] aceite de ricino hidrogenado, o una mezcla que comprende una combinación de [A] una poliamida, [B] una cera de amida y [C] aceite de ricino hidrogenado, luego, dispersar el producto neutralizado obtenido en un medio compuesto principalmente por agua y, opcionalmente, termotratar la dispersión obtenida, así como un agente contra la sedimentación acuoso producido por dicho proceso.

Se desea que el agente contra la sedimentación acuoso de la invención descrito anteriormente tenga una relación de peso de [A] la poliamida a [B] la cera de amida y/o [C] el aceite de ricino hidrogenado que esté en el intervalo de 95:5 a 40:60.

Además, se desea que el agente contra la sedimentación acuoso de la invención descrito anteriormente tenga un valor ácido de [A] la poliamida en el intervalo de 30 a 140.

[Efectos de la invención]

Si el agente contra la sedimentación acuoso de la invención se agrega a un material de recubrimiento acuoso, entonces, se puede prevenir la precipitación de pigmentos, cuyo tamaño de partícula es grande y además cuya gravedad específica también es alta, en un ambiente a temperatura normal y, además, en un ambiente a alta temperatura como a 50 °C.

[Modos de poner en práctica la invención]

En lo sucesivo, la invención se describe en detalle.

[A] Poliamida

La [A] poliamida usada en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención (en lo sucesivo denominada "Componente [A]") es una poliamida obtenida por la reacción de una diamina con 2 a 34 átomos de carbono y una cantidad excesiva respecto de la diamina de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono o una mezcla de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono y un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono.

Como ejemplos de la diamina con 2 a 34 átomos de carbono usada en la síntesis del Componente [A] se pueden mencionar etilendiamina, 1,4-diaminobutano, hexametildiamina, metaxilendiamina, 1,10-decametilendiamina, 1,11-undecametilendiamina, 1,12-dodecametilendiamina, 4,4'-diaminodifenilmetano, dímero diamina y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

La dímero diamina usada en la síntesis del Componente [A] es un derivado de ácido dímero obtenido por la reacción química de los grupos carboxilo del ácido dímero y, en general, se pueden usar aquellos (34 átomos de carbono) que están comercialmente disponibles.

Como ejemplos del ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono usado en la síntesis del Componente [A], se pueden mencionar ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, diácido dodecano, ácido isoftálico, ácido dímero y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

El ácido dímero usado en la síntesis del Componente [A] es uno obtenido por la dimerización de un ácido graso insaturado y, en general, se pueden usar aquellos (36 átomos de carbono) que están comercialmente disponibles. Si bien los ácidos dímeros comercialmente disponibles contienen ácidos monómeros y ácidos trímeros además del ácido dímero, se desean los que tienen grandes cantidades de ácido dímero.

Como ejemplos del ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono usado en la síntesis del Componente [A], se pueden mencionar ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido enántico, ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido caprínico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido 12-hidroxiesteárico, ácido oleico, ácido behénico y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

- 5 Mientras el valor ácido del Componente [A] usado en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención no se limita en particular, preferiblemente se encuentra en el intervalo de 30 a 140 y más preferiblemente 40 a 100.

[B] cera de amida

- 10 La [B] cera de amida usada en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención (en lo sucesivo denominada "Componente [B]") es una cera de amida obtenida por la reacción de un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono y una diamina con 2 a 12 átomos de carbono y/o una monoamina con 2 a 22 átomos de carbono.

Como ejemplos del ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono usado en la síntesis del Componente [B] se pueden mencionar ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido enántico, ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido caprínico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido 12-hidroxiesteárico, ácido oleico, ácido behénico y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

- 15 Como ejemplos de la diamina con 2 a 12 átomos de carbono usada en la síntesis del Componente [B] se pueden mencionar etilendiamina, 1,4-diaminobutano, hexametilendiamina, metaxililendiamina, 1,10-decametilendiamina, 1,11-undecametilendiamina, 1,12-dodecametilendiamina y similares, y como ejemplos de monoamina con 2 a 22 átomos de carbono se pueden mencionar etilamina, monoetanolamina, propilamina, butilamina, pentilamina, hexilamina, octilamina, decilamina, laurilamina, miristilamina, cetilamina, estearilamina, behenilamina y similares.
20 Estos se pueden usar solos o en combinación.

[C] Aceite de ricino hidrogenado

El [C] aceite de ricino hidrogenado usado en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención (en lo sucesivo denominado "Componente [C]") es uno generado por la adición de hidrógeno a aceite de ricino y, en general, se pueden usar aquellos que están comercialmente disponibles.

- 25 Mientras la relación de peso del Componente [A] al Componente [B] y/o Componente [C] (Componente [A]: Componente [B] y/o Componente [C]) en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención no se limita en particular, preferiblemente está en el intervalo de 95:5 a 40:60 y más preferiblemente 80:20 a 45:55.

- 30 Un producto modificado de cera de poliolefina puede estar contenido en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención. Como ejemplos de este, se pueden proporcionar ceras de poliolefina modificadas por oxidación o modificadas por injerto de ácido y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

- 35 Para facilitar la dispersión del producto neutralizado, que se obtuvo por la neutralización con una base de la mezcla del Componente [A] y, Componente [B] y/o Componente [C], en un medio compuesto principalmente por agua, un ácido monocarboxílico puede estar contenido en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención según sea necesario. Como los ácidos monocarboxílicos a ser usados se pueden usar aquellos con 2 a 22 átomos de carbono y como ejemplos de estos se pueden mencionar ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido enántico, ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido caprínico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido 12-hidroxiesteárico, ácido oleico, ácido behénico y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

- 40 Para facilitar la dispersión del producto neutralizado, que se obtuvo por la neutralización con una base de la mezcla del Componente [A] y, Componente [B] y/o Componente [C], en un medio compuesto principalmente por agua, un tensioactivo puede estar contenido en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención según sea necesario. Como tensioactivos a ser usados, aunque no hay limitación particular, se pueden mencionar tensioactivos no iónicos y/o aniónicos y similares.

- 45 Como ejemplos del tensioactivo no iónico precedente, se pueden mencionar alquil éter de polioxietileno, alquilaril éter de polioxietileno, éster de ácido graso sorbitán, éster de ácido graso sorbitán polioxietileno, copolímero polioxietileno-oxipropileno y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

Como ejemplos del tensioactivo aniónico precedente, se pueden mencionar sal de ácido graso de alquilo, sal de éster sulfato de alquilo, sal sulfato de alquil éter de polioxietileno, sal de ácido alquilbencenosulfónico, sal sulfosuccinato, sal éster de ácido fosfórico y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.

- 50 Para facilitar la dispersión del producto neutralizado, que se obtuvo por la neutralización con una base de la mezcla del Componente [A] y, Componente [B] y/o Componente [C], en un medio compuesto principalmente por agua, un solvente orgánico puede estar contenido en el agente contra la sedimentación acuoso de la invención según sea necesario. Como solventes orgánicos a ser usados, si bien se pueden mencionar hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos alicíclicos e hidrocarburos aromáticos, o cetonas, ésteres, alcoholes, éteres y similares, se desean solventes

- orgánicos usados generalmente para materiales de recubrimiento acuosos. Como ejemplos de dichos solventes orgánicos, se pueden mencionar alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico, alcohol butílico, alcohol isobutílico, alcohol isopropílico, alcohol pentílico, alcohol hexílico, alcohol heptílico, alcohol octílico, alcohol 2-etilhexílico, etilenglicol monometil éter, dietilenglicol monometil éter, trietilenglicol monometil éter, etilenglicol monoisopropil éter, etilenglicol monobutil éter, dietilenglicol monobutil éter, trietilenglicol monobutil éter, etilenglicol monoisobutil éter, etilenglicol monohexil éter, 2-etilhexilglicol, propilenglicol monometil éter, dipropilenglicol monometil éter, propilenglicol monopropil éter, propilenglicol monobutil éter y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.
- Para la base usada en la neutralización de la mezcla que comprende Componente [A] y, Componente [B] y/o Componente [C], y además un producto modificado de una cera de poliolefina y/o un ácido monocarboxílico, según la circunstancia, se puede usar una base usada en general como base neutralizante, por ejemplo, en materiales de recubrimiento acuosos. Como ejemplos de sustancias orgánicas, se pueden mencionar alquilaminas como etilamina, dietilamina y trietilamina y alcohol aminas como etanolamina, dietanolamina, trietanolamina y N,N'-dimetiletanolamina. Como ejemplos de sustancias inorgánicas, se pueden mencionar hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, amoníaco y similares. Estos se pueden usar solos o en combinación.
- El agente contra la sedimentación acuoso de la invención puede contener un aditivo a efectos de conferir otra función. Por ejemplo, al agregarlo a un material de recubrimiento acuoso, se pueden agregar varios aditivos a efectos de mejorar la retención de brillo de la película de recubrimiento, la dispersibilidad del pigmento, la capacidad despumante y la nivelación de plano vertical del material de recubrimiento y similares.
- Al producir el agente contra la sedimentación acuoso de la invención, primero se mezcla el Componente [A] y, Componente [B] y/o Componente [C], junto con, como constituyentes opcionales, un producto modificado de cera de poliolefina, un ácido monocarboxílico, un tensioactivo, un solvente orgánico y similares. Si bien las condiciones de mezcla no se limitan en particular, debido a que la eficacia de mezcla aumenta cuando cada componente está en estado fundido, en general, la mezcla se lleva a cabo a una temperatura de 90 a 150 °C. Luego, se agrega una base neutralizante a esta mezcla para neutralizar el Componente [A]. Si la mezcla contiene un producto modificado de cera de poliolefina y/o un ácido monocarboxílico, estos también se neutralizan al mismo tiempo que el Componente [A]. A partir de allí, la mezcla neutralizada precedente se dispersa en agitación en un medio compuesto principalmente por agua y, opcionalmente, la dispersión obtenida se termotrata, lo que permite producir el agente contra la sedimentación acuoso de la invención.
- Los expertos en la técnica conocen métodos para hacer reaccionar una diamina con 2 a 34 átomos de carbono y una cantidad excesiva respecto de la diamina de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono, o una mezcla de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono y un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono para sintetizar el Componente [A] en la invención. Por ejemplo, es suficiente hacer reaccionar una mezcla de una diamina y un ácido carboxílico a una temperatura de 150 a 200 °C durante 2 a 10 horas y, en este caso, se puede usar un solvente azeotrópico como xileno, según sea necesario.
- Los expertos en la técnica conocen métodos para hacer reaccionar un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono y una diamina con 2 a 12 átomos de carbono y/o una monoamina con 2 a 22 átomos de carbono para sintetizar el Componente [B] en la invención. Por ejemplo, es suficiente hacer reaccionar una mezcla de un ácido monocarboxílico y una diamina y/o una monoamina a una temperatura de 150 a 200 °C durante 2 a 10 horas y, en este caso, se puede usar un solvente azeotrópico como xileno, según sea necesario.
- La cantidad de base usada en el paso de neutralización puede ser una cantidad equivalente o mayor respecto del Componente [A] en la mezcla o respecto del total del Componente [A] y, como componentes opcionales, el producto modificado de cera de poliolefina y/o el ácido monocarboxílico. Esto permite suprimir los componentes no dispersables en agua en el agente contra la sedimentación acuoso.
- La mezcla que se neutralizó con la base se dispersa en agitación en un medio compuesto principalmente por agua. Si bien la temperatura de la mezcla neutralizada a dispersarse en el medio no se limita en particular, preferiblemente es de 90 a 150 °C y más preferiblemente 110 a 130 °C. A una temperatura menor que 80 °C la viscosidad de la mezcla aumenta y se dificulta la manipulación y, a temperaturas mayores que 160 °C, se genera espuma al momento de agregarla al medio y se dificulta la producción de un agente contra la sedimentación acuoso, lo que no es deseable.
- Si bien la temperatura del medio en el que se debe agregar la mezcla que se neutralizó con la base no se limita en particular, preferiblemente es de 30 a 80 °C y más preferiblemente 40 a 70 °C. A temperaturas menores que 25 °C, la dispersión de la mezcla es mala y a temperaturas mayores que 99 °C, la formación de espuma dificulta la producción de un agente contra la sedimentación acuoso estable. Además, para facilitar la dispersión de la mezcla neutralizada, al medio se le puede agregar un tensioactivo, un solvente orgánico y similares, según sea necesario.
- Cuando la mezcla que se neutralizó con la base se agrega al medio, en general, se dispersa inmediatamente. Sin embargo, preferiblemente, si se continúa con la agitación en el orden de 5 a 30 minutos y después se transfiere a un recipiente y se la deja sola durante la noche, se puede obtener un agente contra la sedimentación acuoso completamente dispersado de la invención.
- En el proceso para producir el agente contra la sedimentación acuoso de la invención, la dispersión opcionalmente se

puede termotratarse. El termotratamiento promueve la generación de partículas fibrosas compuestas que consisten en el Componente [A] y, Componente [B] y/o Componente [C], lo que permite que los efectos contra la sedimentación sean mayores. Si bien la temperatura de calentamiento al termotratarse la dispersión no se limita en particular, preferiblemente es de 45 a 95 °C y más preferiblemente de 50 a 90 °C.

- 5 Si bien el tiempo de termotratamiento para la dispersión antes mencionada no se limita en particular, preferiblemente es de 5 a 60 horas y más preferiblemente de 10 a 48 horas.

10 Los materiales de recubrimiento acuosos que son adecuados para usar el agente contra la sedimentación acuoso de la invención son pinturas acuosas como pinturas metálicas acuosas y pinturas resistentes a la corrosión acuosas que contienen un pigmento de aluminio, un pigmento nacarado como mica, o un pigmento resistente a la corrosión cuyo tamaño de partícula es grande y la gravedad específica también es alta. Sin embargo, es posible la aplicación en otros lados a materiales de recubrimiento acuosos generales o similares, como pinturas acuosas y tintas acuosas que contienen un pigmento de color, un pigmento extensor y similares.

15 El momento para agregar el agente contra la sedimentación acuoso de la invención al material de recubrimiento acuoso puede ser el paso de moler el pigmento o se puede agregar después de que se produce el material de recubrimiento; sin embargo, también es posible producir un lote maestro y agregarlo. Al agregar el agente contra la sedimentación acuoso de la invención al material de recubrimiento acuoso, es posible usar un aparato de dispersión que se usa generalmente en la producción de un material de recubrimiento.

20 Si bien la cantidad del agente contra la sedimentación acuoso de la invención que se agrega al material de recubrimiento acuoso es diferente según el tipo y la capacidad necesaria del material de recubrimiento, en general está, respecto de la cantidad total de material de recubrimiento y calculado según el componente activo, en el intervalo de 0,1 a 2,0% en peso, preferiblemente 0,2 a 1,5% en peso y más preferiblemente 0,3 a 1,0% en peso. Si la cantidad que se agrega es menor que 0,1% en peso, el efecto contra la sedimentación no es suficiente además, si se usa una cantidad mayor que 2,0% en peso, a veces ocurren efectos perjudiciales tales como espesamiento del materiales de recubrimiento y una caída de la intensidad, que no se desea.

25 **[Ejemplos]**

A continuación en la presente, se darán ejemplos para describir la invención en concreto. Cabe destacar que la invención no debe limitarse a estos ejemplos de ningún modo. Además, "%" y "partes" en los ejemplos indican, a menos que se especifique expresamente otra cosa, "% en peso" y "partes en peso".

Ejemplo de síntesis de poliamida 1

30 En un matraz de cuatro cuellos de un litro de capacidad equipado con un agitador, un regulador de temperatura, un colector de agua y un tubo de entrada de nitrógeno, se midieron 354 partes (0,60 moles) de ácido dímero (nombre del producto "Haridimer 250", fabricado por Harima Chemicals, Inc.) y 53,1 partes de xileno (15% de ácido carboxílico total) y se calentaron hasta 50 °C. Luego, se agregaron 46,5 partes (0,40 moles) de hexametildiamina gradualmente y se agitó a 150 °C durante 60 minutos. Con un calentamiento adicional suave a 175 °C, se llevó a cabo la reacción de
35 deshidratación durante 150 minutos para obtener Poliamida A-1.

Ejemplos de síntesis de poliamida 2 a 9

La síntesis se realizó según el método de síntesis del Ejemplo de síntesis de poliamida 1 con las relaciones de combinación de la Tabla 1 para obtener las Poliamidas A-2 a 9.

[Tabla 1] Tabla 1 ejemplos de síntesis de poliáamida

		[A] poliáamida								
		A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6	A-7	A-8	A-9
Ácido dicarboxílico	Ácido dímero (mol)	0,60	0,52	0,64			0,60	0,60	0,60	0,60
	Ácido adípico (mol)				1,32	0,77				
	Ácido azelaico (mol)							0,15		
Ácido monocarboxílico	Ácido 12-hidroxiesteárico (mol)									0,15
	Ácido láurico (mol)		0,08							
Diamina	Etilendiamina (mol)						0,40		0,20	
	Hexametildiamina (mol)	0,40	0,40	0,36				0,45	0,20	0,38
	Dímero diamina (mol)				0,66	0,62				
Valor ácido		63	59	82	139	40	64	68	62	59

Ejemplo de síntesis de cera de amida 1

5 En un matraz de cuatro cuellos de un litro de capacidad equipado con un agitador, un regulador de temperatura, un colector de agua y un tubo de entrada de nitrógeno, se midieron 298,6 partes (0,96 moles) de ácido 12-hidroxiesteárico y se derritió mediante calentamiento a 80 °C. Luego, se agregaron 65,4 partes (0,48 moles) de metaxililendiamina gradualmente y se llevó a cabo la reacción de deshidratación a 185 °C durante 5 horas para obtener la cera de amida B-1 deseada.

Ejemplos de síntesis de cera de amida 2 a 5

La síntesis se realizó según el método de síntesis del Ejemplo de síntesis de amida 1 con las relaciones de combinación de la Tabla 2 para obtener las Ceras de amida B-2 a 5.

[Tabla 2] Tabla 2 ejemplo de síntesis de cera de amida

		[B] cera de amida				
		B-1	B-2	B-3	B-4	B-5
Ácido carboxílico	Ácido 12-hidroxiesteárico (mol)	0,96		0,96	0,96	
	Ácido esteárico (mol)		0,96			
	Ácido palmítico (mol)					0,43
	Ácido láurico (mol)					0,53
Diamina	Metaxililendiamina (mol)	0,48				
	Etilendiamina (mol)		0,48			
	Hexametildiamina (mol)				0,48	0,43
Monoamina	Cetilamina (mol)					0,10
	Monoetanolamina (mol)			0,96		

ES 2 567 732 T3

Ejemplos de combinación 1a y 1b

5 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 161,6 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 16,0 partes de poliamida (A-1) como el Componente [A], 4,0 partes de cera de amida (B-1) como el Componente [B], 4,0 partes de polioxietileno 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 2,4 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

10 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente mientras se agitaba. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se dejó sola a temperatura ambiente durante 24 horas para obtener el agente contra la sedimentación no termotratado 1a. Además, la dispersión se termotrató en una cámara con temperatura regulada a 80 °C durante 20 horas para obtener el agente contra la sedimentación termotratado 1b.

15 Ejemplos de combinación 2a, 2b a 8a, 8b

Se usaron métodos similares a los Ejemplos de combinación 1a y 1b con las relaciones de combinación y temperaturas de termotratamiento de la Tabla 3 para obtener los agentes contra la sedimentación deseados 2a y 2b a 8a y 8b, respectivamente.

[Tabla 3] Tabla 3 Ejemplo de combinación 1

Componentes (partes)		Agente contra la sedimentación															
		1a	1b	2a	2b	3a	3b	4a	4b	5a	5b	6a	6b	7a	7b	8a	8b
Componente [A]	A1	16,0	16,0	16,0	16,0	16,0	21,0										
	A-2						21,0										
	A-3										8,0			8,0			
	A-4															21,0	
Componente [B]	B-1	4,0															
	B-2		4,0														
	B-3					4,0											
	B-4						2,0						7,2				4,0
	B-5									2,0							
Componente [C]																	
Tensioactivo	Newcol 1004	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	7,0			5,0	2,4	6,7	9,6			5,0	
Solvente orgánico	Propilenglicol monometil	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	10,6			4,0	2,0	6,7	2,0			5,0	
Base neutralizante	N,N-dimetil-etanolamina Trietilamina	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4				2,6	1,2	1,2	1,2			5,9	
Agua destilada		161,6	161,6	161,6	161,6	161,6	156,6	2,8		162,4	172,5	172,5	172,5			159,1	
Temperatura de termostato (°C)		-	80	-	80	-	80	-	75	-	90	-	50	-	90	-	80
Componente activo (%)		10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	15,0			14,0	8,8	8,8	8,8			15,0	

Ejemplo de combinación 9

5 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 162,5 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 16,0 partes de poliamida (A-5) como el Componente [A], 4,0 partes de cera de amida (B-4) como el Componente [B], 4,0 partes de polioxietileno 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 1,5 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

10 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente mientras se agitaba. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se termotrató en una cámara con temperatura regulada a 80 °C durante 20 horas para obtener el agente contra la sedimentación termotratado deseado 9.

Ejemplos de combinación 10 a 14

15 Se usaron métodos similares al Ejemplo de combinación 9 con las relaciones de combinación y temperaturas de termotratamiento de la Tabla 4 para obtener los Agentes contra la sedimentación deseados 10 a 14, respectivamente.

Ejemplo de combinación 15

20 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 161,0 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 14,2 partes de poliamida (A-1) como el Componente [A], 3,6 partes de cera de amida (B-4) como el Componente [B], 2,4 partes de cera de polietileno modificada con ácido con un valor ácido de 120 mg de KOH/g (nombre del producto "A-C 5120", fabricado por Honeywell Japan Inc.), 4,0 partes de polioxietileno 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 2,8 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

25 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se termotrató en una cámara con temperatura regulada a 80 °C durante 20 horas para obtener el agente contra la sedimentación termotratado deseado 15.

Ejemplo de combinación 16

35 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 160,8 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 14,2 partes de poliamida (A-1) como el Componente [A], 3,6 partes de cera de amida (B-4) como el Componente [B], 2,4 partes de ácido 12-hidroxiesteárico, 4,0 partes de polioxietileno 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 3,0 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

40 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se termotrató en una cámara con temperatura regulada a 80 °C durante 20 horas para obtener el Agente contra la sedimentación termotratado deseado 16.

[Tabla 4] Tabla 4 Ejemplo de combinación 2

		Agente contra la sedimentación								
		9	10	11	12	13	14	15	16	
Componentes (partes)	Componente [A]	A-1					21,0			
		A-5	16,0					14,2		14,2
		A-6		16,0						
		A-7			16,0					
		A-8				16,0				
		A-9					16,0			
		B-4	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0		3,6	3,6
		Componente [C]						9,0		
		Cera de poliolefina	A-C 5120						2,4	
	Acido monocarboxílico	Acido 12-hidroxiesteárico							2,4	
	Tensioactivo	Newcol 1004	4,0	4,0	4,0	4,0		4,0	4,0	
	Solvente orgánico	Propilenglicol monometil	12,0	12,0	12,0	12,0	10,6	12,0	12,0	
	Base neutralizante	N,N-dimetil-etanolamina Trietilamina	1,5	2,4	2,5	2,3	2,2		2,8	3,0
	Agua destilada		162,5	161,6	161,5	161,7	161,8	156,6	161,0	160,8
Temperatura de termotratamiento (°C)			80	80	80	80	80	75	80	80
Componente activo (%)			10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	15,0	10,0	10,0

Ejemplo comparativo de combinación 1

5 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 161,0 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 20,0 partes de poliamida (A-1) como el Componente [A], 4,0 partes de polioxietilen 2-etihexil éter con un HBL de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 3,0 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

10 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se dejó sola a temperatura ambiente durante 24 horas para obtener el Agente contra la sedimentación H1 a efectos comparativos.

Ejemplo comparativo de combinación 2

15 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 162,0 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 20,0 partes de poliamida (A-5) como el Componente [A], 4,0 partes de polioxietilen 2-etihexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 2,0 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

20 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se dejó sola a temperatura ambiente durante 24 horas para obtener el Agente contra la sedimentación H2 a efectos comparativos.

Ejemplo comparativo de combinación 3

30 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 165,4 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 16,0 partes de poliamida (A-5) como el Componente [A], 4,0 partes de cera de polietileno modificada por ácido con un valor ácido de 120 mg de KOH/g (nombre del producto "A-C 5120", fabricado por Honeywell Japan Inc.), 4,0 partes de polioxietilen 2-etihexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 2,0 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

35 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se dejó sola a temperatura ambiente durante 24 horas para obtener el Agente contra la sedimentación H3 a efectos comparativos.

40 Ejemplo comparativo de combinación 4

45 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 164,0 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 20,0 partes de cera de amida (B-4) como el Componente [B], 4,0 partes de polioxietilen 2-etihexil éter con un HBL de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida.

Luego, esta mezcla se agregó gradualmente al agua caliente precedente; sin embargo, debido a que se generaron agregados y precipitados en la dispersión, se abandonó la producción de este agente contra la sedimentación acuoso a efectos comparativos.

Ejemplo comparativo de combinación 5

50 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 164,0 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 20,0 partes de aceite de ricino hidrogenado como el Componente [C], 4,0 partes de polioxietilen 2-etihexil éter con un HBL de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida.

Luego, esta mezcla se agregó gradualmente al agua caliente precedente; sin embargo, debido a que se generaron agregados y precipitados en la dispersión, se abandonó la producción de este agente contra la sedimentación acuoso a efectos comparativos.

Ejemplo comparativo de combinación 6

- 5 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 158,2 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 20,0 partes de cera de polietileno modificada con ácido con un valor ácido de 120 mg de KOH/g (nombre del producto "A-C 5120", fabricado por Honeywell Japan Inc.), 4,0 partes de polioxietilen 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 5,8 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

- 10 A continuación, esta mezcla en forma líquida se agregó gradualmente al agua caliente precedente. Después de completar la adición, para que la dispersión fuera total, se siguió con la agitación en un intervalo de temperatura de 40 a 50 °C durante 10 minutos para obtener una dispersión. Después de completar la agitación, la dispersión se transfirió a un recipiente y se dejó sola a temperatura ambiente durante 24 horas para obtener el Agente contra la sedimentación H6 a efectos comparativos.

Ejemplo comparativo de combinación 7

- 20 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 161,8 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 12,0 partes de cera de amida (B-4) como el Componente [B], 8,0 partes de cera de polietileno modificada con ácido con un valor ácido de 120 mg de KOH/g (nombre del producto "A-C 5120", fabricado por Honeywell Japan Inc.), 4,0 partes de polioxietilen 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 2,2 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

Luego, esta mezcla se agregó gradualmente al agua caliente precedente; sin embargo, debido a que se generaron agregados y precipitados en la dispersión, se abandonó la producción de este agente contra la sedimentación acuoso a efectos comparativos.

Ejemplo comparativo de combinación 8

- 30 En un matraz de cuatro cuellos de 500 mililitros de capacidad equipado con un agitador, un tubo de enfriamiento y un termómetro, se midieron 160,6 partes de agua destilada y se calentaron hasta 40 °C. Mientras tanto, se mezclaron 12,0 partes de cera de amida (B-4) como el Componente [B], 8,0 partes de ácido 12-hidroxiesteárico, 4,0 partes de polioxietilen 2-etilhexil éter con un HLB de 11,5 (nombre del producto "Newcol 1004", fabricado por Nippon Nyukazai Co., Ltd.) como tensioactivo y 12,0 partes de propilenglicol monometil éter como solvente y se disolvieron a 120 °C para convertirse en la forma líquida. A partir de allí, se agregaron y mezclaron 3,4 partes de N,N-dimetiletanolamina como base neutralizante.

Luego, esta mezcla se agregó gradualmente al agua caliente precedente; sin embargo, debido a que se generaron agregados y precipitados en la dispersión, se abandonó la producción de este agente contra la sedimentación acuoso a efectos comparativos.

[Tabla 5] Tabla 5 Ejemplo comparativo de compuesto

		Agente contra la sedimentación											
		H1	H2	H3	H4	H5	H6	H7	H8				
Componentes (partes)	Componente [A]	A-7											
		A-5	20,0	16,0									
	Componente [B]	B-4			20,0						12,0		12,0
	Componente [C]					20,0							
	Cera de poliolefina	A-C 5120			4,0					20,0		8,0	
	Acido monocarboxílico	Acido											8,0
	Tensioactivo	12-hidroxiesteárico Newcol 1004	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
	Solvente orgánico	Propilenglicol monometil éter	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0
	Base neutralizante	N,N-dimetil- etanolamina	3,0	2,0	2,0						5,8	2,2	3,4
	Agua destilada		161,0	162,0	165,4	164,0	164,0	164,0	164,0	158,2	161,8	161,8	160,6
Componente activo (%)		10,0	10,0	10,0					10,0				
Observaciones					*	*	*	*			*	*	

*Debido a la agregación y precipitación, se abandonó la producción del agente contra la sedimentación.

Ejemplo de prueba 1

Las pruebas de rendimiento de los agentes contra la sedimentación acuosos se realizaron usando la pintura de emulsión acrílica acuosa de la formulación (partes en peso) indicada en la Tabla 6.

5 Preparación de pintura de emulsión acrílica acuosa: NeoCryl A-662, agua destilada y cada solvente orgánico se mezclaron por agitación y luego el pH se ajustó hasta 8,0 usando N,N-dimetiletanolamina para preparar una pintura transparente. A esto se le agregó el pigmento metálico Iriodin 504 Rojo y 0,6% en peso (calculado según el componente activo) de agente contra la sedimentación acuoso y se dispersó con un disolvedor cowles (2000 rpm x 10 minutos).

10 Viscosidad y valor T: usando un viscosímetro de tipo B, la viscosidad (mPa·s) a 60 rpm y la viscosidad (mPa·s) a 6 rpm se midieron a 25 °C y se calculó la relación de esto (viscosidad a 6 rpm/viscosidad a 60 rpm). Cuanto mayor sea el valor de la relación (valor T), mayor será la tixotropia.

15 Propiedades contra la sedimentación: se diluyó la pintura con agua destilada de modo que la viscosidad medida usando una copa Ford #4 fuera de 25 segundos (25 °C) y esta pintura diluida se transfirió a dos botellas de vidrio de 100 ml. A partir de allí, estas se dejaron solas en una cámara con temperatura regulada a 25 °C y 50 °C durante siete días y se midió el porcentaje del volumen de Iriodin que se sedimentó al volumen de toda la cantidad de pintura.

Los resultados de prueba se muestran en la Tabla 7. Se entiende que cuando el agente contra la sedimentación acuoso de la invención se agrega a la pintura metálica acuosa, se ejerce un efecto excelente en la prevención de la sedimentación del pigmento, en particular a 50 °C.

[Tabla 6] Tabla 6 Formulación de pintura de emulsión acrílica acuosa

Nombre del material bruto	Peso (partes)	Nombre de la empresa del material bruto
NeoCryl A-662	172,3	DSM NeoResins
Agua destilada	8,0	
Etilenglicol monobutiléter	20,3	Kyoei Chemical Co., Ltd.
Dietilenglicol monobutiléter	20,3	Nippon Nyukazai Co., Ltd.
Dipropilenglicol monometil éter	20,3	Nippon Nyukazai Co., Ltd
N,N- dimetiletanolamina	0,2	Nippon Nyukazai Co., Ltd.
Iriodin 504 Rojo	8,6	Merck Japan

[Tabla 7] Tabla 7 Resultados de prueba con pintura de emulsión acrílica acuosa

Nombre de muestra			Antes de la dilución		Propiedades contra la sedimentación (%)	
			60 rpm viscosidad	TI valor	25°C x 7 días	50°C x 7 días
Blanco			15	0,83	1,7	1,7
Ejemplo de combinación 1	Agente contra la sedimentación	1a	370	4,53	98,2	14,5
		1b	189	4,98	96,6	72,4
		2a	330	4,42	98,2	78,2
		2b	587	4,80	87,9	60,3
		3a	452	3,80	98,2	56,4
		3b	145	2,95	77,6	86,2
		4a	340	4,15	100,0	41,8
		4b	235	2,70	96,6	69,0
		5a	285	3,42	60,3	84,5
		5b	259	3,22	86,2	81,0
		6a	61	1,96	72,7	35,7
		6b	64	2,39	87,3	27,3
		7a	77	2,35	89,1	78,6
		7b	65	2,08	83,6	61,4
Ejemplo comparativo de combinación	Agente contra la sedimentación	H1	270	3,49	94,8	3,4
		H2	279	4,76	77,6	6,9
		H3	225	3,82	81,0	1,7
		H6	21	0,93	3,4	1,7

Ejemplo de prueba 2

5 Las pruebas de rendimiento de los agentes contra la sedimentación acuosos se realizaron usando la pintura de dispersión de uretano acuoso de la formulación (partes en peso) indicada en la Tabla 8.

10 Preparación de pintura de dispersión de uretano acuosa: la Composición A de la Tabla 8 se dispersó uniformemente para preparar una base molida. Luego, la base molida se mezcló con el NeoRez R-966 de la Composición B por agitación para preparar una pintura de dispersión de uretano acuoso. A esto, se le agregaron 0,6% en peso (calculado según el componente activo) de agente contra la sedimentación acuoso y se dispersó usando un disolventor cowles (2000 rpm x 10 minutos).

Viscosidad y valor TI: usando un viscosímetro de tipo B, la viscosidad (mPa·s) a 60 rpm y la viscosidad (mPa·s) a 6 rpm se midieron a 25 °C y se calculó la relación de esto (viscosidad a 6 rpm/viscosidad a 60 rpm). Cuanto mayor sea el valor de la relación (valor TI), mayor será la tixotropía.

15 Propiedades contra la sedimentación: se diluyó la pintura con agua destilada de modo que la viscosidad medida usando una copa Ford #4 fuera de 25 segundos (25 °C) y esta pintura diluida se transfirió a dos botellas de vidrio de 100 ml. A partir de allí, estas se dejaron solas en una cámara con temperatura regulada a 25 °C y 50 °C durante siete días y se midió el porcentaje del volumen de aluminio que se sedimentó al volumen de toda la cantidad de pintura.

20 Los resultados de prueba se muestran en la Tabla 9. Se entiende que cuando el agente contra la sedimentación acuoso de la invención se agrega a la pintura metálica acuosa, se ejerce un efecto excelente en la prevención de la sedimentación del pigmento, en particular a 50 °C.

[Tabla 8] Tabla 8 Formulación de pintura de dispersión de uretano

Nombre del material bruto	Peso (partes)	Nombre de la empresa del material bruto
Composición A		
NeoRez R-966	50,0	DSM NeoResins
ALPASTE WXM7640	12,9	Toyo Aluminium K.K.
DISPARLON AQ-320	1,1	Kusumoto Chemicals, Ltd.
Composición B		
NeoRez R-966	207,6	DSM NeoResins

[Tabla 9] Tabla 9 Resultados de prueba con pintura de dispersión de uretano acuoso

Nombre de muestra			Antes de la dilución		Propiedades contra la sedimentación (%)	
			60 rpm viscosidad (mPa-S)	TI valor	25°C x 7 días	50°C x 7 días
Blanco			15	0,85	5,2	5,2
Ejemplo de combinación 2	Agente contra la sedimentación	9	333	3,95	100,0	94,8
		10	189	4,98	96,6	72,4
		11	395	3,30	100,0	100,0
		12	364	4,47	100,0	91,4
		13	1021	4,56	93,1	91,4
		14	155	2,12	74,1	45,0
		15	605	4,68	89,7	86,2
Ejemplo comparativo de combinación	Agente contra la sedimentación	H1	514	3,25	100,0	6,9
		H2	18	0,43	5,2	3,4
		H3	24	0,65	6,9	6,9
		H6	15	0,51	6,9	8,6

5 Ejemplo de prueba 3

Las pruebas de rendimiento de los agentes contra la sedimentación acuosos se realizaron usando la tinta acuosa de la formulación (partes en peso) indicada en la Tabla 10.

10 Preparación de tinta acuosa: se mezclaron Joncryl 7100 y agua destilada por agitación, luego, el pigmento metálico Iridin 504 Rojo y 0,6% en peso (calculado según el componente activo) de agente contra la sedimentación acuoso y se dispersaron con un disolventor cowles (2000 rpm x 10 minutos).

Viscosidad y valor Tl: usando un viscosímetro de tipo B, la viscosidad (mPa·s) a 60 rpm y la viscosidad (mPa·s) a 6 rpm se midieron a 25 °C y se calculó la relación de esto (viscosidad a 6 rpm/viscosidad a 60 rpm). Cuanto mayor sea el valor de la relación (valor Tl), mayor será la tixotropía.

15 Propiedades contra la sedimentación: se diluyó la tinta con agua destilada de modo que la viscosidad a 60 rpm medida usando un viscosímetro tipo B a 25 °C fuera de 70 mPa·s y esta tinta diluida se transfirió a dos botellas de vidrio de 100 ml. A partir de allí, estas se dejaron solas en una cámara con temperatura regulada a 25 °C y 50 °C durante siete días y se midió el porcentaje del volumen de Iridin que se sedimentó al volumen de toda la cantidad de tinta.

Los resultados de prueba se muestran en la Tabla 11. Se entiende que cuando el agente contra la sedimentación acuoso de la invención se agrega a la tinta acuosa, se ejerce un efecto excelente en la prevención de la sedimentación

ES 2 567 732 T3

del pigmento, en particular a 50 °C.

[Tabla 10] Tabla 10 Formulación de tinta acuosa

Nombre del material bruto	Peso (partes)	Nombre de la empresa del material bruto
Joncryl 7100	215,6	BASF Japan
Agua destilada	23,9	
Iriodin 504 Rojo	10,4	Merck Japan

[Tabla 11] Tabla 11 Resultados de prueba con tinta acuosa

Nombre de muestra		Antes de la dilución		Propiedades contra la sedimentación (%)		
		60 rpm viscosidad (mPa.s)	Valor TI	25 °C x 7 días	50 °C x 7 días	
Blanco		92	1,39	4,8	11,4	
Ejemplo de combinación 2	Agente contra la sedimentación	9	123	3,52	90,9	84,1
		10	141	2,48	86,4	43,2
		11	241	2,89	95,5	86,4
		12	153	2,96	88,6	45,5
		13	142	3,18	97,7	68,2
		14	99	1,89	93,2	84,1
		15	235	3,26	79,5	50,0
		16	319	3,80	93,2	56,8
Ejemplo comparativo de combinación	Agente contra la sedimentación	H1	105	1,85	65,9	34,1
		H2	60	1,34	11,6	15,9
		H3	170	1,90	77,3	40,9
		H6	73	1,58	22,7	20,5

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso obtenido por la neutralización, con una base, de una mezcla que comprende [A] una poliamida obtenida por la reacción de una diamina con 2 a 34 átomos de carbono y una cantidad excesiva con respecto a la diamina de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono o una mezcla de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono y un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono, [B] una cera de amida obtenida por la reacción de un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono y una diamina con 2 a 12 átomos de carbono y/o una monoamina con 2 a 22 átomos de carbono y/o [C] aceite de ricino hidrogenado, luego, dispersar el producto neutralizado obtenido en un medio compuesto principalmente por agua y, opcionalmente, termotrear la dispersión obtenida.
- 10 2. Un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso según la Reivindicación 1, en donde una relación de peso de [A] la poliamida a [B] la cera de amida y/o [C] el aceite de ricino hidrogenado está en el intervalo de 95:5 a 40:60.
3. Un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso según la Reivindicación 1, en donde un valor ácido de [A] la poliamida está en el intervalo de 30 a 140.
- 15 4. Un proceso para producir un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso que comprende: mezclar [A] una poliamida obtenida por la reacción de una diamina con 2 a 34 átomos de carbono y una cantidad excesiva con respecto a la diamina de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono o una mezcla de un ácido dicarboxílico con 4 a 36 átomos de carbono y un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono, [B] una cera de amida obtenida por la reacción de un ácido monocarboxílico con 2 a 22 átomos de carbono y una diamina con 2 a 12 átomos de carbono y/o una monoamina con 2 a 22 átomos de carbono y/o [C] aceite de ricino hidrogenado; neutralizar la mezcla obtenida con una base; luego dispersar el producto neutralizado obtenido en un medio compuesto principalmente por agua y, opcionalmente, termotrear la dispersión obtenida.
- 20 5. Un proceso para producir un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso según la Reivindicación 4, en donde [A] la poliamida, [B] la cera de amida y/o [C] el aceite de ricino hidrogenado se mezclan con una relación en peso en el intervalo de 95:5 a 40:60.
- 25 6. Un proceso para producir un agente contra la sedimentación de pigmento acuoso según la Reivindicación 4, en donde un valor ácido de [A] la poliamida está en el intervalo de 30 a 140.