

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 602 189**

51 Int. Cl.:

C09D 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.03.2013 PCT/US2013/032548**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.11.2013 WO13165618**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.03.2013 E 13715066 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.08.2016 EP 2844708**

54 Título: **Agentes coalescentes de éter de glicol de bajo contenido en COV para revestimientos a base de agua**

30 Prioridad:

30.04.2012 US 201261640205 P

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

20.02.2017

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
P.O. Box 1967
Midland, MI 48641-1967, US**

72 Inventor/es:

**EMELIE, BRIGITTE y
LEFFERS, WILHELM, H.**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 602 189 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

Agentes coalescentes de éter de glicol de bajo contenido en COV para revestimientos a base de agua

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

5 Esta solicitud reivindica prioridad de la solicitud provisional con número de serie 61/640.205, presentada el 30 de abril de 2012, la cual se incorpora en su totalidad en la presente memoria como referencia.

Antecedentes de la invención

Esta invención se refiere a composiciones de éter de glicol de bajo contenido en COV adecuadas para usar como agentes coalescentes para dispersiones poliméricas acuosas.

10 Los agentes coalescentes se añaden a composiciones, tales como dispersiones poliméricas acuosas y pinturas al agua o revestimientos que incluyen dispersiones acuosas de polímeros, con el fin de facilitar la formación de una película polimérica continua, o aglutinante, mientras el agua se evapora de la composición. Sin la adición de agentes coalescentes, las dispersiones poliméricas pueden no actuar como aglutinantes eficaces para pigmentos en la pintura y la adhesión a un sustrato puede verse comprometida. Durante mucho años, estos auxiliares de la coalescencia han sido disolventes relativamente volátiles tales como monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-
15 pentanodiol, dipropileno glicol n-butílico éter, y acetato de butil carbitol.

Las emisiones de los compuestos orgánicos volátiles (COV) pueden contribuir a la creación de ozono, un constituyente de la niebla tóxica. En Estados Unidos, las normativas sobre COV establecidas por la Agencia de protección medioambiental (EPA, Environmental Protection Agency) y aplicadas a nivel estatal dictan la concentración máxima de disolventes volátiles en las pinturas, disolventes de limpieza, y otros productos. En Europa, los límites de COV son definidos por la Directiva sobre disolventes para pinturas decorativas 2004/42/EC, y las pinturas para paredes y para paredes de interior, en particular, son reguladas por la Directiva sobre pinturas 2004/42/EC, la cual define un compuesto orgánico volátil como cualquier compuesto orgánico que tiene un punto de ebullición inicial mayor que, o igual a, 250°C medido a una presión estándar de 101,3 kPa y define el contenido máximo de COV en g/litro de pinturas y barnices para aplicaciones de interior y exterior. Con el paso del tiempo, las normativas sobre COV se han hecho cada vez más exigentes y han afectado la elección de agentes coalescentes disponibles.
20
25

Los reguladores han introducido recientemente nuevas normativas para controlar las emisiones de pinturas y productos de construcción colocados en el mercado para aplicaciones de interior. Específicamente, Francia ha publicado recientemente el decreto ley 321/2011 como parte de la iniciativa "Grenelle de l'environnement" y prevé que después de enero de 2012, cualquier pintura nueva colocada en el mercado para paredes de interior y revestimientos de paredes, pinturas y lacas debe etiquetarse con clases de emisión basadas en sus emisiones transcurridos 28 días, tras someterlas a ensayos según los métodos ISO 16000, p. ej. ISO 16000-3, -6 y -9.
30

Muchos agentes coalescentes de bajo contenido en COV actualmente en el comercio que cumplen los requisitos de la norma Europea 2004/42/CE generan cantidades significativas de COV según la nueva norma de emisión francesa, y no cumplen los requisitos de uso final cubiertos por la norma.
35

Sería deseable obtener un agente coalescente que contenga menos de 15% de COV que fuera útil para la preparación de pinturas de interior como se define en el decreto ley francés 2011/321, donde COV se define como todos y cada uno de los componentes volátiles con un punto de ebullición inicial entre 50°C y 286°C, siendo la suma de COV la suma de compuestos que se eluyen entre n-hexano y n-hexadecano según ISO- 16000-6.
40

Compendio de la invención

La invención incluye una composición coalescente que comprende al menos un éter de glicol de la fórmula $R1(O-CH_2-CH(CH_3))_n-OH$, en donde R1 es un grupo alquilo de al menos 3 átomos de carbono, y n tiene un valor medio de 4 a 6, en donde n = 4 para al menos 60% en peso de los éteres de glicol, y no más de 15% en peso de los éteres de glicol tienen un valor n de 3 o inferior.
45

La invención incluye composiciones que comprenden una dispersión polimérica acuosa y los agentes coalescentes con bajo contenido en COV de la invención. La invención proporciona cierto éter de glicol y composiciones de bajo contenido en COV que incluyen éteres de glicol, que son particularmente adecuadas para usar en composiciones que incluyen dispersiones poliméricas acuosas tales como, por ejemplo, revestimientos decorativos y protectores para diversos sustratos.
50

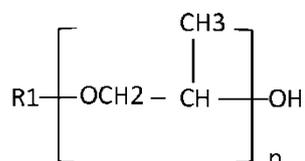
Sorprendentemente, la composición de la invención puede usarse para preparar revestimientos para interior que cumplan los requisitos más estrictos sobre COV del decreto ley francés 2011/321, con fecha de 19 de abril de 2011.

Descripción detallada de la invención

Como se usa en la presente memoria, "un," "una," "el," "la," "al menos uno," y "uno o más" se usan de forma intercambiable. Los términos "comprende," "incluye," y variaciones de los mismos, no tienen un significado limitativo cuando estos términos aparecen en la descripción y reivindicaciones. Así, por ejemplo, una composición acuosa que incluye partículas de "un" polímero hidrófobo, puede interpretarse como que la composición incluye partículas de "uno o más" polímeros hidrófobos.

También en la presente memoria, las enumeraciones de los intervalos numéricos mediante puntos finales incluyen todos los números subsumidos en ese intervalo (p. ej., 1 a 5 incluye 1, 1,5, 2, 2,75, 3, 3,80, 4, 5, etc.). Para los fines de la invención, debe de entenderse, en consistencia con lo que entiende un experto en la técnica, que un intervalo numérico pretende incluir y soportar todos los posibles subintervalos que están incluidos en ese intervalo. Por ejemplo, el intervalo de 1 a 100 pretende representar de 1,01 a 100, de 1 a 99,99, de 1,01 a 99,99, de 40 a 60, de 1 a 55, etc. También en la presente memoria, las enumeraciones de intervalos numéricos y/o valores numéricos, que incluyen dichas enumeraciones en las reivindicaciones, pueden leerse como que incluyen el término "aproximadamente." En tales casos, el término "aproximadamente" se refiere a intervalos numéricos y/o valores numéricos que son sustancialmente iguales a los enumerados en la presente memoria.

Esta invención se refiere particularmente a una composición coalescente de éter de glicol que comprende al menos un éter de glicol de la fórmula $R1(O-CH_2-CH(CH_3))_n-OH$, la cual también puede representarse como se muestra en la en la siguiente fórmula:



en donde R1 es un grupo alquilo de al menos 3 átomos de carbono, y n tiene un valor medio de 4 a 6, en donde n = 4 para al menos 60%, preferiblemente para al menos 70% en peso de los éteres de glicol, y no más de 15% en peso de los éteres de glicol tienen un valor n de 3 o inferior. En una realización de la invención, R1 es un grupo alquilo de 3 a 7 átomos de carbono. Ejemplos de éteres de glicol que pueden estar presentes en la composición coalescente incluyen tripropilen glicol n-butil éter, tetrapropilen glicol n-butil éter, pentapropilen glicol n-butil éter y éteres de glicol de peso molecular superior. En una realización de la invención, R1 de la composición de éter de glicol consiste principalmente en restos de alquilo de 4 a 6 átomos de carbono. En una realización de la invención, R1 es butilo, y en otra realización R1 es n-butilo. En una realización de la invención, n = 4 para al menos 60%, preferiblemente para al menos 70% en peso de los éteres de glicol de la composición. El tetrapropilen glicol n-butil éter es al menos 70% en peso de los éteres de glicol de la composición en una realización de la invención. De manera ventajosa, no más de 15% en peso de los éteres de glicol tienen un valor n de 3 o inferior, preferiblemente no más de 10%.

La composición de éter de glicol de la invención comprende, de manera ventajosa, ciertos agentes coalescentes de éter de glicol que tienen un punto de ebullición mayor que 280°C a 760 mm de Hg (101,324 KPa), preferiblemente mayor que 286°C, más preferiblemente mayor que 290°C. La invención incluye composiciones que comprenden una dispersión polimérica acuosa y los agentes coalescentes con bajo contenido en COV de la invención, y un método para formar un revestimiento. Los éteres de glicol de la invención son típicamente líquidos en el intervalo de temperatura 0-25°C para facilitar su uso como agentes coalescentes.

Los éteres de glicol de la presente invención pueden obtenerse haciendo reaccionar alcoholes con óxido de propileno. Los éteres de glicol preferidos, tal como polipropilen glicol monobutil éter, se preparan haciendo reaccionar n-butanol con óxido de propileno. Puede usarse cualquiera de varios métodos de síntesis conocidos por los expertos en la técnica para preparar los éteres de glicol anteriormente mencionados. Un método implica hacer reaccionar una cantidad estequiométrica de óxido de propileno y n-butanol. Los éteres de glicol obtenidos mediante cualquiera de los métodos anteriormente mencionados pueden purificarse según métodos conocidos por los expertos en la técnica, tales como por destilación, para producir las fracciones deseadas. En una realización de la invención, la destilación se lleva a cabo al vacío, p. ej., mediante destilación por evaporación.

La reacción puede llevarse a cabo de una manera continua o discontinua. Puede usarse un catalizador alcalino para mejorar la reacción. El exceso de butanol, y mono-, di- y tripropilen glicol monobutil éteres puede retirarse y separarse sustancialmente mediante tecnologías de procedimiento conocidas, tal como destilación. Es posible retirar el catalizador de la mezcla de reacción de tal modo que la mezcla de reacción quede sustancialmente libre de catalizador, y en una realización de la invención, el catalizador es retirado de la mezcla de reacción. De manera ventajosa, el tiempo de residencia en el procedimiento de destilación se minimiza a fin de evitar la degradación del producto.

En un aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de revestimiento acuosa que comprende una dispersión polimérica acuosa y de 0,1% a 40% en peso, en base al peso de los sólidos en la dispersión polimérica acuosa, de dicho agente coalescente de éter de glicol descrito anteriormente en la presente memoria.

5 Por "composición coalescente " se entiende, una composición que facilita la formación de película de una dispersión polimérica acuosa, particularmente una composición de revestimiento acuosa que incluye una dispersión de polímero en un medio acuoso tal como, por ejemplo, un polímero preparado mediante técnicas de polimerización en emulsión. Una indicación del grado de facilidad para la formación de película es que la temperatura mínima de formación de película (MFFT, minimum film forming temperature) de la composición que incluye la dispersión polimérica acuosa hasta cierto grado disminuye por la adición del agente coalescente.

10 La composición de revestimiento acuosa de la presente invención incluye una dispersión polimérica acuosa y de 0,1% a 40% en peso, en base al peso de los sólidos de la dispersión polimérica acuosa, del agente coalescente de la presente invención. En una realización puede usarse cuando el MFFT de la dispersión polimérica acuosa es de -5°C a 100°C, de 0,1% a 30% de agente coalescente en peso, en base al peso de los sólidos de la dispersión polimérica acuosa. De forma alternativa, puede usarse cuando el MFFT de la dispersión polimérica acuosa es de -20°C a 30°C, de 0,1% a 5% de agente coalescente en peso, en base al peso de los sólidos de la dispersión polimérica acuosa. Los valores de MFFT de las dispersiones poliméricas acuosas en la presente memoria son los medidos mediante ASTM D 2354 y una barra MFFT de 5 mil. Los valores de MFFT son indicativos de la eficacia de un agente coalescente para una dispersión polimérica acuosa determinada; es deseable lograr la menor MFFT posible con la menor cantidad de agente coalescente. La dispersión polimérica acuosa puede ser una dispersión que comprende un polímero, oligómero, prepolímero, o una combinación de los mismos en un medio acuoso. En algunas realizaciones la dispersión polimérica acuosa puede ser reactiva antes, durante, o después de la formación de la película. Por "un medio acuoso" se entiende en la presente memoria un medio que incluye al menos 50% en peso, en base al peso del medio, de agua. Las dispersiones poliméricas acuosas típicas son dispersiones acuosas de epoxis, uretanos, polioles acrílicos, poliésteres, e híbridos de estas y otras sustancias químicas; y polímeros en emulsión. En una realización de la invención, la composición coalescente de la invención representa no más de 15% en peso, preferiblemente no más de 10% en peso, de los COV de la cantidad total de agente coalescente usado.

20 En algunas realizaciones las dispersiones poliméricas acuosas forman parte de los sistemas reactivos. Por ejemplo, en un sistema 2k, tal como un sistema de dispersión epoxi, el agente coalescente puede añadirse, o al componente que incluye la dispersión epoxi o, de forma alternativa, al componente de agente de curado o se divide entre ambos componentes del sistema.

25 La elección de aglutinante no es particularmente crítica, y el aglutinante puede seleccionarse de todo tipo de aglutinantes conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, aglutinantes poliméricos de estireno-acrílico, todo acrílico, y vinilo acrílico. En una realización de la invención, el aglutinante es un aglutinante que es adecuado para usar en pinturas para paredes de interior.

30 El diámetro medio de partícula de las partículas del polímero en emulsión no es particularmente crítico, y de manera ventajosa es de 40 nm a 1.000 nm, preferiblemente de 40 nm a 300 nm. Los diámetros de partícula en la presente memoria, son los medidos por dispersión dinámica de luz en un analizador de tamaño de partícula Brookhaven BI-90 Plus.

35 La invención incluye una composición de revestimiento acuosa que comprende: (a) un aglutinante polimérico; (b) opcionalmente, un pigmento; (c) agua; y (d) una composición coalescente, como se describió anteriormente en la presente memoria. La composición de revestimiento puede emplearse en usos tales como, por ejemplo, pinturas para paredes, revestimientos de suelos, pinturas de techos, y revestimientos de marcos de ventana.

40 La composición de revestimiento acuosa de la invención puede prepararse mediante técnicas que son bien conocidas en la técnica de los revestimientos. En primer lugar, el o los pigmentos, si los hay, son bien dispersados en un medio acuoso bajo alto cizallamiento, tal como se consigue mediante un mezclador COWLES™, o se usan uno o más colorantes predispersados, o mezclas de los mismos. A continuación, se añade el polímero en emulsión con baja agitación de cizallamiento junto con la composición coalescente y otros auxiliares de revestimiento según se desee. La composición de revestimiento acuosa pueden incluir, además de la dispersión polimérica acuosa y el o los pigmentos opcionales, auxiliares de revestimiento convencionales tales como, por ejemplo, extensores, emulsionantes, agentes coalescentes distintos a la composición coalescente de la presente invención, plastificantes, anticongelantes, agentes de curado, tampones, neutralizadores, espesantes, agentes modificadores de la reología, humectantes, agentes humedecedores, biocidas, plastificantes, agentes antiespumantes, absorbedores de UV, fluorescentes iluminadores, estabilizantes frente a la luz y/o al calor, biocidas, agentes quelantes, dispersantes, colorantes, ceras, y agentes repelentes al agua.

45 El pigmento puede seleccionarse de una amplia gama de materiales conocidos por los expertos en la técnica de revestimientos, que incluyen, por ejemplo, pigmentos coloreados orgánicos e inorgánicos. Ejemplos de pigmentos y extensores adecuados incluyen dióxido de titanio tales como dióxidos de titanio de estructuras anatase y rutilo; óxido de cinc; óxido de antimonio; óxido de hierro; silicato de magnesio; carbonato de calcio; aluminosilicatos; sílice; diversas arcillas tales como caolín y arcilla deslamada; y óxido de plomo. Asimismo se contempla que la

composición de revestimiento acuosa también pueda contener partículas poliméricas opacas, tal como, por ejemplo, polímeros opacos ROPAQUE™ (disponibles de The Dow Chemical Company). También están contempladas las partículas de pigmento opacantes encapsuladas o parcialmente encapsuladas; y polímeros o emulsiones poliméricas que adsorben o se adhieren a la superficie de los pigmentos tal como dióxido de titanio tal como, por ejemplo, polímeros EVOQUE™ (disponibles de The Dow Chemical Company); y pigmentos huecos, que incluyen pigmentos que tienen uno o más vacíos.

El dióxido de titanio es el principal pigmento usado para lograr la cubrición en pinturas arquitectónicas. Este pigmento es costoso y escasea. Una manera de lograr la cubrición al tiempo que se disminuye la cantidad de TiO₂ es incluir polímeros en emulsión multietapa, comúnmente conocidos como "polímeros opacos," que añaden opacidad a la película de pintura. Estos polímeros son partículas llenas de agua del polímero en emulsión con una alta Tg, tales como partículas polimerizadas mediante estireno como el monómero predominante. Estas partículas llenas de aire durante la formación de película y dispersión de luz, en consecuencia crean opacidad.

Las cantidades de pigmento y extensor en la composición de revestimiento acuosa varía desde una concentración en volumen de pigmento (PVC) de 0 a 85 y abarca por consiguiente revestimientos descritos de otro modo en la técnica, por ejemplo, como revestimientos transparentes, manchas, revestimientos planos, revestimientos satinados, revestimientos semibrillantes, revestimientos brillantes, imprimaciones, revestimientos texturizados, y similares. La composición de revestimiento acuosa en la presente memoria incluye expresamente revestimientos arquitectónicos, de mantenimiento e industriales, masillas, sellantes, y adhesivos. La concentración en volumen del pigmento se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\text{PVC (\%)} = (\text{volumen de pigmento(s)} + \text{volumen de extensor(es)} \times 100) / (\text{volumen total de pintura}).$$

El contenido en sólidos de la composición de revestimiento acuosa puede ser de 10% a 70% en volumen. La viscosidad de la composición de revestimiento acuosa puede ser de 50 centipoises a 50.000 centipoises, como se midió mediante un viscosímetro Brookfield; las viscosidades apropiadas para diferentes métodos de aplicación varían considerablemente, como es conocido por los expertos en la técnica.

En el método para formar un revestimiento de la invención, la composición de revestimiento acuosa se aplica típicamente a un sustrato tales como, por ejemplo, madera, metal, plástico, sustratos empleados en la marina e ingeniería civil, superficies previamente pintadas o imprimadas, superficies a la intemperie, y sustratos cementosos tales como, por ejemplo, cemento armado, estuco, y mortero. La composición de revestimiento acuosa puede aplicarse a un sustrato mediante métodos de aplicación de revestimiento convencionales tales como, por ejemplo, cepillo, rodillo, aplicador de masilla, revestimiento por rodillo, rodillo de grabado, revestidor de cortina y métodos de pulverización tales como, por ejemplo, pulverización atomizada con aire, pulverización asistida por aire, pulverización sin aire, pulverización a baja presión y alto volumen, y pulverización sin aire asistida por aire. El secado de la composición de revestimiento acuosa para proporcionar un revestimiento, puede dejarse que tenga lugar en condiciones ambiente tales como, por ejemplo, a 5°C a 35°C, o el revestimiento puede secarse a temperaturas elevadas tales como, por ejemplo, mayores que 35°C a 150°C.

Realizaciones específicas de la invención

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar la invención y no deben interpretarse como limitativos de su alcance. Todas las partes y porcentajes son en peso, salvo que se indique lo contrario.

Ejemplo 1 - Preparación del agente coalescente A

Se produce una composición coalescente que comprende tetrapropilen glicol monobutil éter refinando el polipropilen glicol monobutil éter bruto que contiene oligómeros (n es al menos 3) de propilen glicol monobutil éter en un evaporador de película fina bajo una presión de aproximadamente 10 mbar. El tiempo de residencia en el evaporador es corto a fin de minimizar la degradación del producto.

La carga de alimentación a destilar entra en el evaporador y se distribuye inmediatamente. Esto da como resultado la formación de una película fina sobre la pared del evaporador. Se evaporan, condensan y recogen los materiales volátiles que presentan puntos de ebullición atmosféricos equivalentes tan elevados como de 400°C. Se recoge el material no evaporado como un residuo en la base de la unidad. El material evaporado es una composición coalescente que comprende tetrapropilen glicol monobutil éter, y es designada como agente coalescente A.

Las propiedades del agente coalescente A se comparan con las de un agente coalescente utilizado ampliamente en el comercio, UCAR™ FILMER IBT (disponible de The Dow Chemical Company), y los resultados se muestran en la Tabla 1. En los siguientes experimentos, UCAR™ Filmer IBT es el agente coalescente control.

Tabla 1 - Propiedades físicas del agente coalescente

Agente coalescente	UCAR™ FILMER IBT/TMB	Agente coalescente A
Punto de ebullición (°C)	255	300
Presión de vapor @ 20°C, (kPa)	0,0013	<0,001
Velocidad de evaporación / Acetato de butilo = 1	<0,01	<0,001
COV , determinado como emisión entre C6 y C16 por análisis GC*	Sí	No

* UCAR™ FILMER IBT, 2, 2, 4 trimetil 1,3 pentanodiol monoisobutirato (TMB), se eluye entre n-hexano y n-hexadecano según ISO- 16000-6.

5 Propiedades de los aglutinantes

Como el foco de la evaluación de los agentes coalescentes es sobre el uso de pinturas de interior para paredes, suelos, techos y marcos de ventanas, se eligen dos aglutinantes apropiados:

Aglutinante estireno-acrílico marca UCAR™ Látex DL-420G, disponible de The Dow Chemical Company.

Aglutinante acrílico puro marca PRIMAL™ AC-337 ER, disponible de The Dow Chemical Company.

- 10 Los estireno-acrilatos representan el mayor volumen de aglutinantes vendido para pinturas mate y satinadas, mientras que los acrílicos puros se usan para pinturas de mayor calidad.

Las principales características de los aglutinantes se resumen en la Tabla 2.

Tabla 2: Características físicas de los aglutinantes

Aglutinante	UCAR™ DL 420G	PRIMAL™ AC-337 ER
Descripción	Estireno-acrilato	Acrílico puro
MFFT * (°C)	16-20	12-16
Contenido en sólidos (%)	48-50	45-46
Viscosidad Brookfield @ 25°C	RV # 2 50 rpm	LV # 3 60 rpm
Tamaño de partícula (nm)	130-140	115-125

* Temperatura mínima de formación de película

15

Ejemplo 2 – Eficacia en la reducción de MFFT de agentes coalescentes

- 20 Las mezclas de látex – agente coalescente se preparan usando concentraciones de agente coalescente de cero a 15% en peso, en base a los sólidos secos. La MFFT se mide sobre una barra MFFT "Instrumento Rhopoint de temperatura mínima de formación de película 60" usando una temperatura en el intervalo de cero a 18°C. A continuación, se evalúa la eficacia en la reducción de la temperatura mínima de formación de película.

Se ha definido una concentración óptima de agente coalescente para cada aglutinante, en base al sólido seco, según el método del párrafo precedente:

-10 % para UCAR™ Latex DL 420G (49% en sólidos)

-8% para PRIMAL™ AC- 337 ER (45,5% en sólidos)

- 25 Cuando se compara la eficacia en reducción de la MFFT en una concentración fija con el control UCAR™ Filmer IBT midiendo MFFT delta entre el aglutinante solo y aglutinante-agente coalescente en una concentración definida, puede observarse que el agente coalescente A presenta propiedades similares a UCAR™ Filmer IBT.

Tabla 3: MFFT delta a una concentración fija de agente coalescente

Tipo de látex	MFFT delta DL 420G 0-10% en °C	MFFT delta AC-337 ER 0-8% en °C
UCAR™ Filmer IBT	10,7	8,7
Agente coalescente A	11	10,3

Ejemplo 3 - Formulación de pintura

Se producen dos formulaciones de PVC al 35% en peso según se describe en la Tabla 4:

5 Tabla 4: Formulación de pintura

Pintura	UCAR™ Látex DL 420G				PRIMAL™ AC-337 ER				
	Nombre del material		Kg	Litros	Nivel	Kg		Litros	Nivel
Molido			189,70	189,70		189,70	189,70		
Agua			1,30	1,44		1,30	1,44		
Amoniaco (28%)			10,21	9,25	1% Disp	10,21	9,25	1% Disp	
Orotan 731 A ER			1,57	1,55		1,57	1,55		
BYK-024			6,17	4,75		6,17	4,75		
Cellosize QP-4400H			171,70	42,93	15,09% PVC	171,70	42,93	15,52% PVC	
Ti-Puro R-706			22,94	8,72	3,07% PVC	22,94	8,72	3,15% PVC	
Satintone 5HB			60,53	21,99	7,73% PVC	60,53	21,99	7,95% PVC	
Durcal 2									
<i>Molido Sub-total</i>			464,12	280,33	25,89% PVC	464,12	280,33	26,63% PVC	

Pintura	UCAR™ Látex DL 420G			PRIMAL™ AC-337 ER		
Nombre del material	Kg	Litros	Nivel	Kg	Litros	Nivel
Dilución						
UCAR Látex-420G						
PRIMAL AC-337	407,51	393,02		0,00	416,72	
UCAR™ Filmer	0,00			438,85		
IBT / Agente coalescente						
ROPAQUE Ultra E						
ACRYSOL RM-2020	21,52	22,65	10% Carbón	17,21	18,12	8% Carbón
ROCIMA 564						
ROCIMA 350						
Agua	51,65	50,39	9,00% PVC	51,65	50,39	9,26% PVC
Totales						
Propiedad	8,60	8,25		8,60	8,25	
	1,50	1,46		1,50	1,46	
	7,50	6,82		7,50	6,82	
	37,60	37,60		10,57	10,57	
	1.000.000	800,52		1.000.000	792,65	
		(sin			(sin	
	Valor	aditivos)		Valor	aditivos)	
Total PVC	34,89	%		35,89	%	
Sólidos en volumen	35,53	%		34,89	%	
Sólidos en peso	47,03	%		47,03	%	
Densidad	1,2492	kg/1		1,2616	kg/1	
Densidad seca	1,6446	kg/1		1,6901	kg/1	
Dispersante total	1,00	%		1,00	%	
Agente coalescente total	10,00	%		8,00	%	

5 El molido está compuesto por dióxido de titanio, carbonato de calcio (diámetro de partícula 2 µm) y un silicato de aluminio calcinado de tamaño ultrafino de partícula; se usa un espesante celulósico junto con un dispersante de poliacrilato. La dilución está compuesta por el aglutinante, y un modificador de la reología de uretano no iónico para lograr una viscosidad ICI diana de 1. El ROPAQUE™ Ultra E se usa como polímero opaco. Finalmente, se elige una mezcla de dos biocidas para proporcionar conservación en el envase y protección de la película.

El nivel de agente coalescente es de 10% en peso sobre aglutinante seco para UCAR™ Látex DL-420G y de 8% en peso sobre aglutinante seco para PRIMAL™ AC-337ER. "Seco" en este contexto significa que no hay líquido presente.

10 Todas las películas y películas de pinturas de mezclas de látex se secan en una sala de temperatura controlada (CTR, controlled temperature room) a 25°C.

Ejemplo 4 - Pinturas basadas en UCAR™ Látex DL 420G

Evolución de la dureza para pinturas basadas en UCAR™ Latex DL 420G

Películas de espesor en humedad de 100 µm de pinturas basadas en UCAR™ Latex DL 420G se aplican sobre una placa de vidrio, posteriormente las placas se almacenan en una sala de temperatura controlada (CTR) y su desarrollo en dureza se mide con un péndulo Koenig.

Tabla 5: Dureza de pinturas de 10% en peso basadas en UCAR™ DL 420G frente a tiempo

Tiempo (horas)	24	48	72	144	168	192	216	240	408	888	1.344	1.488
UCAR™ Filmer IBT	22,4	28	33,6	39,2	42	44,3	46,7	49	56	73,7	77,9	70,9
Agente coalescente A	12,6	12,6	12,6	12,6	13,5	12,6	12,6	14	14	19,6	21	20,1

5 Los datos de la Tabla 5 muestran los resultados de dureza de pinturas de 10% en peso producidas con UCAR™ DL 420G frente a tiempo, e indican que las pinturas producidas con el agente coalescente A proporciona menores valores de dureza, y que el agente coalescente A desarrolla dureza más lentamente en comparación con pinturas preparadas con UCAR™ Filmer IBT.

10 Reología y estabilidad de pintura

Se mide el perfil reológico de las pinturas de la Tabla 4. La viscosidad ICI diana es 1, y se observan valores entre 0,8 y 1,2.

Tabla 6: Viscosidad ICI

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Viscosidad ICI	1,1	0,9

15 También se mide la viscosidad Stormer KU, a un valor bastante similar al valor diana de viscosidad ICI, se observa una significativa disminución en KU para el agente coalescente A.

Tabla 7: Viscosidad Stormer KU

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Viscosidad Stormer KU	127	121

20 Se revisa la estabilidad frente al envejecimiento por calor de las pinturas después de 10 días de envejecimiento de las pinturas a 60°C. A continuación, se mide la viscosidad Brookfield. La relación de estabilidad se define como (viscosidad en el día 10/viscosidad inicial). Se encuentran valores entre 1 y 1,2, tanto a 30 como a 60 rpm. Las pinturas son más bien estables, tras el envejecimiento por calor mostrando diferencias muy pequeñas en viscosidad, tanto a 30 como a 60 rpm, respectivamente.

Tabla 8: Relación de estabilidad, viscosidad Brookfield a 30 y 60 rpm

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Brookfield 30 rpm	1,19	1,05
Brookfield 60 rpm	1,15	1,02

25 Opacidad

Se revisa el poder de cubrición de las pinturas basadas en UCAR™ Látex DL-420G. Las pinturas se aplican sobre cartas de contraste Leneta a un espesor de película húmeda de 100 µm y se secan a temperatura constante durante aproximadamente 4 días (25 °C). Se mide la relación de contraste de las películas de pintura secas, usando la pintura basada en UCAR™ Filmer IBT como una referencia.

30

Tabla 9: Poder de cubrición de las pinturas basadas en UCAR™ DL 420G usando diferentes agentes coalescentes

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Opacidad	94,08	94,13

La opacidad de la pintura del agente coalescente A es esencialmente idéntica a la de la pintura control.

Medición del brillo

- 5 El brillo de las pinturas se determina sobre paneles de vidrio, después de aplicar una película con un espesor en humedad de 100 µm y secar en la CTR durante aproximadamente 4 días. El brillo se mide a tres ángulos de 20, 60 y 85 grados, representando el brillo a 60 grados una pintura semibrillante y satinada, y el brillo a 85 grados una pintura de alto brillo.

Tabla 10: Brillo de las pinturas DL 420G formuladas con los diferentes agentes coalescentes

Brillo %	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
20°	2,91	2,7
60°	13,9	19,4
85°	42,2	53,9

10

La pintura de agente coalescente A muestra mayores valores de brillo a 60 y 85 grados que el control.

Pinturas coloreadas

- 15 Para la tinción de pinturas, se usan 2,52 g de colorante negro lámpara Colortrend Plus 802-907 B por 200 ml de pintura. Después de la adición de la pasta de teñir, las pinturas se dejan equilibrar durante aproximadamente 24 horas. A continuación, se revisa el perfil de viscosidad, que no muestra mucha diferencia; la aceptación del color es perfecta en todas las pinturas y no se observa ningún problema de borrado. Hay una buena dispersión del pigmento de todos los agentes coalescentes.

Mediciones de ángulo de contacto

- 20 Los ángulos de contacto se miden sobre películas secas de pinturas DL 420G usando los agentes coalescentes estudiados, después de aplicar pinturas húmedas de 100 µm sobre paneles de vidrio y secar durante aproximadamente una semana en la CTR. Se toman fotografías después de colocar gotas de agua en diferentes partes del sustrato. Se toman mediciones en 3 partes diferentes de cada pintura.

La pintura de agente coalescente A tiene un ángulo de contacto mayor que la pintura UCAR™ Filmer IBT.

Tabla 11: Mediciones del ángulo de contacto

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Ángulo de contacto (°)	65,41	68,76

25

Tabla 12: Resumen de la evaluación comparativa de agente coalescente de bajo contenido en COV frente a UCAR™ Filmer IBT en pinturas DL-420G

Tipo de agente coalescente	Agente coalescente A
COV como para ISO 16000	+
Eficacia en reducción de MFFT	=
Dureza de pintura	-

Tipo de agente coalescente	Agente coalescente A
Brillo	+
Poder de cubrición	=
Ángulo de contacto	+

La pintura de agente coalescente A muestra excelente brillo y poder de cubrición, como se muestra en Tabla 12.

Ejemplo 5 - Pinturas y mezclas aglutinante-agente coalescente basadas en Primal™ AC-337 ER

- 5 Se repite la misma ruta de evaluación que en el Ejemplo 4 excepto que el aglutinante PRIMAL™ AC 337 ER se usa como el aglutinante.

Evolución de la dureza de pinturas basadas en Primal™ AC-337 ER

UCAR™ Filmer IBT desarrolla la dureza más rápido que el agente coalescente A.

Tabla 13: Desarrollo de la dureza de películas de pintura basadas en Primal™ AC-337-ER

Tiempo (horas)	24	48	120	144	168	192	216	384	864	1.320	1.536
UCAR™ Filmer IBT	33,1	39,2	45,7	47,6	46,2	47,6	53,2	54,6	70,9	73,7	72,8
Agente coalescente A	18,2	21	22,9	23,8	22,9	22,9	27,5	26,6	39,2	40,6	37,8

- 10 Reología y Estabilidad de la pintura

Se mide el perfil reológico de las pinturas PRIMAL de la Tabla 4. El valor diana de la viscosidad ICI es 1. Ambos valores ICI están por encima del valor diana.

Se observan mayores valores de viscosidad Stormer KU en comparación con los valores encontrados para las pinturas basadas en UCAR™ Látex DL-420G.

- 15 Las mayores viscosidades observadas están probablemente ligadas a la mayor reactividad del aglutinante PRIMAL™ AC-337 ER con el espesante asociativo RM 2020, debido al menor tamaño medio de partículas: 115-125 nm.

Tabla 14: Viscosidad ICI

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Viscosidad ICI	1,19	1,24

- 20 Tabla 15: Viscosidad Stormer KU

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Viscosidad Stormer KU	141	140

Se revisa la estabilidad frente al envejecimiento por calor de las pinturas después de 10 días de envejecimiento de pinturas a 60°C. A continuación, se mide la viscosidad Brookfield. La estabilidad frente al envejecimiento por calor es buena para todas las pinturas; pequeñas diferencias en viscosidad se muestran en la Figura 16.

Tabla 16: Relación de estabilidad, viscosidad Brookfield a 60 rpm

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Brookfield 60 rpm	1,03	0,99

Opacidad

- 5 Se evalúa el poder de cubrición de las diferentes pinturas. Se aplican las pinturas a un espesor de 100 µm, se secan en la CTR durante aproximadamente 4 días y posteriormente se mide la relación de contraste tomando UCAR™ Filmer IBT como pintura de referencia.

Tabla 17: Poder de cubrición de las pinturas basadas en Primal™ AC-337 ER usando diferentes agentes coalescentes

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Opacidad	95,2	94,98

- 10 Se obtienen valores superiores de relación de contraste para las pinturas basadas en Primal™ AC-337 ER en comparación con los valores de poder de cubrición de las pinturas basadas en el aglutinante de estireno acrílico UCAR™ Látex DL-420G.

La pintura producida con UCAR™ Filmer IBT logra mejor cubrición que la pintura preparada usando el agente coalescente A.

- 15 Medición del brillo

El brillo se determina, después de aplicar las pinturas sobre paneles de vidrio a un espesor en húmedo de 100 µm y secar a temperatura ambiente constante durante aproximadamente 4 días. El brillo se mide a tres ángulos de, 20, 60 y 85 grados. Las películas de agente coalescente A presentan mayores valores de brillo a 20, 60 y 85 grados en comparación con la película de pintura UCAR™ Filmer IBT.

- 20 Tabla 18: Mediciones de brillo sobre pinturas AC-337 ER

Brillo %	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
20°	2	2,3
60°	12,3	14,7
85°	39,5	40,8

Pinturas coloreadas

- 25 De manera similar a la pinturas basadas en UCAR™ Látex DL-420G, la pinturas basadas en PRIMAL™ AC-337 ER muestran una buena aceptación del color sobre todas las pinturas, no se observan problemas de borrado. Se observa buena dispersión del pigmento para todos los agentes coalescentes. Después de teñir las pinturas, estas se dejan que se equilibren durante aproximadamente 24 horas y a continuación se revisa el perfil de viscosidad, mostrando no mucha diferencia.

Mediciones de ángulo de contacto

- 30 Se miden los ángulos de contacto para películas secas de pinturas AC-337ER después de aplicar películas de pintura húmeda de 100 µm sobre paneles de vidrio y dejar secar los paneles a una temperatura constante (25°C) durante una semana. Se toman fotografías después de colocar gotas de agua en diferentes partes sobre el sustrato. Se realizan mediciones de 3 partes diferentes de cada pintura.

Tabla 19: ángulo de contacto mediciones

Calidad	UCAR™ Filmer IBT	Agente coalescente A
Ángulo de contacto (grados C)	77,84	72,68

La película UCAR™ Filmer IBT tiene un mayor ángulo de contacto que la película de agente coalescente A.

- 5 El aglutinante de acrílico puro PRIMAL muestra una mejora en rendimiento, todos los valores medidos son mayores que los de las pinturas DL-420G. La pintura preparada con el agente coalescente A muestra excelente brillo y cubrición.

Tabla 20: Resumen de la evaluación comparativa frente a UCAR™ Filmer IBT para pinturas basadas en PRIMAL™ AC-337 ER

Tipo de agente coalescente	Agente coalescente A
COV como para ISO 16000	+
Eficacia	+
Dureza de pintura	-
Brillo	+
Poder de cubrición	-
Ángulo de contacto	-

10 Conclusiones

Este estudio realizado sobre una pintura de PVC al 35% muestra que el agente coalescente A puede posibilitar que los formuladores de pinturas formulen pinturas de buena calidad que tengan una valoración de A+ según el decreto ley francés 321/2011.

Referencias

15 Referencia 1: ensayos ISO

ISO 16000-3:2001 - Indoor Air— Parte 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl compounds— Active sampling method.

ISO 16000-6:2004 - Indoor Air— Parte 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS/FID.

20 EN ISO 16000-9:2006 - Indoor Air - Parte 9: Determination of the emission of volatile organic compounds from building products and furnishing— Emission test chamber method.

EN ISO 16000-10:2006 - Indoor Air – Parte 10: Determination of the emission of volatile organic compounds from building products and furnishing— Emission test cell method.

25 EN ISO 16000-11:2006 - Indoor Air -- Parte 11: Determination of the emission of volatile organic compounds from building products and furnishing -- Sampling, storage of samples and preparation of test specimens.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición coalescente que comprende al menos un éter de glicol de la fórmula $R1(O-CH_2-CH(CH_3))_n-OH$, en donde R1 es un grupo alquilo de al menos 3 átomos de carbono, y n tiene un valor medio de 4 a 6, en donde n = 4 para al menos 60% en peso de los éteres de glicol, y no más de 15% en peso de los éteres de glicol tiene un valor n de 3 o inferior.
2. La composición según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde n = 4 para al menos 70% en peso de los éteres de glicol.
3. La composición según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde no más de 10% en peso de los éteres de glicol tienen un valor n de 3 o inferior.
- 10 4. La composición según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el tetrapropilén glicol n-butil éter es al menos 70% en peso de los éteres de glicol.
5. La composición según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde R1 es butilo para al menos un éter de glicol.
- 15 6. La composición según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde R1 es n-butilo para al menos un éter de glicol.
7. Una composición de revestimiento acuosa, que comprende:
- (a) un aglutinante polimérico;
 - (b) opcionalmente, un pigmento;
 - (c) agua; y
- 20 (d) una composición coalescente según cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
8. La composición según la reivindicación 7, en donde un revestimiento preparado usando la composición cumple los requisitos del decreto ley francés 2011/321.
9. La composición según la reivindicación 7, en donde el aglutinante comprende al menos uno de un aglutinante de acrílico puro y un aglutinante de estireno-acrílico.
- 25 10. La composición según la reivindicación 7, que comprende al menos uno de (a) y partícula polimérica opaca, y (b) una emulsión de polímero o polímeros que tienen un pigmento unido o adsorbido sobre la superficie del polímero.