

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 599 173**

51 Int. Cl.:

C09D 7/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.03.2012 PCT/EP2012/055230**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.10.2012 WO12130763**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.03.2012 E 12710280 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.07.2016 EP 2688964**

54 Título: **Composición de revestimiento con base alquídica**

30 Prioridad:

**25.03.2011 EP 11159859
25.03.2011 US 201161467578 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.01.2017

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**GREENWOOD, PETER HARRY JOHAN y
LAGNEMO, HANS**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 599 173 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

Composición de revestimiento con base alquídica

5 La presente invención se refiere a una composición de revestimiento, por ejemplo, una dispersión o emulsión y a un procedimiento de preparación de tal composición. La invención también se refiere al uso de la composición de revestimiento, por ejemplo, para la formación de películas de pintura sobre sustratos.

Antecedentes de la invención

10 Es comúnmente conocido en la técnica el uso de secantes en dispersiones de revestimiento tales como dispersiones de pintura. Típicamente, tales secantes contienen jabones metálicos (secantes metálicos). Los jabones metálicos pueden contener, por ejemplo, cobalto, plomo, vanadio o manganeso pero también están disponibles en la técnica jabones con otros metales. Un jabón metálico previamente preferido era jabón de cobalto debido a su excelente comportamiento con respecto al tiempo de secado. Tales secantes también contribuyen a una reducida pegajosidad. Además, tales secantes se disuelven en disolventes adecuados, normalmente en compuestos hidrocarbonados alifáticos que introducen hasta un 1 % en peso de compuestos orgánicos volátiles a una dispersión o emulsión de revestimiento. Tales secantes, sin embargo, son peligrosos para la salud humana y pueden incluso ser cancerígenos.

15 La cantidad del secante usado en sistemas con base acuosa se usa con frecuencia en concentraciones mayores que en los sistemas con base disolvente para compensar las pérdidas de secantes primarios (o secantes activos) tales como secantes a base de cobalto, vanadio y manganeso.

20 Aunque la porción de sólidos de una dispersión de revestimiento se adhiere al sustrato revestido, el componente disolvente si es de base disolvente se evapora y produce problemas medioambientales. Los materiales disolventes son en su mayoría compuestos orgánicos volátiles (VOC) que contribuyen a la creación de ozono (esmog) en la troposfera y son tóxicos para la salud humana. Algunos disolventes pueden clasificarse también como contaminantes peligrosos del aire (HAP).

25 Los compuestos alquídicos son conocidos por usarse en revestimientos, en particular en pinturas. Tales pinturas pueden aplicarse por medio de formulaciones con base disolvente y base acuosa. Sin embargo, las pinturas con base acuosa pueden adolecer de desventajas tales como baja velocidad de secado, incompatibilidad con el secante, secado total, defectos de superficie, baja dureza, etc.

30 La presente memoria pretende proporcionar una composición de revestimiento medioambientalmente adaptada que reduce considerablemente el contenido de secante metálico (secante activo) en la misma, o incluso elimina totalmente su presencia con el fin de minimizar la evaporación de compuestos orgánicos volátiles a medida que una composición de revestimiento se seca sobre un sustrato y en el revestimiento formado quedan metales peligrosos, en particular cobalto. Otro objetivo de la invención es proporcionar un menor amarilleamiento de los revestimientos.

35 La invención también pretende proporcionar una composición que mejore la permeabilidad al vapor de la película formada a partir de, por ejemplo, una dispersión de revestimiento. Otro objetivo es reducir el tiempo de secado posterior a la aplicación de dicha composición de revestimiento a un sustrato. Otro objetivo es proporcionar un tiempo reducido en estado no pegajoso. Otro objetivo de la invención es proporcionar una resistencia a la acumulación de suciedad a la película formada a partir de la composición de revestimiento. Otro objetivo de la invención es proporcionar la resistencia de bloque de la composición. Otro objetivo es proporcionar una dureza aceptable de la composición. Un objetivo importante de la presente memoria es proporcionar una composición de revestimiento estable que no sea propensa a la gelificación o precipitación. Así, es un requerimiento que la composición de revestimiento pueda ser almacenada durante un determinado período de tiempo, por ejemplo, al menos un año o al menos dos años sin efectos perjudiciales causados por separación o gelificación. De acuerdo con una realización, otro objetivo más es proporcionar un sistema medioambientalmente adaptado que tiene base acuosa. De acuerdo con otra realización más, la invención también pretende proporcionar una composición que tiene un poder cubriente mejorado.

45 La presente memoria pretende solucionar los problemas citados anteriormente.

La invención

La presente memoria se refiere a una composición de revestimiento que comprende

50 a) partículas de sílice coloidal silanizada con un diámetro medio de partículas que varía de 2 a 150 nm y una relación en peso de silano a sílice que varía de 0,05 a 0,4

b) un aglutinante que contiene alquídico

c) un fluido vehículo seleccionado de agua y/o un disolvente orgánico,

donde el contenido en cobalto de un secante con base cobalto en la composición es menor de 200 ppm basado en

el peso del aglutinante que contiene alquídico o el peso total del aglutinante.

5 El fluido vehículo es agua y/o un disolvente orgánico, preferiblemente agua. La composición de revestimiento puede así ser de base acuosa, base disolvente, una solución o una mezcla de estas. De acuerdo con una realización, el fluido vehículo está presente en la composición, que preferiblemente es una dispersión acuosa, por ejemplo, antes de que su secado se inicie, en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 80, por ejemplo, de aproximadamente 30 a aproximadamente 70, o de aproximadamente 40 a aproximadamente 60 % en peso.

10 De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento es una dispersión de revestimiento. En la presente solicitud cuando aquí se hace referencia a una "composición de revestimiento", están comprendidas tanto dispersiones de revestimiento, emulsiones de revestimiento y soluciones de revestimiento. Por razones de simplicidad, las realizaciones en la presente memoria se describen como dispersiones pero pueden ser aplicables también a cualquier otra composición, tal como emulsiones o soluciones.

15 Preferiblemente, la composición de revestimiento es estable. El término "estable" significa que la composición está presente en una dispersión acuosa que comprende componentes a)-c) donde no se produce gelificación o precipitación durante el almacenamiento a una temperatura de 15 a 30 °C durante dos meses, preferiblemente durante cuatro meses o, lo más preferiblemente durante seis meses.

20 De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento está esencialmente exenta de secantes activos. "Secantes activos" significa secantes que promueven la captación de oxígeno, formación de peróxido y descomposición de peróxido a temperaturas ambiente, es decir, a una temperatura de 0 a 40 °C. Preferiblemente, la composición de revestimiento está exenta de secantes activos basados en cobalto, manganeso, hierro, cerio, vanadio y/o plomo. De acuerdo con una realización, el contenido en metal del secante activo está presente en la composición en una cantidad menor de 200, por ejemplo, menor de 20 o menor de 2 ppm o 0 ppm basada en el peso del aglutinante que contiene alquídico o el peso total de aglutinante. De acuerdo con una realización, el secante activo, basado en cobalto, manganeso, hierro, cerio, vanadio y/o plomo, está presente en la composición de revestimiento en una cantidad menor de 100, por ejemplo, menor de 10 o menor de 1 ppm o 0 ppm basada en el peso del aglutinante que contiene alquídico o el peso total de aglutinante.

De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento es una dispersión de pintura, esmalte, laca o barniz. Preferiblemente, la composición es una dispersión o emulsión acuosa. De acuerdo con una realización, no hay presente secante activo en la composición de revestimiento.

30 De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento comprende un secante auxiliar. Un secante auxiliar no es activo a temperaturas ambiente, es decir, a una temperatura que varía de 0 a 40 °C pero puede ser capaz de potenciar la actividad de secantes activos. De acuerdo con una realización, los secantes auxiliares están basados en metales seleccionados de bario, circonio, calcio, bismuto, cinc, potasio, estroncio y/o litio, preferiblemente, circonio.

35 De acuerdo con una realización, el contenido de metal del secante auxiliar está presente en la composición en una cantidad menor de 1 %, por ejemplo, menor de 0,5 % o menor de 3000 ppm o 0,25 a 0 ppm basada en el peso del aglutinante que contiene alquídico o el peso total de aglutinante. De acuerdo con una realización, el secante auxiliar basado en bario, circonio, calcio, bismuto, cinc, potasio, estroncio y/o litio está presente en la composición de revestimiento en una cantidad menor de 10 %, por ejemplo, menor de 5 % o menor de 3 % o 0,25 o 0 ppm basada en el peso del aglutinante que contiene alquídico o el peso total de aglutinante. De acuerdo con una realización, la composición comprende además de aglutinante que contiene alquídico opcionalmente cualquier otro aglutinante. De acuerdo con una realización, la proporción en peso de aglutinante que contiene alquídico a otro aglutinante varía de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 100:1, por ejemplo, de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 100:1, tal como 10:1 a aproximadamente 100:1, o 50:1 a aproximadamente 100:1.

45 De acuerdo con una realización, el aglutinante que contiene alquídico está presente en la composición en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 90 % en peso, por ejemplo, de aproximadamente 70 a aproximadamente 90 % en peso, o por ejemplo de aproximadamente 10 a aproximadamente 30 % en peso basada en el peso libre seco o de fluido vehículo de la composición.

50 De acuerdo con una realización, las partículas de sílice coloidal silanizada están presentes en la composición de revestimiento en una cantidad que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 50, preferiblemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 25, más preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 20, o lo más preferiblemente de aproximadamente 8 a aproximadamente 15 % en peso basada en el peso libre seco o de fluido vehículo de la composición.

55 De acuerdo con una realización, la proporción en peso de partículas de sílice coloidal silanizada a aglutinante que contiene alquídico o cantidad total de aglutinante está en el intervalo de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 2, por ejemplo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1, preferiblemente de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,6, más preferiblemente de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,5. Esta proporción en peso puede estar basada así tanto en el aglutinante que contiene alquídico como en la cantidad total de aglutinante presente en la composición.

De acuerdo con una realización, en la composición pueden estar comprendidos otros aglutinantes que contienen alquídico o aglutinantes con base alquídica, por ejemplo, aglutinantes con base acrilato, o aglutinantes con base epoxi o con base poliuretano, o combinaciones de los mismos. De acuerdo con una realización, el aglutinante con base alquídica está seleccionado de alquídicos con base aceite de resina, con base aceite de linaza o con base aceite de ricino.

De acuerdo con una realización, el fluido vehículo es un componente en la composición de revestimiento antes de usar la composición de revestimiento, por ejemplo, antes de la aplicación de la misma sobre un sustrato, pero se elimina, por ejemplo, evapora después de dejar que el material sólido se inmovilice y forme un revestimiento, por ejemplo, una película protectora.

De acuerdo con una realización, los alquídicos incluyen revestimientos alquídicos con base acuosa y/o con base disolvente, tales como pinturas alquídicas con base acuosa y/o con base disolvente. De acuerdo con una realización, tales composiciones pueden secarse de forma oxidativa. De acuerdo con una realización, los revestimientos alquídicos pueden ser emulsiones alquídicas o resinas alquídicas dispersadas de forma coloidal. De acuerdo con una realización, se usan alquídicos con base acuosa. De acuerdo con una realización, los alquídicos son modificados, no modificados o una mezcla de los mismos. Los alquídicos pueden prepararse mediante polimerización por condensación de, por ejemplo, polioles, ácidos polibásicos y/o ácidos grasos o aceites de triglicéridos.

De acuerdo con una realización, un alquídico es un poliéster modificado mediante la adición de ácidos grasos y otros componentes. Estos están divididos en polioles y un ácido dicarboxílico o anhídrido de ácido carboxílico. Existen dos tipos de resinas alquídicas, resinas alquídicas secantes (incluyendo las semisecantes) y no secantes. Ambos tipos se producen típicamente a partir de ácidos o anhídridos dicarboxílicos, tales como anhídrido ftálico o anhídrido maleico, y polioles, tales como trimetilolpropano, glicerol o pentaeritritol.

Las resinas secantes, triglicéridos derivados de ácidos grasos poliinsaturados se derivan con frecuencia de aceites de plantas y vegetales, por ejemplo, aceite de linaza. Estos alquídicos secantes se curan al aire. La velocidad de secado y la naturaleza de los revestimientos depende de la cantidad y tipo del aceite secante empleado (más aceite poliinsaturado significa reacción más rápida al aire) y el uso de sales metálicas, los denominados agentes secantes oleosos. Estos complejos metálicos catalizan la reticulación de sitios insaturados.

De acuerdo con una realización, los revestimientos alquídicos se producen en dos procedimientos: el procedimiento de ácidos grasos y la alcoholisis o procedimiento de monoglicéridos. Los alquídicos de mayor calidad se producen en el procedimiento de ácidos grasos en el que la composición de la resina resultante puede controlarse de forma más precisa. En este procedimiento se combinan un anhídrido de ácido, un poliol y un ácido graso insaturado y se calientan juntos hasta que el producto ha alcanzado un nivel de viscosidad predeterminado. Por ejemplo, los pentaalquídicos se preparan de este modo. Las resinas alquídicas más económicas se producen por el procedimiento de alcoholisis o de glicéridos en el que el control de calidad del producto final no es primordial. En este procedimiento se combinan aceite vegetal en bruto, rico en componente insaturado con otro poliol y se calienta para provocar la transesterificación de los triglicéridos en una mezcla de aceites de mono- y diglicéridos. A esta mezcla resultante se añade anhídrido de ácido para hacer aumentar el peso molecular de la resina en aproximadamente el mismo producto que en procedimiento de ácido grasos. Sin embargo, el procedimiento de alcoholisis produce una estructura orientada más al azar. Para eliminar el agua producida como subproducto y aumentar la velocidad de reacción, se añadió más anhídrido ftálico. El agua se elimina así con el ácido sin reaccionar calentando la masa en bruto hasta una temperatura necesaria para conseguir esto. Además, puede añadirse xileno para producir un azeótropo con el agua dando lugar a un mayor control a una menor temperatura produciendo resinas a una menor viscosidad que son útiles en la preparación de pinturas con alto contenido en sólidos (conocidas como procedimiento AZO). En ambos casos el producto resultante es una resina de poliéster a la que están unidos grupos aceite secantes pendientes.

Los revestimientos alquídicos pueden clasificarse en tres clases: largos, medios y cortos. Estos términos representan la fracción relativa del componente aceite secante en la resina. Los alquídicos de aceite largo tienen un elevado porcentaje de contenido de aceite secante y por lo general se comercializan como revestimientos de rendimiento medio para el mercado de consumo. Los alquídicos de aceites medios tienen menos aceite secante y tienen un mayor porcentaje de estructura principal de poliéster de alto peso molecular. Estos secan más lentamente y se emplean como revestimientos de alto brillo y acabado para madera. En la parte inferior están los alquídicos de aceites cortos en los que el porcentaje de aceite secante es muy bajo en relación con el polímero de poliéster base o cadena de la estructura principal. Estos revestimientos no se secan al aire o se endurecen a no ser que se calienten. Los alquídicos de aceite corto se emplean como esmaltes para secado al horno para productos metálicos acabados, en combinación con resinas de amino/formaldehído. Los alquídicos también se modifican con resina fenólica, estireno, vinil tolueno, monómeros acrílicos (para hacer que se sequen más rápidamente) y poliuretanos. Los últimos alquídicos son resinas A/D de aceite corto en las que la longitud del aceite se acorta mediante interrupción de cadena con ácido benzoico y ahora ácido para-terc-butil benzoico (Alkydal M 48). Los alquídicos para uso decorativo tienen un secado en aceite adicional para alargarlos y hacerlos más duraderos. Las resinas de aceite corto usadas en esmaltes para horno se preparan a partir de aceites saturados o ácidos grasos no secantes. Estos tienen normalmente índices de hidroxilo y ácido mucho mayores para poder reaccionar con los grupos hidroxilo de las

resinas de amino. Estas mezclas se estabilizan normalmente con aminas para evitar la gelificación durante el almacenamiento.

Fuentes típicas de aceites secantes para revestimientos alquídicos son aceite de linaza, aceite de tung, aceite de girasol, aceite de cártamo, aceite de nogal, aceite de soja, aceite de pescado, aceite de maíz, D.C.O (preparado deshidratando aceite de ricino, que crea un aceite/aceite graso conjugado semisecante) y aceite de resina (aceite resinoso subproducto de la fabricación de pasta y papel). Resinas no secantes/plastificantes se preparan a partir de aceites de ricino, palma, coco y Cardura (una grasa sintética, ácido Versático de Shell). Alquídicos adecuados se describen con más detalle, por ejemplo, en Alkyd Resins, páginas 1-18, Jones, N. Frank, Coatings Research Institute, Eastern Michigan University, Ypsilanti, MI 48197, USA, 2005, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, Weinheim 10,1002/14356007.a01_409.

De acuerdo con una realización, las partículas de sílice coloidal silanizada pueden modificarse adicionalmente y pueden contener otros elementos tales como aluminio y/o boro, que pueden estar presentes en las partículas y/o la fase continua. Soles de sílice modificada con boro se describen, por ejemplo, en el documento US 2.630.410. El procedimiento de preparación de un sol de sílice modificada con aluminio, por ejemplo, en "The Chemistry of Silica", de Iler, K. Ralph, páginas 407-409, John Wiley & Sons (1979) y en el documento US 5 368 833.

Las partículas de sílice coloidal silanizada pueden tener un área de la superficie específica de aproximadamente 20 a aproximadamente 1500, específicamente de aproximadamente 50 a aproximadamente 900, y más específicamente de aproximadamente 70 a aproximadamente 600, o de aproximadamente 120 a aproximadamente 600, o de aproximadamente 200 a aproximadamente 400, o de aproximadamente 220 a aproximadamente 360 m²/g medida por el procedimiento BET.

Las partículas de sílice coloidal silanizada, por ejemplo, como las descritas en el documento EP 2087045 tienen un diámetro medio de partículas que varía de 2 a 150 nm, por ejemplo, de aproximadamente 3 a aproximadamente 60 tal como de aproximadamente 5 a aproximadamente 40 o de aproximadamente 5 a aproximadamente 25 nm, o de aproximadamente 6 a aproximadamente 12, o de aproximadamente 7 a aproximadamente 10 nm.

Las partículas de sílice coloidal pueden tener una distribución de tamaño de partículas estrecha, es decir, una desviación típica relativa baja del tamaño de partículas. La desviación típica relativa de la distribución del tamaño de partículas es la proporción entre la desviación típica de la distribución del tamaño de partículas y el tamaño medio de partículas en número. La desviación típica relativa de la distribución del tamaño de partículas puede ser menor de aproximadamente 60 % en número, específicamente menor de aproximadamente 30 % en número, y más específicamente menor de aproximadamente 15 % en número.

Las partículas de sílice coloidal están dispersadas en un medio acuoso, específicamente en presencia de cationes estabilizadores tales como K⁺, Na⁺, Li⁺, NH₄⁺, cationes orgánicos, aminas primarias, secundarias, terciarias y cuaternarias, o mezclas de los mismos de forma que se forme un sol de sílice acuoso. Las partículas de sílice coloidal como tal usadas en la presente invención no gelifican y permanecen en forma coloidalmente dispersada durante al menos 2 meses, preferiblemente al menos 4 meses y lo más preferiblemente al menos 6 meses. No obstante, también pueden usarse dispersiones que comprenden medios orgánicos, por ejemplo, acetona, específicamente en una cantidad de aproximadamente 1 a aproximadamente 20, específicamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 10, y más específicamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 5 por ciento en volumen del volumen de medio total. Sin embargo, en una realización específica se usan soles de sílice acuosa sin ningún medio adicional. Las partículas de sílice coloidal pueden estar cargadas negativamente. El contenido en sílice en el sol de sílice puede ser de aproximadamente 10 a aproximadamente 80, específicamente de aproximadamente 20 a aproximadamente 70, y más específicamente de aproximadamente 30 a aproximadamente 60 % en peso. A mayor contenido en sílice, más concentrada es la dispersión de sílice coloidal silanizada resultante. El pH del sol de sílice puede ser de aproximadamente 1 a aproximadamente 13, específicamente de aproximadamente 6 a aproximadamente 12, y más específicamente de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 11. Sin embargo, para soles de sílice modificada con aluminio, el pH puede ser de aproximadamente 1 a aproximadamente 12, específicamente de aproximadamente 3,5 a aproximadamente 11. De acuerdo con una realización, las partículas de sílice coloidal están dispersadas en un medio orgánico, por ejemplo, como se describe en el documento EP2010/066551.

El sol de sílice puede tener un índice de S de aproximadamente 20 a aproximadamente 100, específicamente de aproximadamente 30 a aproximadamente 90, y más específicamente de aproximadamente 60 a aproximadamente 90.

Se ha encontrado que dispersiones con un índice de S en estos intervalos pueden mejorar la estabilidad de la dispersión resultante. El índice de S caracteriza el grado de agregación de las partículas de sílice coloidal, es decir, el grado de formación del agregado o microgel. El índice de S se ha medido y calculado de acuerdo con las fórmulas dadas en J. Phys. Chem. 60(1956), 955-957 por Iler, R.K. & Dalton, R.L.

El índice de S depende del contenido en sílice, la viscosidad y la densidad de las partículas de sílice coloidal. Un índice de S alto indica bajo contenido en microgel. El índice de S representa la cantidad de SiO₂ en porcentaje en

peso presente en la fase dispersada de, por ejemplo, un sol de sílice. El grado de microgel puede controlarse durante el procedimiento de producción como se describe con más detalle, por ejemplo, en el documento US 5.368.833.

5 Las partículas de sílice coloidal, también denominadas como soles de sílice en el presente documento, pueden producirse a partir de diferentes materias primas, por ejemplo, a partir de sílice precipitada, microsílíce (humo de sílice), sílice de pirólisis (sílice pirolítica) o geles de sílice con suficiente pureza y mezclas de las mismas después de su procesado convencional; estas pueden silanizarse por medio del procedimiento descrito en el documento WO2004/035474. El sol de sílice puede obtenerse también, típicamente, a partir de silicato de sodio como se describe, por ejemplo, en el documento US 5.368.833, que puede obtenerse a partir de arena, bicarbonato de sodio u otras materias primas. También puede usarse TEOS (ortosilicato de tetraetilo) como fuente para la producción de sol de sílice.

10 Las partículas de sílice coloidal pueden modificarse con cualquier compuesto de silano adecuado. Por ejemplo, tris-(trimetoxi)silano, octil trietoxisilano, metil trietoxisilano, metil trimetoxisilano; bis-(3-[trietoxisilil]propil)polisulfuro, beta-(3,4-epoxiciclohexil)-etil trimetoxisilano, gamma-metacriloxipropil trimetoxisilano, gamma-metacriloxipropil triisopropoxisilano, gamma-metacriloxipropil trietoxisilano, octiltrimetiloxi silano, etiltrimetoxi silano, propiltriethoxi silano, feniltrimetoxi silano, ciclohexiltrimetoxi silano, ciclohexiltriethoxi silano, dimetildimetioxi silano, 3-cloropropiltriethoxi silano, 3-metacriloxipropiltriethoxi silano, i-butiltriethoxi silano, trimetiletoxi silano, fenildimetiletoxi silano; silanos que contienen un grupo epoxi (epoxi silano), preferiblemente glicidoxi y/o un grupo glicidoxipropilo tal como gamma-glicidoxipropil trimetoxisilano, gamma-glicidoxipropil metildietoxisilano, (3-glicidoxipropil)triethoxi silano, (3-glicidoxipropil)hexiltrimetoxi silano, beta-(3,4-epoxiciclohexil)-etiltriethoxisilano; silanos que contienen un grupo vinilo tal como vinil trietoxisilano, vinil trimetoxisilano, vinil tris-(2-metoxietoxi)silano, vinil metildimetoxisilano, vinil triisopropoxisilano; hexametildisiloxano, cloruro de trimetilsililo, viniltriethoxi silano, hexametildisilazano, y mezclas de los mismos. De acuerdo con una realización, pueden usarse compuestos de silano con funcionalidad mercapto, por ejemplo, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, 3-mercaptopropiltriethoxi silano, HS(CH₂)₃, Si(OCH₃)₃, mercaptosilano que posee al menos un grupo hidroxialcoxisililo y/o un grupo dialcoxisililo cíclico, gamma-mercaptopropil trimetoxisilano, gamma-mercaptopropil trietoxisilano.

15 De acuerdo con una realización, pueden usarse grupos silano con funcionalidad amido, por ejemplo, grupos (met)acril amida; con funcionalidad ureido, con funcionalidad amino, con funcionalidad éster y/o con funcionalidad isocianato tales como tris-[3-(trimetoxisilil)propil]isocianurato. Silanos con funcionalidad ureido adecuados incluyen beta-ureidoetil-trimetoxisilano, beta-ureidoetil-trietoxisilano, gamma-ureidoetiltrimetoxisilano, y/o gamma-ureidopropil-trietoxisilano. Compuestos de silano con funcionalidad ureido pueden tener la estructura B_(4-n)-Si-(A-N(H)-C(O)-NH₂)_n, donde A es un grupo alquileo que contiene de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, B es un grupo hidroxilo o alcoxi que contiene de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, y n es un número entero de 1 a 3 con la condición de que si n es 1 o 2, cada B puede ser igual o distinto.

20 Preferiblemente, se usa un silano que contiene grupo epoxi, lo más preferiblemente glicidoxi y/o un grupo glicidoxipropilo tal como gamma-glicidoxipropil trimetoxisilano, gamma-glicidoxipropil metildietoxisilano, (3-glicidoxipropil)triethoxisilano.

25 De acuerdo con una realización, silano con funcionalidad amino puede ser, por ejemplo, aminometiltriethoxisilano, N-(beta-aminoetil)aminometiltrimetoxisilano, aminometilmetil dietoxisilano, N-(beta-aminoetil)metiltriethoxisilano, gamma-aminopropiltriethoxisilano, gamma-aminopropilmetildietoxisilano, gamma-aminoisobutiltriethoxisilano, N-(beta-aminoetil)-gamma-aminopropiltrimetoxisilano y N-(beta-aminoetil)-gamma-aminopropilmetildietoxisilano. Otros ejemplos de las funcionalidades silano anteriores que pueden usarse incluyen los citados en los documentos US 5.928.790 y US 4.927.749, incorporados como referencia en la presente memoria.

30 De acuerdo con una realización, el compuesto de silano es monomérico. De acuerdo con una realización, el compuesto de silano es oligomérico.

35 Con el fin de preparar las partículas de sílice coloidal silanizadas, pueden mezclarse en continuo compuestos de silano y partículas de sílice coloidal, por ejemplo, en una fase acuosa, por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 20 a aproximadamente 95, tal como de aproximadamente 50 a aproximadamente 75, o de aproximadamente 60 a aproximadamente 70 °C. El silano se añade, por ejemplo, lentamente a las partículas de sílice bajo agitación vigorosa a una temperatura por encima de aproximadamente 60 °C y a una velocidad controlada, que es adecuadamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 100, tal como de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 5, o de aproximadamente 1 a aproximadamente 2 moléculas de silano por nm² de área de la superficie de sílice coloidal (en las partículas de sílice coloidal) y hora. La adición de silano puede continuar durante cualquier tiempo adecuado dependiendo de la velocidad de adición, cantidad de silano a añadir y grado de silanización deseado. Sin embargo, la adición de silano puede continuar hasta aproximadamente 5 horas, o hasta aproximadamente 2 horas hasta que se ha añadido una cantidad adecuada de compuestos de silano. De acuerdo con una realización, se añaden de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 6, tal como de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 3, o de aproximadamente 1 a aproximadamente 2 moléculas de silano por nm² de área de la superficie de las partículas de sílice coloidal. La adición continua de silano a las partículas coloidales puede ser particularmente importante cuando

se preparan dispersiones de sílice silanizada muy concentradas que tienen un contenido en sílice de hasta aproximadamente 80 % en peso.

De acuerdo con una realización, puede diluirse el silano antes de mezclarlo con las partículas de sílice coloidal, por ejemplo, con agua para formar una premezcla de silano y agua, adecuadamente en una proporción en peso de aproximadamente 1:8 a aproximadamente 8:1, de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 1:3, o de aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 1:1,5. La solución de silano-agua resultante es sustancialmente transparente y estable y fácil de mezclar con las partículas de sílice coloidal.

La proporción en peso de silano a sílice en la dispersión puede variar de 0,05 a 0,4, y más específicamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,5, o de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,4 o de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,3.

Otras realizaciones adecuadas de silano, sílice coloidal y preparación de sílice silanizada se describen en el documento EP 1554221 B1. Preferiblemente, las partículas de sílice coloidal silanizada pueden permanecer dispersadas de forma estable, es decir, permanecer dispersadas coloidalmente sin gelificar o precipitar en un almacenamiento normal a una temperatura de 15 a 35 °C durante un período de al menos 2 meses, preferiblemente al menos 4 meses, y lo más preferiblemente durante al menos 6 meses. Preferiblemente, la composición de acuerdo con la invención reivindicada también puede permanecer estable, es decir, sin gelificar o precipitar en un almacenamiento normal a una temperatura de 15 a 35 °C durante un período de al menos 2 meses, preferiblemente al menos 4 meses, y lo más preferiblemente durante al menos 6 meses, o lo más preferiblemente, 1 año.

Las composiciones de revestimiento pueden variar, con diferentes tipos y cantidades de pigmentos, aglutinantes, aditivos y fluidos vehículo. Las diferencias en las composiciones de revestimiento proporcionan características de película fijadas específicamente para la pieza y su uso final. Con frecuencia, un tipo de revestimiento no puede ser formulado para proporcionar todas las propiedades deseadas. Pueden aplicarse a una superficie varias capas de diferentes materiales de revestimiento para formar una película de revestimiento que proteja totalmente la pieza. La primera capa se denomina típicamente imprimación, o primera mano, y las capas finales se denominan capas finales. Independientemente de la formulación de revestimiento o número de capas aplicadas, pueden ser necesarias una preparación, técnicas de aplicación y procedimientos de curado apropiados para que se consigan las características deseadas del revestimiento.

De acuerdo con una realización, dependiendo del uso del revestimiento, la composición de revestimiento comprende varios aglutinantes, por ejemplo, dos o tres aglutinantes, combinados. De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento comprende partículas de pigmento que son típicamente la parte colorante de la composición de revestimiento, por ejemplo, óxido de titanio. El pigmento puede usarse también para proporcionar protección frente a la corrosión, estabilidad a la radiación ultravioleta (UV) o protección frente a hongos, mohos o bacterias. Otros pueden usarse por su capacidad conductora, textura o apariencia metálica o perléscente. De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento comprende un agente gelificante, por ejemplo, talco o carbonato de calcio que puede usarse para reducir el coste de una pintura obtenible a partir de una dispersión de revestimiento (pintura). De acuerdo con una realización, una carga y/o pigmento está presente en la composición de revestimiento en una cantidad que varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 80, por ejemplo de aproximadamente 20 a aproximadamente 60, o de aproximadamente 30 a aproximadamente 50 % en peso basado en el peso seco o peso exento de fluido vehículo total de la composición.

De acuerdo con una realización, la composición de revestimiento comprende un espesante para regular la viscosidad de la pintura. De acuerdo con una realización, un espesante está presente en la composición de revestimiento en una cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2 % en peso basado en el peso seco o peso exento de fluido vehículo de la composición. De acuerdo con una realización, pueden estar presentes otros aditivos adicionales que normalmente son compuestos químicos de bajo peso molecular en formulaciones de revestimiento que permiten a los revestimientos desempeñar funciones específicas pero no contribuyen a la coloración. Aditivos no pigmentos incluyen estabilizadores para bloquear ataques de radiación ultravioleta o calor, aditivos de curado para acelerar la reacción de reticulación, disolventes comunes para aumentar la viscosidad, o plastificantes para mejorar la uniformidad del revestimiento. De acuerdo con una realización, un estabilizador está presente en la composición en una cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 3 % en peso basado en el peso seco o exento de fluido vehículo total de la composición. De acuerdo con una realización, un agente de curado tal como un inhibidor UV está presente en la composición de revestimiento en una cantidad que varía de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1 % en peso basado en el peso seco o exento de disolvente total de la composición.

La invención se refiere también a un procedimiento de producción de una composición de revestimiento que comprende mezclar

- a) partículas de sílice coloidal silanizada que tienen un diámetro medio de partículas que varía de 2 a 150 nm y una proporción en peso de silano a sílice de 0,05 a 0,4; y
- b) un aglutinante que contiene alquídico; y

c) un fluido vehículo seleccionado de agua y/o un disolvente orgánico,

donde el contenido en metal de un secante de cobalto añadido a la composición es menor de 200 ppm basado en el peso del aglutinante que contiene alquídico o peso total de aglutinante en la composición de revestimiento.

5 Preferiblemente, se mezclan cantidades de los componentes a-c como se define antes en el presente documento de modo que dé lugar a las proporciones deseadas de la composición reivindicada que se define en el presente documento. Específicamente, el contenido en metal del secante con base cobalto u otro secante activo como se define en el presente documento añadido a la composición es menor de 200 ppm, por ejemplo, menor de 20 ppm o menor de 2 ppm basado en el peso de aglutinante que contiene alquídico o peso total de aglutinante de la composición formada. De acuerdo con una realización, no se añade secante activo a la composición de revestimiento. De acuerdo con una realización, se añade a la composición un secante auxiliar como se define en el presente documento, preferiblemente en cantidades que se describen en el presente documento que dan lugar a una cantidad menor de 100, por ejemplo, menor de 10 o menor de 1 ppm basada en el aglutinante que contiene alquídico o el peso total de aglutinante. De acuerdo con una realización, las partículas de sílice coloidal silanizada se añaden a la formulación de revestimiento en una cantidad que varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 50, por ejemplo de aproximadamente 2 a aproximadamente 25, por ejemplo aproximadamente 5 a aproximadamente 20, o de aproximadamente 8 a aproximadamente 15 % en peso basada en el peso seco o exento de fluido vehículo total de la composición. De acuerdo con una realización, las partículas de sílice coloidal silanizada y aglutinante que contiene alquídico o cantidad total de aglutinante se añaden en una proporción en peso de sílice silanizada a aglutinante que varía de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 2. De acuerdo con una realización, las partículas de sílice y el aglutinante que contiene alquídico se mezclan en una dispersión acuosa. De acuerdo con una realización, las partículas de sílice y el aglutinante que contiene alquídico se mezclan a una temperatura que varía de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 °C, por ejemplo de aproximadamente 20 a aproximadamente 35 °C. La invención también se refiere a una composición de revestimiento obtenible por el procedimiento que se define en el presente documento.

25 La invención también se refiere al uso de una composición de revestimiento para revestir un sustrato, por ejemplo, madera, un sustrato plástico, un sustrato cementoso, un sustrato de ladrillo, material cerámico, sustrato metálico, sustrato mineral o similar. Típicamente, la composición de revestimiento se transforma a un revestimiento de superficie de un sustrato secando en condiciones adecuadas, por ejemplo, por simple evaporación del disolvente o secado al aire a temperaturas ambiente o ligeramente elevadas

30 La invención se refiere también al uso de una composición de revestimiento.

Habiéndose descrito así la invención, resultará obvio que la misma puede variar de muchas formas. No se considerará que tales variaciones se apartan de lo esencial y el ámbito de la presente memoria, y tales modificaciones como será obvio para un experto en la técnica pretenden estar incluidas en el ámbito de las reivindicaciones. Aunque los siguientes ejemplos proporcionan detalles más específicos de las reacciones, pueden describirse aquí los siguientes principios generales. Los siguientes ejemplos ilustrarán con más detalle cómo puede llevarse a cabo la invención descrita sin limitar el ámbito de la misma.

Todas las partes y porcentajes se refieren a partes y porcentajes en peso, si no se indica lo contrario.

Ejemplos

40 Se preparó una formulación de los componentes 1-6 mezclando los componentes en las cantidades prescritas para formar una pasta de molienda que se molió durante 20 minutos por medio de un Dispermat® CV equipado con un disco de disolución que giraba a una velocidad radial de 20 m/s. A continuación, se añadieron los componentes 7-11 a la pasta de molienda en las cantidades prescritas bajo agitación suave por medio de un agitador.

Tabla 1 – Formulación de pintura

Productos	Partes en peso
Pasta de molienda	
1. Agua	202,5
2. Coadis BR95	15
3. Coapur XS22	22,5
4. Byk 093	6
5. KRONOS® 2190	300
6. Omyacoat 850OG	195

Adición	
7. Agua	72
8. Aquaflow nhs 350	30
9. Coapur XS22	15
10. Ser Ad FA 179	4,5
11. SYNAQUA 4804	592,5
Total	1458

5 Byk 093 es un agente antiespumante. Coadis BR95 es un dispersante para sistemas de emulsión alquídicos. CoapurXS22 es un espesante de poliuretano. Kronos es un pigmento de dióxido de titanio. Aquaflow™ es un aditivo espesante para aplicaciones de revestimiento decorativas con base acuosa. SER AD FA 179 es un agente antiespumante/mojante. Additol VXW 6206 (secante) es un agente secante que contiene cobalto. SYNAQUA 4804 es una emulsión alquídica de aceite de cadena corta. Omyacoat® 850 OG designa un carbonato de calcio comercializado por la empresa OMYA® que es un dispersante específico para sistemas de emulsión alquídicos. Octa-Soligen Zirconium 10® aqua es un secante para secado exento de cobalto que contiene circonio.

Tabla 2 – Características de la formulación de pintura

Densidad (g/cm ³)	1,34
% en peso de sólidos (%)	56
% en volumen de sólidos (%)	41
PVC (%)	33
VOC (agua incluida) (g/l)	0

10 Los productos de sílice (Bindzil® CC301 y Bindzil® CC401, Bindzil® CC151, Bindzil® CC302) se mezclaron con la formulación de pintura. La Pintura de referencia A se preparó mediante adición de 1,5 % en peso basado en la resina seca de Additol VXW 6206 (un secante para secado que contiene cobalto) a la formulación de la Tabla 1 (Pintura A). Además, se usó una referencia sin Bindzil y secante que contiene cobalto (Pintura B). Además, se preparó la Pintura C (referencia) mediante adición de un agente secante: Octa-Soligen Zirconium 10 aqua (un secante para secado exento de cobalto que contiene circonio), 0,15 % en peso de Zr metal (igual a 1,5 % en peso de producto Octa-Soligen), basado en la resina seca (a la formulación de la Tabla 1 (Pintura C). Además, las demás composiciones de la formulación de pintura se prepararon por adición de productos Bindzil CC según se indica a continuación:

20 Tabla 3: Formulaciones de revestimiento

Pintura A - REF: agente secante de cobalto + formulación de la Tabla 1

Pintura B - REF: contiene la formulación de la Tabla 1 (exenta de cobalto).

Pintura B21 contiene 95 g de pintura B + 5 g de Bindzil CC301

Pintura B22 contiene 90 g de pintura B + 10 g de Bindzil CC301

25 Pintura B23 contiene 85 g de pintura B + 15 g de Bindzil CC301

Pintura B31 contiene 95 g de pintura B + 5 g de Bindzil CC401

Pintura B32 contiene 90 g La Pintura B + 10 g de Bindzil CC401

Pintura B33 contiene 85 g La Pintura B + 15 g de Bindzil CC401

Pintura B1 contiene 90 g de pintura B + 10 g de Bindzil CC151

30 Pintura B4 contiene 90 g de pintura B + 10 g de Bindzil CC302

Pintura C - REF: agente secante de circonio (exento de cobalto) + formulación de la Tabla 1

Pintura C21 contiene 85 g de pintura C + 15 g de Bindzil CC301

Pruebas de acumulación de suciedad (DPU)

Las pruebas de DPU se llevaron a cabo aplicando las pinturas por medio de un pincel en un sustrato de madera de

5 pino en dos capas (24 horas entre aplicaciones de las dos capas. Después de 1 y 2 meses de secado a temperatura ambiente, las superficies de contaminaron con solución con base acuosa con óxido de hierro rojo o solución con base acuosa con negro de carbono como se indica a continuación. La contaminación de aplicó por medio de pulverización. Los sistemas contaminantes se dejaron secar seguidamente 24 horas a temperatura ambiente. Las superficies contaminadas se lavaron con agua. Se usó el sistema de color CIELAB y se determinaron los valores de L, a, b y delta de E en Applications Note, Insight on Color, Vol. 8, 9 de Hunter Associates Laboratory (www.hunterlab.com/appnotes/an07-96a.pdf) y en el Chromameter manual CR-200, páginas, 71-75 www.konicaminolta.com/content/download/4728/34959/CR-200.PDF.

Soluciones de ensuciamiento

10 -Óxido de hierro rojo 1 gramo de pigmento + 200 ml de agua

-Negro de carbono (printex G) 1 gramo de pigmento + 200 ml de agua

Tabla 4 – Contaminación con óxido de hierro rojo – pinturas alquídicas – tiempo de secado 2 meses

	INICIAL antes de contaminación			Lavado de la superficie con agua			delta E
	L	a	b	L	a	b	
Pintura A-REF	94,78	-0,82	2,75	94,37	-0,2	3,04	
	95,03	-0,66	3,11	94,28	0,03	3,3	
	94,97	-0,72	2,65	94,52	-0,13	3,23	
	94,92	-0,74	2,73	94,29	-0,09	3,22	
	94,97	-0,59	2,84	94,21	-0,08	3,37	
Promedio	94,93	-0,71	2,82	94,33	-0,09	3,23	0,95
Pintura B-REF	95,31	-0,54	1,88	90,49	5,01	7,33	
sin Co	95,54	-0,66	2,19	90,3	5,1	7,49	
	95,14	-0,51	1,74	90,91	4,68	7,03	
	95,06	-0,49	1,65	91,2	4,18	7,1	
	95,49	-0,64	1,97	92,27	3,08	5,98	
Promedio	95,31	-0,57	1,89	91,03	4,41	6,99	8,31
B21	95,5	-0,55	1,94	92,14	3,37	5,9	
	95,47	-0,54	1,89	92,79	2,42	5,42	
	95,44	-0,57	1,96	92,84	2,62	5,37	
	95,22	-0,46	1,66	93,31	1,98	4,96	
	95,36	-0,57	1,74	93,56	1,73	4,93	
Promedio	95,40	-0,54	1,84	92,93	2,42	5,32	5,19
B22	95,61	-0,5	1,74	94,14	1,05	3,53	
	95,59	-0,5	1,88	93,17	2,58	4,8	
	95,6	-0,5	1,9	94,44	0,74	3,2	
	95,36	-0,47	1,54	94,61	0,44	2,92	
	95,27	-0,44	1,57	94,25	0,95	3,31	
Promedio	95,49	-0,48	1,73	94,12	1,15	3,55	2,80

ES 2 599 173 T3

	INICIAL antes de contaminación			Lavado de la superficie con agua			delta E
	L	a	b	L	a	b	
B23	95,31	-0,47	1,49	94,72	0,57	2,78	
	95,55	-0,49	1,6	94,35	0,82	3,2	
	95	-0,51	1,08	94,86	0,37	2,86	
	95,26	-0,43	1,46	94,74	0,34	2,75	
	95,07	-0,38	1,32	95	0,19	2,54	
Promedio	95,24	-0,46	1,39	94,73	0,46	2,83	1,78
B31	95,14	-0,49	1,6	92,62	2,6	5,74	
	95,36	-0,56	1,9	93,74	1,15	4,45	
	95,32	-0,54	1,67	93,7	1,28	4,37	
	95,15	-0,45	1,63	93,78	1,12	4,09	
	95,28	-0,57	1,63	93,42	1,36	4,42	
Promedio	95,25	-0,52	1,69	93,45	1,50	4,61	3,99
B32	95,04	-0,31	1,74	93,34	1,69	4,62	
	95,13	-0,42	1,83	93,1	1,66	4,39	
	94,85	-0,41	1,57	94,01	0,76	3,5	
	94,87	-0,29	1,55	94,31	0,32	2,8	
	94,84	-0,29	1,52	94,02	0,92	3,73	
	Promedio	94,95	-0,34	1,64	93,76	1,07	3,81
B33	95,14	-0,32	1,94	94,24	0,55	2,99	
	95,14	-0,38	1,88	94,01	0,77	3,23	
	95,17	-0,33	1,92	94,18	0,69	3,27	
	94,96	-0,33	1,75	94,47	0,33	2,93	
	94,98	-0,37	1,74	94,24	0,32	2,65	
Promedio	95,08	-0,35	1,85	94,23	0,53	3,01	1,69

ES 2 599 173 T3

Tabla 5 - Contaminación con óxido de hierro rojo – pinturas alquídicas – tiempo de secado 1 mes

	INICIAL antes de contaminación			Lavado de la superficie con agua			delta E
	L	a	b	L	a	b	
Pintura C-REF	94,92	-0,44	1,7	90,6	4,58	5,58	
	94,83	-0,41	1,68	90,92	4,13	5,55	
	94,68	-0,39	1,41	91,26	3,8	5,13	
	95,07	-0,54	1,73	90,09	4,83	5,66	
	95,03	-0,41	1,71	90,15	5,03	6,25	
Promedio	94,91	-0,44	1,65	90,60	4,47	5,63	7,65
Pintura C21	94,58	-0,11	1,28	93,58	1,41	2,47	
	94,54	-0,18	0,96	93,49	1,48	2,84	
	94,72	-0,28	0,96	93,42	1,38	2,39	
	94,77	-0,05	1,45	93,72	1,3	2,61	
	94,89	-0,26	1,27	92,93	2,05	3,11	
Promedio	94,70	-0,18	1,18	93,43	1,52	2,68	2,60

Tabla 6 - Contaminación con negro de carbono – pinturas alquídicas – tiempo de secado 2 meses

	INICIAL antes de contaminación			Lavado de la superficie con agua			
	L	A	b	L	a	b	delta E
Pintura A-REF	95,06	-0,68	3,07	88,03	-0,27	3,01	
	95,08	-0,74	3	86,05	-0,1	3,06	
	94,89	-0,8	2,45	87,42	-0,09	3,19	
	94,7	-0,71	2,27	89,74	-0,36	3,16	
	94,98	-0,57	2,85	89,83	-0,54	2,94	
Promedio	94,94	-0,70	2,73	88,21	-0,27	3,07	6,75
Pintura B-REF	95,33	-0,53	1,93	66,1	0,33	1,89	
	95,41	-0,57	2,02	63,2	-0,03	2,2	
	95,24	-0,56	1,9	65,32	-0,1	1,88	
	95,11	-0,46	1,72	64,27	0,39	2,06	
	95,27	-0,52	1,83	64,96	0,37	2,03	
Promedio	95,27	-0,53	1,88	64,77	0,19	2,01	30,51
B21 B	95,5	-0,55	1,94	71,55	-0,1	2,08	
	95,47	-0,54	1,89	69,16	-0,16	2,17	
	95,44	-0,57	1,96	73,68	-0,11	2,05	
	95,22	-0,46	1,66	73,51	-0,03	2,11	
	95,36	-0,57	1,74	72,24	-0,21	2,24	
Promedio	95,40	-0,54	1,84	72,03	-0,12	2,13	23,38

ES 2 599 173 T3

	INICIAL antes de contaminación			Lavado de la superficie con agua			
	L	A	b	L	a	b	delta E
B22	95,61	-0,5	1,74	78,44	-0,27	2	
	95,59	-0,5	1,88	76,25	-0,1	2,16	
	95,6	-0,5	1,9	83,84	-0,52	2,05	
	95,36	-0,47	1,54	79,96	-0,33	2,2	
	95,27	-0,44	1,57	80,35	-0,31	1,93	
Promedio	95,49	-0,48	1,73	79,77	-0,31	2,07	15,72
B23	95,31	-0,47	1,49	85,67	-0,44	1,74	
	95,55	-0,49	1,6	86,87	-0,44	1,7	
	95	-0,51	1,08	89,36	-0,27	1,72	
	95,26	-0,43	1,46	89,04	-0,52	1,63	
	95,07	-0,38	1,32	87,81	-0,31	1,57	
Promedio	95,24	-0,46	1,39	87,75	-0,40	1,67	7,49
B31	95,14	-0,49	1,6	75,8	-0,07	1,78	
	95,36	-0,56	1,9	79,6	-0,2	1,63	
	95,32	-0,54	1,67	79,05	-0,3	1,96	
	95,15	-0,45	1,63	75,16	-0,06	1,75	
	95,28	-0,57	1,63	77,26	-0,46	1,84	
Promedio	95,25	-0,52	1,69	77,37	-0,22	1,79	17,88
B32	95,04	-0,31	1,74	77,73	-0,21	2,25	
	95,13	-0,42	1,83	78,92	-0,35	2,35	
	94,85	-0,41	1,57	78,16	-0,18	2,18	
	94,87	-0,29	1,55	78,59	-0,15	2,05	
	94,84	-0,29	1,52	75,9	-0,31	1,93	
Promedio	94,95	-0,34	1,64	77,86	-0,24	2,15	17,09
B33	95,14	-0,32	1,94	81,2	-0,04	1,79	
	95,14	-0,38	1,88	82,73	-0,21	2,07	
	95,17	-0,33	1,92	82,8	-0,27	2,1	
	94,96	-0,33	1,75	81,99	-0,14	2,35	
	94,98	-0,37	1,74	83,63	-0,01	2,23	
Promedio	95,08	-0,35	1,85	82,47	-0,13	2,11	12,61

Tabla 7 - Contaminación con negro de carbono – pinturas alquídicas – tiempo de secado 1 mes

	INICIAL antes de contaminación			Lavado de la superficie con agua			delta E
	L	A	b	L	a	b	
Pintura C-REF	94,73	-0,33	1,75	76,68	-0,16	1,09	
	95,01	-0,45	1,85	79,68	-0,16	0,98	
	94,86	-0,35	1,78	76,9	0,12	1,38	
	94,8	-0,32	1,59	75,01	-0,48	1,29	
	95,01	-0,4	1,67	78,19	0,12	1,28	
Promedio	94,88	-0,37	1,73	77,29	-0,11	1,20	17,60
Pintura C21	95,17	-0,55	1,17	83,98	-0,34	0,94	
	94,98	-0,36	1,32	84,55	0,07	0,97	
	95,37	-0,39	1,35	84,27	-0,21	0,96	
	95,04	-0,37	1,15	85,54	-0,1	1,05	
	95,13	-0,35	1,23	84,73	-0,16	1,05	
Promedio	95,14	-0,40	1,24	84,61	-0,15	0,99	10,53

5 A partir de los resultados anteriores, en las Tablas 4-7, puede apreciarse claramente que el efecto de amarilleamiento del revestimiento se reduce para las formulaciones de pintura que comprenden Bindzil como se indica por los valores b antes de la contaminación comparados con las pinturas A y B (referencias). Además, puede apreciarse que el valor de b después del lavado de la superficie con agua se mantiene a un nivel más bajo que las pinturas sin Bindzil y secante que indican que también se obtienen valores de b aceptables después de lavar con agua. Además, la acumulación de suciedad, medida como la diferencia de color total, delta E, se reduce drásticamente y, por ello, se mejora la resistencia a la acumulación de suciedad, para las muestras que contienen silíce coloidal silanizada en relación con la formulación B y en algunos casos alcanza el mismo nivel que la formulación A que contiene secante. Esto se cumple para ambos tipos de suciedad; suciedad por óxido de hierro hidrófilo y suciedad por negro de carbono hidrófobo.

Permeabilidad al vapor de agua

15 La permeabilidad al vapor de agua se determinó según la norma ISO 7783-1 (Determination of water vapour transmission rate - part 1: Dish method for free films (Determinación de la velocidad de transmisión de vapor de agua – parte 1: Procedimiento del disco para películas libres). Las pinturas se aplicaron a una lámina de Teflón. El grosor de la película seca fue de aproximadamente 70 µm. Las medidas de permeabilidad se llevaron a cabo en siete discos para cada pintura después de 14 días de secado a temperatura ambiente. El coeficiente de transmisión de vapor de agua y la permeabilidad al vapor de agua se han calculado a partir de la velocidad de cambio en masa del conjunto de disco según la fórmula detallada en la norma ISO y se presentan en la Tabla 8 siguiente.

Tabla 8 – Transmisión de vapor de agua

	Coeficiente de transmisión de vapor de agua (g/m ² ·d)		Permeabilidad al vapor de agua (moles/m·s·Pa)	
	media	dt	media	dt
Pintura A - REF	70,18	2,28	4,50E-08	1,73E-09
Pintura B - REF	121,74	11,78	7,47E-08	7,22E-09
Pintura B21	136,08	7,28	7,71E-08	4,13E-09
Pintura B22	190,83	10,99	1,15E-07	6,87E-09
Pintura B23	214,33	20,64	1,21E-07	9,16E-09

	Coefficiente de transmisión de vapor de agua (g/m ² ·d)		Permeabilidad al vapor de agua (moles/m·s·Pa)	
	media	dt	media	dt
Pintura B31	104,23	5,13	5,66E-08	2,79E-09
Pintura B32	105,7	5,91	6,24E-08	3,49E-09
Pintura B33	103,07	6,69	5,87E-08	4,89E-09
Pintura C - REF	65,41	5,53	3,89E-08	3,92E-09
Pintura C21	120,54	17,10	6,88E-08	9,03E-09
dt: Desviación típica				

Puede apreciarse claramente de todas las muestras que la presente invención supera las muestras que contienen secantes (referencias A y C) con respecto a la transmisión de vapor de agua.

Tiempo de secado

- 5 El tiempo de secado se midió según la norma ASTM 5896. Se aplicó una película de 120 µm (grosor húmedo) sobre vidrio para las determinaciones del tiempo de secado. Se describe un procedimiento de prueba para medir tiempos de secado o curado durante la formación de película de revestimientos orgánicos usando registradores mecánicos. Los registradores mecánicos dan resultados valiosos para pinturas que se secan sin formación de piel en la superficie de la pintura. El tiempo considerado como tiempo de secado es aquel para el cual la aguja del registrador ya no marca la superficie de la película de pintura se refiere al cierre total de las películas. Debe apreciarse que una marca permanente (muy ligera) permanece sobre la superficie de la pintura en todos los casos incluso cuando está presente el agente secante. El registro del tiempo de secado se ha llevado a cabo por triplicado, estos se presentan en la Tabla 9.

- 15 Los siguientes resultados mostraron que el tiempo de secado se mantiene esencialmente incluso en ausencia de un secante metálico. La adición de sílice silanizada en muchos casos redujo el tiempo de secado con respecto a la pintura B y las muestras que contienen Bindzil CC401 tuvieron tiempos de secado casi tan cortos como la formulación que contiene secante, pintura A.

Tabla 9 - Tiempo de secado

	Tiempo de secado (min)			Promedio	Dt
Pintura A - REF	14,1	11,5	19	14,9	3,8
Pintura B - REF	19,2	16,1	23,1	19,5	3,5
Pintura Ba*	25,5	24,8	21,1	23,8	2,4
Pintura BB*	23,4	26,3	24	24,6	1,5
Pintura B21	20,6	17,4	24,3	20,8	3,5
Pintura B22	20,3	18,5	23,8	20,9	2,7
Pintura B23	17,9	16,8	22	18,9	2,7
Pintura B31	14,9	18,3	12,4	15,2	3,0
Pintura B32	17,7	18	13,8	16,5	2,3

ES 2 599 173 T3

	Tiempo de secado (min)			Promedio	Dt
Pintura B33	16,6	17,7	13,5	15,9	2,2
Pintura B1	36	36,3	29,6	34,0	38
Pintura B4	30,4	39	35,7	35,0	4,3
Pintura C -REF	17	15	16	16,0	1,0
Pintura C21	28	25	21	24,7	3,5

*Ba tiene el mismo contenido seco que B21

*BB tiene el mismo contenido seco que B22

Dt: desviación típica

Pruebas de dureza

- 5 La dureza de las formulaciones se probó según la norma EN ISO 1522. Las pinturas se aplicaron sobre acero estañado (150 µm de grosor húmedo). Los resultados siguientes indican la dureza en dureza Persoz (en segundos) después de 1, 7 y 27 días, respectivamente. La dureza Persoz de las diferentes pinturas listadas en la Tabla 10 se ha determinado a 20 °C y 50 % de humedad relativa y cada valor es una media de 5 valores medidos. Puede apreciarse que la dureza se mantiene esencialmente o mejora a la vista de la muestra que contiene secante.

10 Tabla 10 – Durezas Persoz

	1d		7d		27d	
	Promedio	Dt	Promedio	Dt	Promedio	Dt
Pintura A - REF	39	1	58	1	62	2
Pintura B - REF	23	0	46	1	52	1
Pintura B1	22	0	46	1	53	1
Pintura B21	26	1	51	1	58	1
Pintura B22	30	1	62		71	0
Pintura B23	33	1	67	1	77	1
Pintura B31	30	1	53	1	61	1
Pintura B32	33	1	59	1	66	1
Pintura B33	37	1	67	1	75	1
Pintura B4	25	0	50	1	55	0
Pintura C - REF	17	0	21	1	48	1
Pintura C21	21	1	30	1	64	2

Dt: Desviación típica

REIVINDICACIONES

1. Composición de revestimiento que comprende
- a) partículas de sílice coloidal silanizada con un diámetro medio de partículas que varía de 2 a 150 nm y una relación en peso de silano a sílice que varía de 0,05 a 0,4
- 5 b) un aglutinante que contiene alquídico
- c) un fluido vehículo seleccionado de agua y/o un disolvente orgánico,
- donde el contenido en cobalto de un secante con base cobalto en la composición es menor de 200 ppm basado en el peso del aglutinante que contiene alquídico o peso total del aglutinante.
- 10 2. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición contiene cobalto en una cantidad menor de 100 ppm basada en el peso de aglutinante que contiene alquídico o peso total de aglutinante.
3. Composición según la reivindicación 1 o 2, en la que en la composición de revestimiento no está presente secante de cobalto.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que las partículas de sílice coloidal tienen un tamaño que varía de aproximadamente 6 a aproximadamente 12 nm.
- 15 5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que la proporción en peso de partículas de sílice coloidal silanizada a aglutinante que contiene alquídico o cantidad total de aglutinante varía de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 2.
6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la composición es una dispersión acuosa.
- 20 7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que las partículas de sílice coloidal silanizada están presentes en la composición en una cantidad de aproximadamente 2 a aproximadamente 25 % en peso basado en el peso seco o exento de fluido vehículo de la composición.
8. Procedimiento de producción de una composición de revestimiento que comprende mezclar
- 25 a) partículas de sílice coloidal silanizada con un diámetro medio de partículas que varía de 2 a 150 nm y una relación en peso de silano a sílice que varía de 0,05 a 0,4; y
- b) un aglutinante que contiene alquídico; y
- c) un fluido vehículo seleccionado de agua y/o un disolvente orgánico,
- donde el contenido en metal de un secante de cobalto añadido a la composición es menor de 200 ppm basado en el peso del aglutinante que contiene alquídico o peso total del aglutinante en la composición de revestimiento.
- 30 9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que no se añade a la composición de revestimiento secante con base cobalto.
10. Procedimiento según la reivindicación 8 o 9, en el que las partículas de sílice coloidal silanizada y el aglutinante que contiene alquídico o la cantidad total de aglutinante se añaden en una proporción en peso de sílice silanizada a aglutinante que varía de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 2.
- 35 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en el que el aglutinante que contiene alquídico está seleccionado de alquídicos con base epoxi o con base poliuretano.
12. Uso de una composición de revestimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 para revestir un sustrato.
- 40 13. Composición de revestimiento obtenible a partir del procedimiento que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11.