(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 662 379**

(51) Int. CI.:

C09D 179/08 (2006.01)
C09D 5/00 (2006.01)
C09D 7/00 (2006.01)
C09D 181/06 (2006.01)
C08G 73/10 (2006.01)
C08G 73/14 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.01.2013 PCT/US2013/020908**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **18.07.2013 WO13106488**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.01.2013 E 13700823 (1)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.12.2017 EP 2802629**

(54) Título: **Disoluciones acuosas de aglomerante**

(30) Prioridad:

09.01.2012 US 201261584350 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.04.2018

(73) Titular/es:

THE CHEMOURS COMPANY FC, LLC (100.0%)
1007 Market Street
Wilmington DE 19801, US

(72) Inventor/es:

REYNOLDS, RICHARD ALAN

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

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

Disoluciones acuosas de aglomerante

Campo de la invención

El campo de la invención está relacionado con sistemas disolventes alternativos para disoluciones de aglomerante de polietersulfona, poliamidaimida, polieterimida, poliimida y/o ácido poliámico.

Antecedentes de la invención

Los fluoropolímeros han encontrado uso en muchas aplicaciones de revestimiento antiadherente y de liberación, tales como, por ejemplo, revestimientos antiadherentes para utensilios de cocina. Sin embargo, debido a la naturaleza antiadherente de los perfluoropolímeros, generalmente se necesitan capas de imprimación que tengan aglomerantes para adherirse a una superficie de un sustrato antes de la aplicación de los fluoropolímeros, para permitir una adhesión suficiente del fluoropolímero al sustrato. En la técnica, se ha encontrado que las composiciones de aglomerante que comprenden polietersulfonas (PES) o poliamidaimidas (PAI) o polieterimidas (PEI) o poliimidas (PI), o combinaciones de las mismas, son útiles en capas de imprimación como formadores de película y para adherirse tanto a la superficie del sustrato como a los perfluoropolímeros.

Las composiciones de aglomerante actuales utilizan N-metilpirrolidona (NMP) como disolvente debido a su bajo costo y capacidades de solubilización. Véase, por ejemplo, la patente de los Estados Unidos número 4.014.834 (de Concannon), WO 00/69984 A1 y WO 2007/070601 A2. Más recientemente, se ha reevaluado el perfil de toxicidad de la NMP y las regulaciones pendientes en todo el mundo pueden minimizar o eliminar el uso de NMP en dichas disoluciones de aglomerante. En consecuencia, se necesitan disolventes alternativos, orgánicos y de base acuosa, que se consideran más respetuosos con el medio ambiente. Los disolventes adecuados serán capaces de solubilizar los aglomerantes, incluso a concentraciones prácticas o niveles de sólidos de aglomerante, permitiendo que los aglomerantes se extiendan sobre las superficies y creen una capa o película de imprimación sobre superficies metálicas y de caucho sin afectar negativamente a la capa de aglomerante o su capacidad para unirse tanto al sustrato como a las capas de fluoropolímero. La solución preferida para este problema sería eliminar por completo la NMP de tales disoluciones de aglomerante y presentes disoluciones acuosas de aglomerante. Desgraciadamente, estas resinas aglomerantes son completamente insolubles en agua. Sin embargo, un enfoque de agua más codisolvente puede ser un reemplazo aceptable para la NMP, particularmente si la disolución acuosa de aglomerante es predominantemente agua, y el codisolvente tiene un perfil de toxicidad mucho más favorable que la NMP. La presente invención cumple estas necesidades.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a una disolución acuosa de aglomerante para sistemas de revestimiento que comprende a) agua, b) poliamidaimida o polieterimida, c) una amina, y d) uno o más disolventes; en la que uno o más disolventes comprenden dimetilacetoacetamida, acetoacetamida, tetrametilguanidina o mezclas de los mismos.

Para cualquiera de las realizaciones presentadas aquí, existe una realización en la que la amina c) y el disolvente d) son iguales.

Para cualquiera de las realizaciones presentadas aquí, existe una realización en la que la amina c) y el disolvente d) son ambos tetrametilguanidina.

Para cualquiera de las realizaciones presentadas aquí, existe una realización en la que la disolución acuosa de aglomerante comprende además uno o más de: modificadores de la viscosidad, disolventes de dilución, aglomerantes, pigmentos, cargas, ayudas de dispersión, modificadores de la tensión superficial y fluoropolímeros. En una de tales realizaciones, el disolvente de dilución es un dieter o un alcohol o un éter de glicol.

Las realizaciones de la presente invención como se describe en el Sumario de la invención, y cualquier otra realización descrita aquí, se pueden combinar de cualquier manera en la que no se excluyan mutuamente.

Descripción detallada

Aquí, una disolución acuosa de aglomerante comprende al menos 50% de agua como un porcentaje de la cantidad total de líquidos volátiles en la composición (por ejemplo, la cantidad total de agua más todos los disolventes y codisolventes). Los disolventes y codisolventes utilizados en estas disoluciones acuosas de aglomerante son miscibles en agua o se usan en cantidades tan pequeñas que no se separan como una fase separada.

Aquí, un disolvente diluyente es un disolvente que, cuando se agrega a una composición, produce una reducción en la viscosidad de esa composición.

Aquí, cuando una cantidad, concentración u otro valor o parámetro se da como un intervalo, intervalo preferido o una lista de valores superiores preferibles y valores inferiores preferibles, se debe entender que describe específicamente todos los intervalos formados a partir de cualquier par de cualquier límite o valor preferido superior

del intervalo y cualquier límite o valor preferido inferior del intervalo, independientemente de si los intervalos se describen por separado. Cuando se enumera aquí un intervalo de valores numéricos, a menos que se indique lo contrario, el intervalo pretende incluir los puntos finales de los mismos, y todos los números enteros y fracciones dentro del intervalo. No se pretende que el alcance de la invención esté limitado a los valores específicos enumerados cuando se describe un intervalo.

Por "fluoropolímero" se entiende un homopolímero o copolímero con una cadena principal que comprende unidades repetidas de al menos un monómero polimerizado que comprende al menos un átomo de flúor.

Aquí, el término "poliamidaimida" (o "PAI") también incluye, alternativamente, ácido poliámico y sales de ácido poliámico a partir de las cuales se puede derivar la poliamidaimida.

Aquí, los valores de viscosidad se miden a temperatura ambiente (23°C) usando un viscosímetro de disco giratorio Brookfield, tal como el Viscosímetro Brookfield RVDIII.

La presente invención se refiere a una disolución acuosa de aglomerante para sistemas de revestimiento que comprende a) agua, b) poliamidaimida o polieterimida, c) una amina, y d) uno o más disolventes; en la que uno o más disolventes comprenden dimetilacetoacetamida, acetoacetamida, tetrametilguanidina o mezclas de los mismos.

En otra realización, la disolución acuosa de aglomerante comprende a) agua, b) poliamidaimida, c) una amina, y d) uno o más disolventes; en la que el uno o más disolventes se selecciona de uno o más de: dimetilacetoacetamida, acetoacetamida, tetrametilguanidina.

Es bien sabido que debido a la naturaleza antiadherente de los fluoropolímeros, se necesitan capas de imprimación que contienen aglomerantes para permitir que el fluoropolímero revista el sustrato. Los ejemplos de fluoropolímeros incluyen, pero no están limitados a, fluoropolímero tal como politetrafluoroetileno (PTFE), etileno propileno fluorado (FEP), perfluoroalcoxi (PFA), etileno tetrafluoroetileno (ETFE). Los aglomerantes, tales como polietersulfonas y poliamidaimidas, son bien conocidos en aplicaciones de imprimación para acabados antiadherentes y pueden estar presentes en niveles de sólidos de hasta 70% en peso. En la práctica actual, estos aglomerantes se solubilizan en NMP. La polietersulfona es un polímero amorfo que tiene una temperatura de uso sostenido de hasta 190°C y una temperatura de transición vítrea de 220°C. La poliamidaimida es térmicamente estable a temperaturas de al menos 252°C y se funde a temperaturas de al menos 290°C. Las capas de imprimación comprenden uno o más aglomerantes. Las capas de imprimación pueden comprender además un fluoropolímero tal como politetrafluoroetileno (PTFE), etileno propileno fluorado (FEP), perfluoroalcoxi (PFA), copolímero de etileno y tetrafluoroetileno (ETFE), copolímero de alquil-vinil-éter y tetrafluoroetileno perfluorado, poli(fluoruro de vinilo), poli(fluoruro de vinilideno), polihexafluoropropileno, copolímero de etileno-hexafluoropropileno, copolímero de etileno-fluoruro de vinilo o cualquier combinación de los mismos, por ejemplo, que puede ayudar a mejorar la adhesión del fluoropolímero a la capa de imprimación.

Para aplicar los aglomerantes a la superficie de un sustrato, es conveniente que el aglomerante se solubilice adecuadamente en un disolvente o disolución acuosa, antes de la aplicación. La mayoría de las aplicaciones de aglomerantes implican rociar la disolución de aglomerante sobre una superficie antes del calentamiento y/o curado. Alternativamente, las disoluciones de aglomerante se pueden aplicar con cepillo, sumergir, aplicar con rodillo, rociar o aplicar vía cualquier otra aplicación conocida por los expertos en la técnica.

En la práctica, es deseable utilizar disoluciones de aglomerante en las que el aglomerante esté presente a un nivel de al menos 5% en peso en el disolvente o la mezcla de disolventes. Sin embargo, los aglomerantes de elección (PAI, PES, PEI, PI) son insolubles en agua y solo escasamente solubles en la mayoría de los disolventes orgánicos. Además, es más deseable que las disoluciones de aglomerante estén disponibles por sí mismas, listas para ser suministradas y después formuladas en composiciones de imprimación. Por esta razón, es particularmente deseable poder preparar tales "intermedios" a un nivel de sólidos de al menos 30% en peso, y preferiblemente 50% en peso, en la mezcla acuosa/codisolvente para que la disolución acuosa de aglomerante pueda ser transportada y aplicada de forma económica, por ejemplo, para minimizar la cantidad de agua y disolvente transportado y para minimizar la cantidad de disolvente reciclado o remediado con el uso. Para facilitar la formulación, los intermedios del aglomerante deberían existir como disoluciones fluidas. Es decir, la viscosidad del intermedio es preferiblemente estable a lo largo del tiempo y por debajo de 20.000 mPa.s (a 23ºC, usando un viscosímetro de disco giratorio Brookfield, tal como el Viscosímetro Brookfield RVDIII).

Los sustratos adecuados en los que se puede aplicar la presente invención incluyen, pero no se limitan a, tubos, ollas, sartenes y rodillos de caucho.

Las realizaciones anteriores pueden comprender además modificadores de la viscosidad, diluyentes, pigmentos, cargas, líquidos de alto punto de ebullición, ayudas de dispersión, modificadores de la tensión superficial, fluoropolímeros y otros aditivos de formulación.

Los codisolventes adecuados en la presente invención son líquidos orgánicos y se pueden describir adicionalmente mediante sus parámetros de solubilidad de Hansen. Los parámetros de solubilidad de Hansen se discuten en detalle en Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, segunda edición, 1963, págs. 889-896. Los parámetros de

solubilidad de Hansen se basan en contribuciones a los términos de energía de las fuerzas de dispersión entre moléculas (δd), energía de fuerzas intermoleculares dipolares entre moléculas (δp) y energía de enlaces de hidrógeno entre moléculas (δh).

El intervalo de parámetros de Hansen de codisolventes candidatos para disoluciones acuosas de poliamidaimida o polieterimida se enumera en la Tabla 1. Los ejemplos de codisolventes candidatos se enumeran a continuación (véase la Tabla 2). Como primer requisito, las mezclas de disolventes adecuadas útiles en la presente invención crearán disoluciones estables de los aglomerantes (en sólidos de resina aglomerante de al menos 10% en peso, y preferiblemente al menos 30% en peso, en la mezcla acuosa/disolvente) y son capaces de depositar una película uniforme de poliamidaimida y/o polieterimida sobre una superficie de un sustrato.

Tabla 1: parámetros de Hansen de codisolventes candidatos para poliamidaimida y polieterimida, en $cal^{1/2}cm^{-3/2}$ ($MPa^{1/2}$).

	δd	δp	δh
Min.	5,0 (10,2)	2,2 (4,5)	2,1 (4,3)
Max	9,9 (20,3)	9,5 (19,4)	7,7 (15,7)

La amina y el disolvente pueden ser iguales o diferentes. Por ejemplo, la disolución acuosa puede ser poliamidaimida, agua y tetrametilguanidina, en la que la tetrametilguanidina sirve tanto de amina como de disolvente. Del mismo modo, para una disolución de aglomerante de polieterimida.

Para disoluciones acuosas de aglomerante de poliamidaimida, la mezcla de disolventes (agua más disolventes) está presente de 30 a 90%, preferiblemente de 30 a 75%, de la composición total. En una realización, los sistemas disolventes comprenden dos disolventes orgánicos. Los dos disolventes orgánicos pueden estar presentes a una relación de 50:50, preferiblemente a una relación de 90:10.

En ciertas realizaciones, se necesitan un modificador de la viscosidad y disolventes de dilución para mejorar la capacidad de extensión de la disolución en la superficie del sustrato. Los modificadores de la viscosidad y disolventes de dilución adecuados son cualquier líquido que reduzca la viscosidad del disolvente sin reaccionar negativamente con el aglomerante ni afectarlo. Los ejemplos de modificadores de la viscosidad incluyen, pero no se limitan a, 1-butanol, 2-propanol, trietilenglicol, propionato de propilo, propilenglicol-metil-éter, propilenglicol-propil-éter, acetato de etilo y mezclas de los mismos.

En cualquiera de las realizaciones anteriores, las disoluciones de aglomerante pueden prepararse con diversos disolventes como se define anteriormente para permitir la aplicación de la disolución de aglomerante a una superficie de un sustrato, y también permitir una fácil retirada del disolvente para formar una capa de imprimación. Los disolventes adecuados también solubilizarán componentes adicionales tales como modificadores de la viscosidad, diluyentes, pigmentos, cargas, líquidos de alto punto de ebullición, ayudas de dispersión, modificadores de la tensión superficial y fluoropolímeros y otros aditivos que, cuando están presentes, mejoran el rendimiento de la imprimación.

Las disoluciones de aglomerante de la presente invención son útiles en revestimientos, particularmente en imprimaciones para revestimientos de fluoropolímeros antiadherentes, tales como imprimaciones para utensilios de cocina antiadherentes. Las disoluciones de aglomerante también encuentran uso en otras aplicaciones de revestimiento, tales como, por ejemplo, capas base en el interior de inhaladores dosificadores (como los usados, por ejemplo, en superficies interiores de inhaladores para medicación para el asma).

Ejemplos

Disoluciones acuosas de resina

El procedimiento para preparar una imprimación acuosa a base de poliamidaimida o una imprimación a base de polieterimida o un sistema de una sola capa es el siguiente:

Con el fin de hacer que la poliamidaimida sea soluble en agua, y por ello capaz de ser usada en un revestimiento de base acuosa, la poliamidaimida se convirtió primero en una sal de ácido poliámico-amina. El polvo de PAI en bruto se hizo reaccionar con una amina, lo más comúnmente con una amina terciaria tal como trietilamina, a una temperatura elevada, entre 35-65ºC durante un período de 6 horas, en una mezcla de agua y el disolvente candidato, en la que este último sirve para catalizar/acelerar la reacción. Este procedimiento crea una resina soluble en agua de ácido poliámico neutralizado con amina.

El ácido poliámico neutralizado con amina se añadió a un recipiente de mezcla que contenía agua y con un agitador de paletas. El ácido poliámico neutralizado con amina se añadió y se agitó con un agitador de paletas (temperatura ambiente) hasta que se disolvió completamente y se uniformizó para asegurar la solubilidad. Si se desea, se añadió suficiente dispersión de pigmento para crear cualquier color deseado y se agitó. De forma similar, si se requiere, se añadió una cantidad de fluoropolímero en polvo o fluoropolímero previamente molido, y se agitó, seguido de la

adición de cualquier aditivo para resistencia a la abrasión, humectación mejorada o adhesión, aspecto u otras cualidades de rendimiento, y la composición se agitó hasta uniformidad. La PAI permanece en la forma de ácido poliámico neutralizado con amina hasta el curado final a temperatura elevada para dar la película seca; el componente de amina se elimina en el curado y la PAI se vuelve a formar.

Las disoluciones acuosas de aglomerante típicas, como productos intermedios, tienen la composición:

20-40% de agua

20-40% de resina aglomerante (PAI o PEI)

5-15% de amina

5-20% de disolvente de reemplazo de NMP

5-20% de codisolvente (disolvente diluyente)

Se pueden usar procedimientos similares para preparar composiciones acuosas de revestimiento basadas en polieterimida.

Para determinar si un disolvente dado puede ser un candidato adecuado como codisolvente para la resina, desde el punto de vista práctico de uso en una formulación de revestimiento, se consideró que la resina debería ser soluble al menos en un 10% en un disolvente dado. Deseablemente, la resina debería ser soluble hasta un 30% en un disolvente dado.

Los ejemplos 1 a 21 se prepararon usando 10 g de la resina (Torlon™ AI-10 obtenida de Solvay SA, Bruselas, Bélgica para PAI, o Ultem™ 1000 de SABIC International, Riad, Arabia Saudita para PEI), y luego añadiendo el disolvente en cantidad suficiente para llevar el peso total de resina y disolvente a 100 g.

Para las determinaciones de solubilidad que se muestran en la Tabla 2, no se incluyeron otros componentes de formulación (ningún pigmento o fluoropolímero o aditivos de formulación). La mezcla se agitó durante 6 horas a temperatura ambiente antes de decantar el líquido sobrenadante y secar a 200°C durante 30 minutos. El peso del sólido seco se restó de la muestra original de 10 g para determinar la cantidad aproximada de resina soluble en una disolución de 100 g. Para el caso en el que no queden sólidos secos, se consideró que la resina es soluble en un grado de al menos 10 g de resina por 100 g de disolución de resina, que se designó una puntuación de 10. Como ejemplo, si quedaron 4,0 g de sólidos de resina secos, se consideró que 6,0 g de resina fueron solubilizados por el disolvente, que se designó una puntuación de 6 (que significa aproximadamente 6% en peso de resina en la disolución de disolvente). El ensayo se realizó utilizando PAI para cada codisolvente candidato y se registró la puntuación (0-10). La puntuación corresponde al % en peso aproximado de resina soluble en el disolvente, excepto que una puntuación de 10 indica que sería posible una solubilidad de al menos 10% en peso de resina en el disolvente.

Tabla 2. Contenido de resina de PAI en 100 g de composición de disolución resina/disolvente y parámetros de Hansen

Ejemplo	PAI %	Disolvente	∂d	∂p	∂h
1	10	2-pirrolidinona	9,5	8,5	5,5
2	10	DMAC (dimetilacetamida)	8,2	5,6	5,0
3	10	DMF (dimetilformamida)	8,5	6,7	5,5
4	10	NEP (N-etilpirrolidona)	8,8	5,9	3,4
5	4,5	vinilcaprolactama	8,8	5,8	3,0
6	10	5-metil-2-hidroxietilpirrolidona	9,1	4,5	6,7
7	5	5-metil-2-pirrolidinona	9,6	7,4	3,9
8	10	1,5-dimetilpirrolidona	8,1	4,4	3,0
9	10	dimetilpropilenurea	9,1	7,8	4,0
10	10	tetrametilurea	8,2	4,0	5,4
11	0	sulfolano	9,9	8,9	5,3
12	10	Xolvone (dimetilpiperidona)	8,3	5,2	3,6
13	10	NVP (N-vinilpirrolidona)	8,0	4,5	2,9

Ejemplo	PAI %	Disolvente	∂d	∂p	∂h
14	1,5	LP100 (octilpirrolidona)	8,5	2,7	2,3
15	0	ftalato de dimetilo	9,1	5,3	2,4
16	10	N-metilcaprolactama	8,5	2,2	2,1
17	2	dietilacetoacetamida	8,2	4,0	2,9
18	1	tetrametilguanidina	N/A	N/A	N/A
19	9	fosfato de trimetilo	8,2	7,8	5,0
20	9	fosfato de trietilo	8	5,6	4,5
21	0	furfural	9,1	7,3	2,5
UN	10	NMP	8,8	6,0	3,5

Aunque, en algunos casos, fueron prometedores desde el punto de vista de las características de solubilidad, se descartaron los siguientes disolventes para uso en sistemas comerciales debido a un perfil de toxicidad desfavorable: 2-pirrolidinona, DMAC (dimetilacetamida), DMF (dimetilformamida), NEP (N-etilpirrolidona), vinilcaprolactama, 5-metil-2-hidroxietilpirrolidona, 5-metil-2-pirrolidinona, 1,5-dimetilpirrolidona, tetrametilurea, NVP (N-vinilpirrolidona), N-metilcaprolactama y furfural. Además, sulfolano, LP-100 (octilpirrolidona) y ftalato de dimetilo se descartaron debido a su incapacidad para solubilizar PAI o PEI en cualquier grado significativo.

Los candidatos restantes fueron ensayados en aplicaciones de revestimientos. El objetivo principal de estos aglomerantes en revestimientos de fluoropolímero es como una capa de imprimación para proporcionar adhesión del revestimiento al sustrato (que, a su vez, requiere la adhesión de la imprimación al sustrato y la adhesión de la imprimación a la capa de revestimiento de fluoropolímero aplicada en la parte superior de la imprimación). Las disoluciones de aglomerante candidatas restantes se evaluaron en un ensayo industrial para adhesión al sustrato, el ensayo Cross Hatch Tape Adhesion (ensayo CHTA), así como un ensayo de resistencia a la adhesión/abrasión, el ensayo Mechanical Tiger Paw (ensayo MTP).

Todas las disoluciones de resina ensayadas produjeron revestimientos lisos.

Procedimiento de ensayo: ensayo Cross Hatch Tape Adhesion (ASTM D3359)

El procedimiento de ensayo sigue el de la ASTM D3359-92a. Con el fin de completar una selección básica de disolventes para el reemplazo de NMP, se usó una imprimación azul sin carga con una capa final de PTFE básica con espesores de película relativos de 0,3 y 0,4 mils.

Composición básica de imprimación acuosa:

55-65% de agua

5-6% de PAI

2-5% de reemplazo de NMP

2-6% de co-disolvente

5-10% de tensioactivo

1-4% de amina

5-10% de fluoropolímero

5-10% de pigmento

0-10% de otros aditivos

Composición básica de la capa final acuosa

35-65% de agua

30-45% de fluoropolímero

7-12% de tensioactivo

0-10% de otros aditivos

Los revestimientos se aplicaron por pulverización a sartenes de aluminio liso usando un procedimiento de 2 etapas: (a) el revestimiento de imprimación se pulverizó sobre la sartén, y se secó a 150ºF (65,5°C) durante 5 minutos; (b) la capa de acabado se pulverizó sobre la capa de imprimación, y se curó a 800ºF (427°C, temperatura del metal medida) durante 10 minutos. La película seca se marca con una cuchilla a través del revestimiento hasta el metal desnudo con una plantilla de cuadrícula que tiene espaciados de 1 mm. Se realizaron once cortes paralelos con la plantilla de rayado, procedimiento que luego se repitió en ángulo recto con respecto a la primera serie de cortes, con el fin de producir una cuadrícula de 100 cuadrados en el revestimiento. La cinta adhesiva (Scotch Tape, 3M, St. Paul, MN, EE.UU.) se presiona uniformemente sobre cada superficie de revestimiento sobre el área marcada, y luego se arranca uniformemente en un ángulo de 90 grados. La adhesión al sustrato se evaluó de acuerdo con la cantidad de película de pintura que se retiró o levantó mediante la cinta de la siguiente manera:

Calificación "A": todas las incisiones son lisas, y no hay pérdida de adhesión en los cuadrados, en las esquinas o en los puntos de intersección de los cortes.

Calificación "B" - se encuentra una ligera descamación en el punto de intersección de los cortes.

Calificación "C": hay una pérdida sustancial de adhesión a lo largo de los puntos de intersección de los cortes y pérdida de adhesión en los cuadrados.

Calificación "D" - pérdida completa de adhesión.

Procedimiento de ensayo - Ensayo mecánico de la pata del tigre

El ensayo Mechanical Tiger Paw (ensayo MTP) consiste en calentar una sartén o disco revestido a aproximadamente 400ºF (204°C), y crear un patrón de desgaste moviendo una cabeza giratoria y pesada con 3 recargas de bolígrafo, hacia adelante y hacia atrás sobre la superficie. Se ensaya una sartén nueva (calificación = 10) hasta que se completa el ensayo cuando se observa una "rotura" contigua del revestimiento hasta el sustrato metálico (calificación = 5). Cuanto más tiempo tarde en alcanzar una calificación de "5", mejor será la resistencia al desgaste del revestimiento. El resultado del ensayo MTP se mide en minutos.

Tabla 3. Efecto del codisolvente de formulación sobre las propiedades de la película (adhesión y resistencia a la abrasión) para disoluciones acuosas de aglomerante

Ejemplo	**Nombre del disolvente**	**CHTA**	**MTP**
1	NMP (comparativo)	A	55
2	dimetilpiperidona (Xolvone)	B	48
3	dimetilpropilenurea	B	47
4	dimetilacetoacetamida	A	58
5	dietilacetoacetamida	B	31
6	Acetoacetamida	A	79
7	tetrametilguanidina	A	70
8	N-metilacetoacetamida	A	51
9	dimetilsulfona	A	50

Un requisito de cualquier disolución de aglomerante de reemplazo es que debe tener un rendimiento igual o mejor en los ensayos de adhesión y resistencia a la abrasión en comparación con las disoluciones acuosas de aglomerante actuales que utilizan NMP. Una calificación CHTA de "B" se considera inaceptable, al igual que un resultado de MTP de menos de 55 minutos. Los siguientes codisolventes candidatos no lograron producir disoluciones acuosas de aglomerante que den como resultado una adhesión suficiente al sustrato y, por lo tanto, no están de acuerdo con la invención: dimetilpiperidona (Xolvone), dimetilpropilenurea y dietilacetoacetamida. Del resto, los siguientes codisolventes candidatos no lograron producir disoluciones acuosas de aglomerante que dan como resultado una resistencia a la abrasión suficiente y, por lo tanto, tampoco están de acuerdo con la invención: N-metilacetoacetamida y dimetilsulfona.

Los codisolventes preferidos que producen disoluciones acuosas de aglomerante que dan como resultado una buena adhesión al sustrato y una buena resistencia a la abrasión incluyen: dimetilacetoacetamida, acetoacetamida y tetrametilguanidina. Para los codisolventes preferidos, también se prepararon disoluciones acuosas de aglomerante que comprenden polieterimida y se descubrió que producían revestimientos lisos con buena adhesión al sustrato y buena resistencia a la abrasión. Para facilidad de manejo y disponibilidad, los codisolventes más preferidos para uso en disoluciones acuosas de aglomerante de poliamidaimida o polieterimida son dimetilacetoacetamida.

REIVINDICACIONES

1. Una disolución acuosa de aglomerante que comprende a) agua, b) poliamidaimida o polieterimida, c) una amina, y d) uno o más disolventes; en la que el uno o más disolventes comprende dimetilacetoacetamida, acetoacetamida, tetrametilguanidina o mezclas de los mismos; en el que el término "poliamidaimida" también incluye ácido poliámico y sales de ácido poliámico a partir de las cuales se puede derivar la poliamidaimida; y en la que la amina (c) y el disolvente (d) pueden ser iguales o diferentes.

2. Una disolución acuosa de aglomerante de la reivindicación 1, que comprende además modificadores de la viscosidad, disolvente de dilución, aglomerantes, pigmentos, cargas, ayudas de dispersión, modificadores de la tensión superficial y fluoropolímeros.

3. La disolución acuosa de aglomerante de la reivindicación 1, en la que el disolvente de dilución es un dieter, un alcohol o un éter de glicol.

4. La disolución acuosa de aglomerante de la reivindicación 1, en la que la amina (c) y el disolvente (d) son iguales.

5. La disolución acuosa de aglomerante de la reivindicación 4, en la que la amina (c) y el disolvente (d) son ambos tetrametilguanidina.