



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

**ESPAÑA** 



11 Número de publicación: 2 707 448

(51) Int. CI.:

C08G 65/331 (2006.01) C09D 201/00 (2006.01) C09D 7/00 (2008.01)

C09D 5/02 (2006.01)

(12)

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

19.04.2007 PCT/US2007/009813 (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional:

(87) Fecha y número de publicación internacional: 01.11.2007 WO07124142

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 19.04.2007 E 07755897 (1) (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 24.10.2018 EP 2013261

(54) Título: Estabilizadores para revestimientos acuosos con un tiempo abierto mejorado

(30) Prioridad:

19.04.2006 US 793291 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 03.04.2019

(73) Titular/es:

HERCULES LLC (100.0%) 500 Hercules Road Wilmington, DE 19808, US

(72) Inventor/es:

BAKEEV, KIRILL; CHU, SUNG, GUN; **EVERETT, TARA, LYN; KRUYTHOFF, DIRK;** LOO, DEKAI; **NGUYEN, TUYEN, THANH y** SALOMONS, WILLEMINA, GEESIEN

(74) Agente/Representante:

AZNÁREZ URBIETA, Pablo

#### **DESCRIPCIÓN**

Estabilizadores para revestimientos acuosos con un tiempo abierto mejorado

#### SOLICITUDES RELACIONADAS

5 Esta solicitud reivindica la prioridad de la solicitud provisional US nº de serie 60/793.291, presentada el 19 de abril de 2006.

#### CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere al uso de un estabilizador para aumentar el Tiempo Abierto de una composición de revestimiento acuosa tal como se describe en las reivindicaciones.

#### 10 ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

15

El Tiempo Abierto es una propiedad de la pintura que es de alta importancia para el pintor. Se define como el tiempo máximo que la pintura puede ser re-trabajada antes de que las deformaciones que presenta la pintura, tales como marcas de brocha, etc., sean permanentes. Es sabido que las pinturas de látex acuosas tienen un Tiempo Abierto corto en comparación con las pinturas basadas en disolvente. El origen de esta diferencia radica en el hecho de que el aglomerante en las pinturas acuosas no es soluble en la fase continua (agua). Sin embargo, son posibles ciertas mejoras para prolongar el Tiempo Abierto mediante la adición de co-disolventes. La exigencia de reducir los VOC (compuestos orgánicos volátiles) en la pintura requiere otras soluciones para prolongar el Tiempo Abierto, además de la adición de co-disolventes.

- Uno de los métodos tradicionales para mejorar el tiempo abierto de la pintura es adicionar co-disolventes y agentes coalescentes. El uso de glicoles o de disolventes de alto punto de ebullición es ya conocido. No obstante, esto no es deseable en pinturas que deben cumplir los límites de compuestos orgánicos volátiles que rigen en la actualidad. Otra desventaja de la adición de disolventes es la reducción de la resistencia al bloqueo y el arrastre de impurezas se vuelve un problema. La EP 1500589 indica que un tiempo abierto de 10 minutos se considera óptimo.
- La publicación EP 1500689A1 describe la preparación y composición de un revestimiento acuoso de un látex acrílico preparado y estabilizado con un coloide protector, pigmentos y diluyentes, agentes humectantes o de liberación, coalescentes y espesantes. La composición de revestimiento depende de la presencia de PVOH (polialcohol vinílico) como estabilizador; también puede emplearse PVOH copolimerizado con etileno (comercializado por Kuraray Co. Ltd.) o la acetilación parcial de los grupos OH. Aunque destinada para pinturas libres de disolvente, la EP 1500689 demuestra un tiempo abierto mejorado en una pintura de esmalte que contiene casi un 10% de agentes coalescentes y codisolventes (casi 10% de PG (propilenglicol) y Texanol® éster alcohol, disponible de Eastman Chemicals).
  - La US 6.303.189 describe la adición de una dispersión de poliuretano (PU) a un revestimiento acuoso, donde la Tg (temperatura de transición vítrea) de la dispersión de poliuretano es menor que la del polímero látex. Las dispersiones de PU tienen tamaño de partícula pequeño (30 nm) y una Tg baja (~-50°C ~-10°C). Aquí el nivel de co-disolvente (propilenglicol) todavía era de aproximadamente el 9,4% en peso.
- La publicación EP 593.151A1 describe una mejora del tiempo abierto desarrollando un látex con aún grupos de reacción, o la mezcla del látex con compuestos que tienen grupos de reacción complementarios.
  - La publicación WO 02/32980 muestra la preparación y uso de un poliuretano (auto)reticulable dispersable en agua con un peso molecular relativamente bajo. Este aglomerante se reticula mediante diferentes reacciones químicas posibles.
- La publicación EP 62.106A1 describe la fabricación de látex acrilato y látex estireno-acrílico estabilizados con PVOH como coloide protector. Preferentemente, el látex se estabiliza sin tensoactivos.
  - La publicación EP 538.571A1 describe la preparación de látex vía una polimerización en emulsión libre de tensoactivos de una mezcla seleccionada de monómeros con PVOH determinados. Esta patente no menciona el tiempo abierto como parámetro crucial a mejorar.
- La US 4.552.908 describe una mejora del tiempo abierto de una pintura utilizando oligómeros de bajo peso molecular que son formadores de película dispersables en agua y tienen grupos de acoplamiento.
  - La US 5.270.380 también describe el uso de un aglomerante con grupos reactivos.

La US 6.040.368 describe la preparación y uso de un látex con acetoacetato, acetoacetamida, cianoacetato y cianoacetamida como grupos pendientes. También se describe el uso de poliéter monoamina o diamina con funcionalidad amina primaria o secundaria y un alquilpoliglucósido. Estos polímeros se acoplan mediante la reacción de la diamina con el acetoacetato para formar estructuras enamina.

La US 6.762.230 describe un revestimiento con coalescente y un polímero látex, donde el coalescente puede reaccionar. La GB-A-2298427 describe el aumento del tiempo abierto de una composición de revestimiento acuosa empleando como aditivo una dispersión de poliuretano.

#### SUMARIO DE LA INVENCIÓN

Esta invención se refiere al uso de una composición estabilizadora para aumentar el tiempo abierto de un revestimiento acuoso que comprende un polímero de tipo AB. El B del polímero tipo AB puede ser cualquier tipo de oligómero o polímero soluble en agua/dispersable en agua. El A del polímero tipo AB está unido covalentemente a B y es un "tipo peine" cuya estructura tiene la siguiente fórmula:

$$\begin{array}{c|c}
R_1 & R_1 \\
\hline
C & R_2 \\
\hline
R_2 & R_2
\end{array}$$

En la fórmula anterior, R comprende un hidrocarburo C<sub>1</sub> a C<sub>30</sub>, que puede ser lineal o ramificado, alifático o aromático, o combinaciones de éstos. R<sub>1</sub> puede ser H, CH<sub>3</sub> o C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>. R<sub>2</sub> puede ser CH<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, CONH ó CH<sub>2</sub>. La identidad del R2 puede ser la misma o diferente cada vez que aparece en el polímero tipo AB. R<sub>3</sub> puede ser H u OH. La "n" indica un entero de 1 a 100. La "m" puede ser 0 ó 1.

La composición de revestimiento acuosa en la que se puede usar el estabilizador de la presente invención puede seleccionarse del grupo consistente en pinturas, tintes, barnices, adhesivos y tintas.

Los estabilizadores empleados en la presente invención son particularmente adecuados para su uso de aumentar el tiempo abierto de una pintura látex arquitectónica, pero también puede emplearse en pinturas de emulsión alquídicas para aumentar su tiempo abierto.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

Sorprendentemente se ha encontrado que el tiempo abierto de las pinturas puede aumentarse significativamente empleando el estabilizador de la presente invención. Este estabilizador puede prepararse en una etapa preliminar del proceso de fabricación de la pintura o puede adicionarse después de que la pintura haya sido formulada, superando con ello la necesidad de requerir que el estabilizador ya esté en la etapa de preparación del látex. Así, es más fácil y más versátil su uso. También muestra los beneficios en pinturas verdaderamente libres de disolvente donde el tiempo abierto es un problema.

La composición estabilizadora de la presente invención se utiliza para aumentar el Tiempo Abierto de una composición de revestimiento acuosa y es un polímero tipo AB. El segmento "B" del polímero tipo AB puede ser cualquier tipo de oligómero o polímero soluble en agua/dispersable en agua. El segmento B puede seleccionarse del grupo consistente en polietilenglicol, poliacetalpoliéter (PAPE), acrilato, acrilamida y óxido de polietileno. Un segmento "B" preferente de uso en la presente invención es poliacetalpoliéter (PAPE). Los polietilenglicol. Otro segmento "B" preferente de uso en la presente invención pueden seleccionarse del grupo consistente en monometilpolietilenglicol e hidroxipolietilenglicol. El polietilenglicol puede ser un polietilenglicol coronado en su extremo con metoxi. El segmento "B" de uso en la presente invención puede ser un oligómero monofuncional.

El "A" del polímero tipo AB se une de forma covalente a "B" y tiene la siguiente fórmula:

$$\begin{array}{c|c}
R_1 & R_1 \\
\hline
C & R_2 \\
\hline
R_2 & R_2 \\
\hline
R_3 & R_2 \\
\hline
R_1 & C \\
\hline
R_2 & R_3 \\
\hline
R_2 & R_3
\end{array}$$

En la fórmula anterior, R comprende un hidrocarburo  $C_1$  a  $C_{30}$ , que puede ser lineal o ramificado, alifático o aromático, o combinaciones de éstos.  $R_1$  puede ser H,  $CH_3$  ó  $C_2H_5$ .  $R_2$  puede ser  $CH_2O$ ,  $CO_2$ , CONH ó  $CH_2$ . La identidad del  $R_2$  puede ser igual o diferente cada vez que aparece en el polímero tipo AB.  $R_3$  puede ser H u OH. "n" indica un entero de 1 a 100. "m" puede ser O ó 1.

"A" puede seleccionarse del grupo consistente en polifenoxi glicidil éter, metilfenil glicidil éter, etilhexil glicidil éter, fenil glicidil éter y alquil glicidil éter. Preferentemente, "A" es metilfenil glicidil éter o etilhexil glicidil éter.

Los estabilizadores de la presente invención se usan particularmente para aumentar el tiempo abierto de composiciones acuosas. Además del estabilizador, las composiciones acuosas también contienen un polímero formador de película. En múltiples pinturas arquitectónicas, el polímero formador de película es un látex. En otros usos finales, los polímeros formadores de película pueden utilizarse y seleccionarse del grupo consistente en acrilatos de alquilo, alcoxiacrilatos, metacrilatos de alquilo, alcoximetacrilatos, vinil ésteres de ácidos carboxílicos saturados, monoolefinas y dienos conjugados.

10

30

45

El polímero formador de película típicamente contiene al menos un monómero etilénicamente insaturado. Este monómero etilénicamente insaturado puede seleccionarse del grupo consistente en ácido acrílico, ácido metacrílico, acrilato de butilo, metacrilato de metilo, acrilato de 2-etilhexilo, ésteres acrílicos, estireno, vinil éteres, haluros de vinilo y vinilideno, N-vinilpirrolidona, etileno, propileno o alfa-olefinas superiores, alilaminas, alil ésteres de ácidos monocarboxílicos saturados y amidas de los mismos, acetato de alilo, propionato de alilo, lactato de alilo, sus amidas, mezclas de éstos, y mezclas de los mismos.

Estos estabilizadores son útiles para la post adición a la pintura, pero no están limitados a la adición en esta etapa, es decir, estos aditivos también podrían emplearse en la preparación de la pasta de pigmento (etapa de trituración), durante la preparación de la fase continua acuosa y también pueden emplearse como estabilizadores durante la preparación del látex. Por tanto, la composición estabilizadora puede añadirse a la solución acuosa antes de que el polímero formador de película se disperse o emulsifique en la solución acuosa, después de que el polímero formador de película se disperse o emulsifique o al mismo tiempo que el polímero formador de película se disperse o emulsifique.

El nivel de dosis a la cual estos estabilizadores funcionan es extremadamente bajo, por contraste con el uso de codisolventes, que requieren un elevado nivel de dosis antes de que aparezcan diferencias evidentes del tiempo abierto. La composición estabilizadora de la presente invención puede utilizarse a niveles de dosificación por encima de aproximadamente 0 a aproximadamente un 10% en peso de composición acuosa de revestimiento, preferentemente alrededor de un 0,1 a alrededor de un 3% en peso, más preferentemente de 0,5 a aproximadamente el 1% en peso de la composición acuosa de revestimiento.

La invención se basa en el concepto de retardar la formación de película de las partículas aglomerantes o de los polímeros formadores de película en la pintura mejorando su estabilidad hacia la coalescencia y la coagulación. Este hecho ya fue observado como la principal fuerza motriz del tiempo abierto.

Estos estabilizadores contienen una parte cuya afinidad por las partículas de látex es muy alta y otra parte altamente soluble en la fase continua de la formulación de pintura.

La elevada afinidad de la parte látex se construye químicamente de tal forma que es muy poco probable la desorción del látex. Así, el estabilizador de la presente invención puede verse como irreversiblemente adsorbido a la partícula del látex.

40 Los estabilizadores de esta invención pueden utilizarse como post-estabilizadores, pero también pueden emplearse como espesantes para la pintura, afectando así a las propiedades reológicas de la pintura, y pueden estabilizar la pintura durante su producción. Cuando se emplean como espesantes, estas sustancias químicas descritas en las invenciones sirven para prolongar el tiempo abierto de la pintura.

Los estabilizadores de la presente invención son de utilidad en cuanto a que pueden utilizarse en múltiples composiciones acuosas seleccionadas del grupo consistente en pinturas, tintes, barnices, adhesivos y tintas. De interés

particular es el uso de los estabilizadores de la presente invención para aumentar el tiempo abierto de las pinturas de látex. Los estabilizadores de la presente invención también son de utilidad para aumentar el Tiempo Abierto de pinturas alquídicas en emulsión.

Una de las ventajas de la presente invención es su aplicación en diversos sistemas. Los aditivos que se describen en esta invención pueden utilizarse en la preparación del látex, en la preparación de pintura como espesante, o como post-aditivo después de que se ha preparado la pintura completa. Asimismo, son posibles combinaciones del uso. Una ventaja de esta invención es para generar una excelente estabilidad de los artículos aglomerantes en el sistema (durante la fabricación del látex o como post-estabilizador), muy probablemente debido a una muy buena adsorción sobre el látex. Esta es una de las principales ventajas sobre el uso de agentes los tensioactivos habituales, que tienden a desorberse siempre que esto sea energéticamente más favorable.

Los estabilizadores de la presente invención pueden utilizarse como agentes tensioactivos, dispersantes, encapsulantes, estabilizadores para la polimerización en emulsión y de emulsiones alquídicas, así como otras dispersiones.

Las composiciones acuosas normalmente se formulan con otros componentes para dar las propiedades deseadas al producto en uso, así como al producto final. Estos componentes adicionales pueden seleccionarse del grupo consistente en pigmentos, cargas, espesantes, biocidas, antimoho, agentes tensioactivos, dispersantes y desespumantes.

#### **Definiciones**

5

10

"Tiempo Abierto": la duración del tiempo en que un revestimiento permanece lo bastante húmedo para permitir pasar la brocha en la película, sinónimo de tiempo de Borde Húmedo (Wet Edge).

20 "Borde Húmedo" (Wet Edge): el borde de un área húmeda pintada que puede seguirse trabajando.

Los ejemplos solo se establecen con fines ilustrativos, pero debe entenderse que el experto en la materia puede realizar otras modificaciones de la presente invención sin apartarse del espíritu y alcance de la misma. Las partes y porcentajes que se utilizan en los ejemplos son en peso, a menos que se indique de otro modo.

Los Ejemplos 1, 2, 3, 4 y 5 se presentan para describir las vías de síntesis para preparar los estabilizadores de la presente invención.

#### Ejemplo 1

Como se muestra, el estabilizador es de tipo AB, donde la composición de B era óxido de polietileno, A era polifenoxi glicidil éter, se obtuvo un estabilizador de acuerdo con el Esquema 1 siguiente.

MeO
$$\stackrel{O)-Na}{n+m}$$
  $\stackrel{O}{\longrightarrow}$  MeO $\stackrel{O)-H}{m-1}$ 

30 Una mezcla de PEG-monometil (PM = 5K, 41,5 g), NaOH (0,7 g) se calentó a 80°C durante una hora, se adicionó metilfenil glicidil éter (7,0 g). La mezcla se calentó a 120°C durante 8 horas. El producto se disolvió en tolueno (200 ml) y se precipitó en hexano (600 ml), dando un sólido (45 g) después del lavado y secado. Éste se denominó 1A.

Del mismo modo, otra composición de polifenil glicidil éter en peine con PEG-O-Me se preparó a partir de PEG-O-Me (60 g), NaOH (1 g) y fenil glicidil éter (12,5 g). El producto se denominó 1B.

En los experimentos anteriores, el material tipo peine se preparó a partir de un oligómero PEG monofuncional. También es conveniente preparar este oligómero monofuncional a partir de un oligómero multifuncional hidrolizable. El enlace

hidrolizable podría ser un grupo conectivos sensibles al ácido, como acetal, éster, o un grupo conectivo sensible a bases, como carbonato, éster o amida.

#### Ejemplo 2

10

25

30

45

50

Los siguientes ejemplos muestran oligómeros hidroxi-PEG-polihidrófobos preparados por hidrólisis de oligómeros telequélico-polihidrófobo-PEG-acetal.

En la producción del material estabilizador se utilizó hidroxi-PEG(4K)-polifenil glicidil éter.

Una mezcla de PEG (4K, 60 g), NaOH (1,3 g) se calentó a 80°C durante una hora. Se adicionó dibromometano (1,3 g) y se continuó la mezcla de reacción a 80°C durante 2 h. Se adicionó metilfenil diglicidil éter (4 g). La reacción se mantuvo a 120°C durante 4 h. Después de enfriar a 80°C, se añadieron 50 ml de tolueno, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (3 ml, 3M) y agua (3 ml) y la mezcla se agitó durante 4 horas. El producto fue separado por precipitación en hexano (500 ml) y remojo en IPA (500 ml). Después del secado se recogieron 62 g del material. La SEC dio 90% de material mono-coronado. La 1H NMR indicó que el material tenía un 5% de hidrófobo en peso. El producto se denominó 2A.

En la producción del material estabilizador se utilizó hidroxi-PEG(8K)-polifenilglicidil éter.

Una mezcla de PEG (8K, 60 g), NaOH (1,3 g) se calentó a 80°C durante 1 h. Se adicionó dibromometano (0,65 g) y la mezcla de reacción se continuó a 80°C durante 2 h. Se adicionó metilfenil glicidil éter (4,25 g). La reacción se mantuvo a 120°C durante 4 h. Después de enfriar a 80°C, se adicionaron 50 ml de tolueno, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (3 ml, 3M) y agua (3 ml) y la mezcla se agitó durante 4 h. El producto fue separado por precipitación en hexano (500 ml) y remojado en IPA (500 ml). Después del secado se recogieron 63 g del material. La SEC dio 80% de material mono-coronado. La 1H NMR indicó que el material tenía un 5% de hidrófobo en peso. El producto se denominó 2B.

20 En la producción del material estabilizador se utilizó hidroxi-PEG(20K)-polifenil glicidil éter.

Una mezcla de PEG (20 K, 53 g), NaOH (1,3 g) se calentó a  $80^{\circ}$ C durante 1 h. Se adicionó dibromometano (0,23 g) y la mezcla de reacción se continuó a  $80^{\circ}$ C durante 2 h. Se adicionó metilfenil diglicidil éter (7 g). La reacción se mantuvo a  $120^{\circ}$ C durante 4 h. Después de enfriar a  $80^{\circ}$ C, se adicionaron 50 ml de tolueno  $H_2SO_4$  (3 ml, 3M) y agua (3 ml) y la mezcla se agitó durante 4 h. El producto fue separado por precipitación en hexano (500 ml) y remojo en IPA (500 ml). Después del secado se recolectaron 57 g de material. La SEC dio 85% de material mono-coronado. La 1H NMR indicó que el material tenía un 7.9% hidrófobo en peso. El producto se denominó 2C.

Se produjeron otros ejemplos utilizando métodos semejantes a los Ejemplos 2A, 2B y 2C anteriores. De éstos, un ejemplo se describe con PEG(12 K)/PGME (60 g/14 g), del que se estima contiene un 30% de peines dobles en la parte "A" del polímero. Este producto se denominó 2D. Se describe otro ejemplo conteniendo PEG(20 K)/PGME (60 g/14 g), estimando un contenido de un 30% de peines dobles en la parte "A" del polímero. Este producto se denominó 2E. Se describe otro ejemplo conteniendo PEG(12 K)/PGME (60 g/4 g), estimando un 30% de peines dobles en la parte "A" del polímero. Este producto se denominó 2F. Se describe otro ejemplo con un contenido de PEG (20 K)/PGME (60 g/4 g), del que se estima contiene un 30% de peines dobles en la parte "A" del polímero. Este producto se denominó 2G.

Ejemplo 3 Preparación de diversos estabilizadores de la presente invención: 3A; 3B; 3C; 3D; 3E; 3F; 3G; 3H y 3I.

La reacción se llevó a cabo en un matraz de fondo redondo de tres bocas de 500 ml, equipado con manta calefactora con control de temperatura, termopar, condensador de reflujo (en la parte alta, conectado a un burbujeador de gas para visualizar el flujo de gas), tapón de caucho para inyectar sustancias químicas, entrada de nitrógeno, motor agitador, varilla agitadora de vidrio con cuchilla de teflón removible, obturador de gas y cojinete.

Se mezcló PEG 8K ó PEG 10 K (60 g) y NaOH (1,23 g) bajo lecho de N<sub>2</sub> y se calentó a 80°C, manteniéndose durante 15 minutos con agitación para disolver el NaOH. Los productos 3A y 3C se prepararon utilizando PEG coronado en su extremo con metoxi (mono-coronado) en lugar de PEG normal. El producto 3H era semejante al 3A con la excepción de que contenía un 16% de MPGE en peso en lugar del 17% de MPGE encontrado en 3A.

El reticulante (precalentado a 50°C) DBM (dibromometano) se adicionó con jeringa a través del tapón; la cantidad de DBM utilizada fue exactamente 0,5 moles de PEG utilizado. La mezcla se mantuvo a 80°C durante una hora para la reacción. Los productos 3A y 3C fueron preparados sin este paso de acoplamiento. En los productos 3B, 3D, 3E y 3F se utilizó dibromometano. Durante la preparación de 3B y 3G, se adicionaron 10 ml de tolueno después de la reacción con el dibromometano.

Después de la reacción, el reactivo hidrofóbico (por ejemplo, glicidil éter básico) fue inyectado a través del tapón, en una cantidad de 7,58 gramos (= 12% en peso) de MPGE ó 10,2 g (= 17% en peso) de MPGE u 11,57 g (= 15% de EHGE, etilhexil glicidil éter). La temperatura se elevó a 120°C y se mantuvo a esta temperatura durante 2 horas. Después de la reacción la temperatura se disminuyó a 100°C.

Para el paso de hidrólisis, se adicionó  $H_2SO_4$  1,5 M (aproximadamente 12 ml) y se dejó reaccionar durante 4 horas. El producto 3I era HM-PAPE (PAPE  $C_{16}$ ) sólido, que fue hidrolizado.

El procedimiento después de la hidrólisis dependió de la presencia de tolueno en la mezcla de reacción.

Cuando el tolueno no estaba presente, la mezcla de reacción se vertió en un recipiente de aluminio y se enfrió a temperatura ambiente. El producto se extrajo del recipiente con cuchara y fue purificado adicionalmente.

Cuando el tolueno estaba presente, se adicionaron a la mezcla de reacción otros 100 g de tolueno. La temperatura se mantuvo a 80°C durante 15 minutos. Con agitación, la mezcla se enfrió a temperatura ambiente.

La mezcla de reacción se decantó y precipitó en 200 g de hexano y además se purificó.

La purificación del producto se llevó a cabo como sigue: el precipitado en hexano fue filtrado en "vacío" utilizando un embudo Buchi equipado con un disco de papel filtro S&S rundfilter 589³ Ø 90 mm No. Ref. 300209. Después de la filtración, el residuo se extrajo con cuchara del embudo, se trituró en un mortero y se puso nuevamente en el embudo Buchi. El residuo se lavó entonces con un total de 100 g de acetato de etilo (EA) como sigue. Se adicionó EA hasta que todo el producto de reacción estaba cubierto por el líquido, luego se realizó la filtración en condiciones atmosféricas hasta que el residuo tenía una apariencia "seca", entonces se aplicó un "vacío" muy bajo (1.000 mbar) hasta que pasó todo el líquido. A continuación se aplicó un vacío completo hasta que todo el líquido pasó. Este procedimiento fue repetido hasta que se utilizó todo el EA. Después, se llevó a cabo el mismo procedimiento de lavado con hexano. El producto fue además secado durante 12 h a 45°C.

#### Ejemplo 4

5

Se mezcló PEG 4K (12 g) y PEG 5K (45 g) y NaOH (2,88 g) bajo lecho de N<sub>2</sub> y se calentó a 80°C para fundir el PEG. La mezcla se mantuvo a 80°C y se le adicionaron mediante inyección 2,16 g de trimetilolpropano etoxilato (TMPE) precalentado (50°C). La mezcla se mantuvo a 80°C durante una hora para la reacción. El reticulante, precalentado a 50°C, DBM (2,08 gramos en 15 ml de tolueno) se adicionó con jeringa a través del tapón. La mezcla se mantuvo a 80°C durante una hora para la reacción. Después de la reacción, se inyectó el reactivo hidrofóbico (por ejemplo, álcali glicidil éter) a través del tapón en una cantidad de 10,13 gramos (= 16% en peso) de MPGE ó 9,33 (= 14% en peso) de EHGE (etilhexil glicidil éter) ó 10,67 g (= 16% en peso de EHGE). La temperatura se elevó a 120°C y se mantuvo durante 2 horas. Se adicionaron otros 100 gramos de tolueno y la mezcla de reacción se decantó y precipitó en 200 g de hexano. El precipitado en hexano se purificó además como se describe anteriormente.

#### Ejemplo 5 Preparación de diferentes estabilizadores (invención)

Los pasos de reacción para producir las muestras 5A, 5B, 5C, 5D, 5E se indican más adelante y fueron producidos de acuerdo con la representación esquemática siguiente.

$$HO \longleftrightarrow_{n} H + CH_{2}Br_{2} \longrightarrow HO \longleftrightarrow_{n} O \longleftrightarrow_{n}$$

Las composiciones de los estabilizadores producidos en los Ejemplos 1-5 se listan abajo en la Tabla 1.

Tabla 1

Denominación	Descripción química
1A	MPEG (5K)/PGME (41,5g/7g) peine monocatenario NaOH 0,7/45
1B	MPEG (5K)/PGME (60g/12,5g) peine monocatenario 1g/70
2D	PEG (12K)/PGME (60g/14g) estimado 30% peines dobles
2E	PEG (20K)/PGME (60g/14g) estimado 30% peines dobles
2F	PEG (12K)/PGME (60g/4g) estimado 30% peines dobles
2G	PEG (20K)/PGME (60g/4g) estimado 30% peines dobles
3A	Lineal 5K 17% MPGE
3B	Lineal 8K 12% MPGE
3E	Lineal 15K 12% MPGE
3C	Lineal 10K 12% MPGE
3D	Lineal 8K 12% MPGE
4A	Ramificado 6K 16% MPGE
4B	Ramificado 6K 14% C8
4C	Ramificado 6K 14% C8
3H	Lineal 5K 16% MPGE
3G	Lineal 5K 16% C8
3E	Lineal 10K 12% MPGE
3I	Lineal 8K desconocido % C16
5E	MPGE-PEG 4K SO <sub>3</sub> Na
5D	MPGE-PEG 12K SO₃Na
5A	MPGE-PEG 12K
5B	MPGE-PEG
5C	MPGE-PEG SO₃Na

Ejemplo 6 Uso de materiales poliméricos estabilizadores como aditivos en pinturas de látex acuosas

5 Este Ejemplo 6 describe el uso de los polímeros estabilizadores de la presente invención como aditivos en diferentes formulaciones de pintura acuosa.

Los estabilizadores se añadieron a la formulación de pintura después de preparar la pintura completa. El mezclado y el equilibrio de pintura más estabilizador se llevó a cabo mediante agitación en tambor suave durante una noche (pinturas A y D).

- Las pinturas fueron preparadas individualmente. El aditivo se disolvió en agua en concentraciones elevadas antes de la adición a la pintura y se mezcló durante una hora con la pintura base utilizando un mezclador de laboratorio Caframo tipo RZR1 adaptado con una pala de hélice de 3 palas de 5,08 cm (dos pulgadas) de diámetro. Posteriormente se espesó la pintura utilizando una cantidad de espesante que sin el estabilizador habría dado como resultado una viscosidad de pintura de 100 KU de viscosidad.
- 15 De todas las pinturas se evaluó el tiempo abierto de acuerdo con los siguientes procedimientos:

#### Ensayo X de Tiempo Abierto A&D:

20

25

Se aplicó una capa de 100 µm ó 200 µm de la pintura de ensayo sobre paneles de prueba Leneta (forma P121-10N). Inmediatamente después de aplicar la pintura, se hicieron en la película ocho cruces en forma de X. Las "X" fueron dibujadas utilizando el borrador de la cabeza de un lápiz. La "X" debe hacerse de modo que ninguna pintura sea visible sobre la tarjeta en un ancho de 5 mm. Antes del recubrimiento de las "X", se prepara la brocha de pintura (Copenhagen Gold Marine #16). La preparación de la brocha se llevó a cabo recubriendo la brocha con la pintura a ensayar y luego aplicando la pintura a un panel de ensayo con un mínimo de 20 aplicaciones. Dependiendo del tiempo abierto esperado, el primer revestimiento de una "X" comenzó entre 1 y 10 minutos después de la aplicación de la película húmeda. Justo antes del revestimiento se aplicaron 0,6 g de pintura en el centro de la "X". Este revestimiento se completó con un mínimo de 20 aplicaciones o hasta que el arrastre de la brocha aumentó debido a la resistencia severa de la brocha.

Se repitió entonces el mismo procedimiento cada 2 minutos hasta que la "X" permaneció visible a través de la pintura fresca.

Después de terminar la prueba, el panel de ensayo se dejó secar durante la noche.

#### Ensayo X de Tiempo Abierto RC

Una capa de 0,025 cm (10 mil) de la pintura de ensayo se aplicó sobre un bloque liso Leneta. Inmediatamente después de extender la pintura, se hicieron seis cruces en forma de X en la película utilizando la cabeza borrador de un lápiz. La "X" se hizo de modo que ninguna pintura fuera visible en la tarjeta en un ancho de 0,63 cm (¼ de pulgada). Antes del revestimiento de las "X", se preparó la brocha de pintura (brocha de 1½"). La preparación de la brocha se completó con el su recubrimiento con la pintura a ensayar y luego aplicando la pintura a un panel con un mínimo de 20 aplicaciones. Tras la preparación de la brocha, ésta se cargó una vez más con pintura fresca hasta el punto de que solo estaba húmeda. Tres minutos después de la aplicación de la película húmeda, paso A, se hizo el primer recubrimiento de una "X". Este recubrimiento fue llevado a cabo con un mínimo de 20 aplicaciones o hasta que el arrastre de la brocha aumentó debido a la resistencia severa de la brocha.

Luego se repitió el mismo procedimiento cada minuto hasta que la facilidad de manejo ya no era realista debido a la fijación de la primera capa aplicada. Entre estos dos intervalos de minuto, la brocha de pintura se cubrió con una hoja de aluminio para reducir el riesgo de secado. Después de terminar la prueba, el panel de ensayo se dejó secar durante una noche.

Los resultados de la mejora del tiempo abierto tras el uso de la invención como aditivo se establecen en las Tablas 3, 4, 5, 6 y 10.

Método de ensayo del Tiempo Abierto

Materiales necesarios para el ensayo de tiempo abierto:

Pinturas a examinar

10

35

20 Placa de vidrio u otro aparato para hacer aplicaciones (capas)

Medidor anticorrimiento de intervalo normal Leneta (3-12 mil)

Panel Gráfico negro liso Leneta (forma BH)

Cronómetro u otro dispositivo de tiempo

Pipetas de transferencia plásticas (para pasar la pintura al panel Leneta)

25 Brocha de pintura 1½ pulgadas de ancho

Cinta adhesiva

- 1. La cinta se utilizó para asegurar el panel Leneta BH a una superficie de nivel en plano en la preparación para la aplicación de pintura y el ensayo. Estos paneles eran más grandes que las cartas de opacidad normalmente utilizadas para las aplicaciones.
- 30 2. La pintura a ensayar se aplicó utilizando el medidor anticorrimiento de intervalo normal, la mitad de la longitud del panel.
  - 3. El cronómetro se inició inmediatamente después de la aplicación. El ensayo se hizo en intervalos de un minuto.
  - 4. Después de un minuto en el cronómetro, la brocha de pintura fue sumergida en la pintura a ensayar y aplicada a través de las rayas de la pintura hechas por el medidor anticorrimiento. La pintura se aplicó desde la raya de 12 mil hasta la raya de 3 mil (derecha a izquierda), para un total de 20 aplicaciones.
  - 5. Se repitió el paso 3 a los dos minutos, tres minutos, etc., hasta que ya no había espacio para otra raya en el panel. Esto normalmente sucedía después de 6 ó 7 rayas pintadadas.
  - 6. Se apagó el cronómetro después de que la raya final se había pintado sobre el panel Leneta.
  - 7. La cinta fue retirada del panel Leneta y el panel Leneta del área de aplicación.
- 40 8. El panel recién pintado se dejó secar durante la noche en condiciones ambientales antes de la evaluación.
  - 9. El punto final fue considerado el momento en que un borde angosto de pintura seca era visible sobre el borde derecho de la raya 5 mil de pintura. Esto variaba de una pintura a otra. El borde debería ser una línea completa y a través del área de aplicación de la pintura.

Notas sobre el procedimiento:

- 45 10. Si no era visible ningún punto final después de transcurrir 7 minutos, se preparó otro panel Leneta para la pintura a ensayar siguiendo los pasos 1-3 anteriores. Sin embargo, se comenzó a pintar el panel a los 7 minutos, en lugar de un minuto. Se continuó el pintado en intervalos de un minuto de acuerdo con el procedimiento original antes indicado. Esta variante tomará tiempos abiertos de 13 minutos, lo cual normalmente es suficiente para determinar un punto final.
- Puede utilizarse una serie repetida de muestras de pintura/paneles para determinar el valor promedio del tiempo abierto. Se recomienda un mínimo de dos paneles; no obstante, para propósitos de detección, uno puede ser suficiente. Se usan controles pasa y no pasa según sea necesario si se prueban diferentes formulaciones de un tipo de pintura determinado.

#### Ejemplo comparativo 1

Se describe el uso de agentes tensoactivos habituales y aditivos co-disolventes en las pinturas de látex acuosas en comparación con los estabilizadores de la presente invención.

El procedimiento fue seguido como se describe en el Ejemplo 6, con la excepción de que ahora se empleó un agente tensoactivo o co-disolventes habituales como aditivos en lugar de los estabilizadores de la presente invención. Los resultados de

#### Ejemplo 7

Se describe el uso de estabilizadores de la presente invención como modificadores de reología en pinturas de látex acuosas.

Las pinturas fueron preparadas de acuerdo con las formulaciones mencionadas en la Tabla 2. Los estabilizadores de la presente invención fueron empleados como modificadores de reología. En las Tablas 7, 8, 9, 11, 12 y 13 se muestran los datos mostrando el rendimiento de estas formulaciones de pintura.

#### Ejemplo 8

Se describe el uso de los estabilizadores de la presente invención como aditivos en formulaciones acuosas de pintura alquídica en emulsión.

Los resultados de mejora del Tiempo Abierto tras el uso del estabilizador de la presente invención como aditivo se indican en la Tabla 10.

Además, estos materiales pueden utilizarse como post-aditivos en revestimientos acuosos. Estos compuestos también pueden utilizarse como modificadores de la reología en revestimientos acuosos, sirviendo así para funciones duales.

#### 20

#### Tabla 2: Formulaciones de pintura utilizadas

#### Pintura semi-brillo A&D con látex acrílico libre de VOC

Ingrediente	Partes en peso
Agua	56
AMP 90	2
Dispex GA 40	6
Dehydran 1293	5
Preventof D7	2
Tioxide RHD2	179
Omyacarb CL extra	79
(dispersar 20 min 4000 t)	
Surfynol 104E	6
Neocryl XK 96	50 1
Dehydran 1293	9
Espesante	x
Agua	155
Total	1000

### Pintura mate PVC 70 libre de disolvente A&D

Partes en peso
164
3
3
3
100
50
50

Omyacarb 2 GU	264	
Micro Talc VVT 1	47	
Agitan 315	1	
Prevantol 07	2	
Agua	25	
Mowilith LDM 1871	158	
Espesante	x	
Agua	130	
Total	1000	<u> </u>

## Pintura base pastel, semi-brillo, para interiores (57 g/l VOC), vinil acrílica (UCAR 379G):

Denominación	Ingrediente	Partes en peso
Grind	Agua	140,0
Hegman >6	Propilen glicol	8,0
	Texanol	5,0
	Tamol 731A	10,0
	Tergitol NP-9	3,0
	AMP-95	2,5
	Drew Plus 1-475	2,0
	Ti-pure R-900	200,0
	Polygloss 90	50,0
Letdown	Drew Plus L-475	2,0
Hold	Látex	400,0
	Espesante y agua	200,0
	Total	1022,5

Propiedades de la

pintura: % PVC: 27,1 % Vol sólidos: 31,7 % coalescente: 6,8 % volátil: 53,06

% agua 51,54

Densidad, lbs/galón: 10,56 VOC (g/l)):56

126,54 g/cc

## 5 Pintura semi-brillo interior VOC Zero PVC 25

Denom.	Ingredientes	Partes en peso	Ingredientes	Partes en peso
Grind	Agua	136,3	Agua	136,3
	Tamol731A	12,0	Tamol731A	12,0
	Ammonia	2,5	Ammonia	2,5
	Strodex PK-90	2,0	Strodex PK-90	2,0
	Trition CF-10	2,0	Tritíon CF-10	2,0
	Drew Plus L-475	1,5	Drew Plus L475	1,5
	Proxel GXL	1,5	Proxel GXL	1,5
	Ti-pure R-706	230,0	Ti-pure R-706	230,0
	Atomite Attagel 50 UCAR 300	30,0 5,0 452,0	Atomite Attagel 50 Optive 130	30,0 5,0
Hold	Allager 50 OCAN 500	5,0 452,0	Allager 50 Oplive 150	497,2
	Drew Plus L-475	3,0	Drew Plus L475	3,0
	Espesante y agua	151,5	Espesante y agua	106,3
	Total	1061,5	Total	1061,5

## ES 2 707 448 T3

Propiedades pintura: % PVC: 24,8 % Vol sólido: 35,0 % en peso sólidos:

48,6

Densidad, lbs/galón: 10,6 VOC (g/l): <1

12,70 g/cc

Para una pintura de <50g/l VOC a cada pintura (1061,5 partes) se adicionaron 18,0 partes de etilenglicol.

Pintura mate para interiores (PVC 60) vinil acrílica (UCAR 300)

Tabla 3: Tiempo Abierto de la pintura semi brillo A&D tras la post adición del aditivo estabilizador

Código pintura	Espesante utilizado en la pintura	Código muestra estabilizador adicionado	% estab. adicionado (peso en la pintura total)	Tiempo Abierto (min) Condiciones (°C,%HR)	Viscosidad Brookfield (mPa·s)
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	ninguno	0	5 (20°C, 60% HR)	2250
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	ninguno	0	4 (21°C, 60%)	
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	ninguno	0	3.75 (22°C, 60%)	
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1A	0.1	3.5 (22°C, 60%)	
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1A	0.5	5 (22°C, 60%)	
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1A	1	8 (21°C, 60%)	1
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1A	2.5	8 (21°C, 60%)	
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1 A	5	8 (21°C, 60%)	
TK 080604 E	Natrosol®250 HBR HEC	ninguno	0	3 (20°C, 60% HR)	9500
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	ninguno	0	3.5 (21°C, 60%)	
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	ninguno	0	4.5 (22°C, 60%)	
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	1B	0.1	5.5 (22°C, 60%)	
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	1B	0.5	6.5 (22°C, 60%)	
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	1B	1	6 (21°C, 60%)	8000
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	1B	2.5	6 (21°C, 60%)	
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	1B	5	6 (21° C, 60%)	7900

## ES 2 707 448 T3

Aquaflow® NLS 200 modificador reológico disponible de Hercules Incorporated. Natrosol® 250 HBR hidroxietilcelulosa disponible de Hercules Incorporated.

a 4: Tiempo	la 4: Tiempo Abierto de la pintura semi-l	ntura semi-	brillo A&D tras la p	brillo A&D tras la post adición de 1% en peso del aditivo estabilizador	n peso del adi	tivo estab	lizador	
Código	Composición	Tiempo	Condic, (HR (%), Viscosidad	Viscosidad	Viscosidad	Nivel	Nivel	Resist, a corrimiento (□m)
prod.	producto	Abierto	T(°C))	Stormer (KU)	ICI y (cP)	Leneta	NYPC	
Ninguno	-	4,5	60%,20°	-	95	6	5	350
3A	Lin 5K 17% MPGE	2 9	60%,20°	81	09	6	2	300
3B	Lin 8K 12% MPGE	2 %	60%,20°	>150	220	_	-	009
Ninguno		4,5	55%,20°	102	95	6	5	350
3D	Lin 15K 12% MPGE	6,5	55%,20°	1	85	6	5	300
3E	Lin 10K 12% MPGE	6,5	55%, 20°	108	110	6	5	350
3F	Lin 8K 12% MPGE	2 %	55%, 20°	1	110	6	5	350
Ninguno	-	2	55%,21,5°	102	-		-	1
4 <b>A</b>	Bmch 6K 16% 6,5*) MPGE	( 6,5*)	55%, 21,5°	68	-	1	-	1
4B	Bmch 6K 14% C8	6,5	55%, 21,5°		-	1	ı	1
4C	Bmch 6K 16% C8	6,5	55%, 21,5°	1	-	ı	1	1
4 <b>A</b>	Bmch 6K 16% MPGE	9,7	55%, 21,5°	68	-	1	-	1
Ninguno		4,5	55%, 21°					ı
3G	Lin 10K 12% MPGE	2 9	55%, 21°	-	-	1	-	1
31	Lin 8K C16	2	55%, 21°	-	-	-	-	-
3C	Lin 5K 15% C8	6,5	55%, 21°	-	-	-	-	1
**** 0000 00 /(	0/ Op 2000 11tiliandの Op 11.201 do 10/ Op 200	0 10/ 00 000						

\*0,5% en peso utilizado en lugar de 1% en peso

Tabla 5: Tiempo Abierto de la pintura mate PVC 70 A&D tras la post adición del aditivo estabilizador

Código producto	Composición producto	Tiempo Abierto (min)	Condiciones (HR (%), T (°C))
Ninguno	-	4,5	55%, 21,5°
5C	MPGE-PEG 4K SO <sub>3</sub> Na	6	55%, 22°
5B	MPGE-PEG 12K SO₃Na	5,5	55%, 22°
5A	MPGE-PEG 12K	5,5	55%, 22°
Ninguno		4	55%, 21°
5D	MPGE- PEG	5	55%, 21°
5E	MPGE-PEG SO₃Na	5,6	55%, 21°
5C	MPGE-PEG 4K SO₃Na	6,5	55%, 21°

Tabla 6: Tiempo Abierto de la pintura semi-brillo 0-VOC RC (PVC 25) tras la post adición del aditivo estabilizador

Látex en la pintura	Espesante en la pintura	Código muestra estabilizador adicionado	% estabil, adicionado (peso sobre pintura total)	Cond, Tiempo Abierto (min) (F,%HR)	Visc, Stormer (KU)	Visc, ICI (Poise)
Optive 130	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	ninguno	0	1,5 (73F, 50% HR)	109	0,53
Optive 130	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1A	1,5	3,5 (73F, 50% HR)	84	0,65
Optive 130	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	1B	1,5	3 (73F, 50% HR)	87	0,60
UCAR 300	Natrosol® 250 MBR HEC	ninguno	0	1,5 (73F, 50% HR)	103	0,62
UCAR 300	Natrosol® 250 MBR HEC	1A	0,95	3 (73F, 50% HR)	107	OS30
UCAR 300	Natrosol® 250 MBR HEC	18	1,5	4 (73F, 50% HM)	94	0,90

Natrosol® 250 MBR hidroxietilceulosa disponible de Hercules Incorporated.

10

Tabla 7: Tiempo Abierto de la base pastel semi-brillo RC con látex UCAR 379G, pinturas VOC 57 g/l con los aditivos estabilizadores como único espesante de pintura

Código espesante	Portador para espesante	TE (% peso)	Viscosidad Stormer	Viscosidad ICI	Tiempo abierto (min)	Nivel
X33487-95BC	Agua/butilcarbitol(75/125)	1,47	98	1,254	8	5
Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	Agua/butilcarbitol(20/20)	0,58	101	1,19	5,5	6

Tabla 8: Tiempo Abierto de la pintura semi-brillo interior VOC Zero PVC 25 RC con base en UCAR 300, los aditivos estabilizadores como único espesante de la pintura

Estabilizador	TE (% peso)	Viscosidad Stormer (KU)	Viscosidad ICI	Brillo 60°	Resistencia a corrimiento	Nivel Leneta	Tiempo abierto (min)
Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	0,46	100					2
MBR	0,68	101	0,6	43,3	16	1	1

2G	1,99	103	2,5	34,5	8	10	5
2F	2,07	101	2,3	33,6	6	10	5,5
2E	0,56	107	0,5	46,6	24+	5	3
2D	0,42	98	0,3	42,7	24+	6	3

Tabla 9: Tiempo abierto de la pintura semi-brillo interior VOC Zero PVC 25 RC con base en UCAR 300, con los aditivos estabilizadores como modificadores de reología en combinación con Aquaflow NLS 200

Estabilizador	% en peso	% en peso	Viscosidad	Tiempo	Tiempo abierto
	estabilizador en		Stormer	abierto	(min), medido por
	pintura	pintura	(KU)	(min)	diferente operador
Ninguno	0	0,46	100	<3	<3
Triton CF-10	0,40	0,56	98	3	<3
1B	1	0,56	102	<3	<3
2F	1	0,21	99	4,5	6
2G	1	0,21	101	5	6
2G	0,5	0,28	96	<3	<3

# 5 Tabla 10: Tiempo Abierto de la pintura alquídica en emulsión A&D tras la post adición del aditivo estabilizador

Código	Espesante	Código muestra	% estabilizador	Tiempo abierto (min)
pintura	utilizado en la	estabilizador	adicionado (peso en	Condiciones (°C, %HR)
	pintura	adicionado	pintura total)	
DK100602		Ninguno	0	4,5 (19,5°C, 55% HR)
		1A	1	5 (19,5°C, 55% HR)
		1A	1,85	5 (19,5°C, 55% HR)
		1B	1	5 (19,5°C, 55% HR)
		1B	2,5	5 (19,5°C, 55% HR)

Tabla 11: Tiempo Abierto de la pintura semi-brillo VOC-Zero RC (PVC 25) con Rovace 990 como látex tras la post adición del aditivo estabilizador

Código aditivo	% en peso aditivo	Método de prueba Tiempo Abierto (minutos)
Ninguno	0	3
Etilen glicol	3	9
3B	1	7,5
3H	1	6,5
3H	0,5	5,5
3G	1	7

Tabla 12: Tiempo Abierto de la pintura semi-brillo VOC-Zero RC (PVC 25) con Rhoplex® SG630 como látex tras la post adición del aditivo estabilizador

Código aditivo	% en peso aditivo	Método de prueba Tiempo Abierto
		(minutos)
Ninguno	0	3,8
Etilen glicol	3	10
3B	2	4,7

Tabla 13: Tiempo Abierto de la pintura PVC RC 60 con UCAR 300 como látex tras la post adición del aditivo estabilizador

	autivo estabilizador					
Código aditivo	% en peso aditivo	Método de prueba Tiempo Abierto (minutos)				
Ninguno	0	4				
Etilen glicol	3	9				
4A	2	7				
3D	2	7				

15

10

Tabla 14: Tiempo Abierto de la pintura semi-brillo A&D tras la post adición del agente tensoactivo regular (comparación)

Código pintura	Espesante utilizado en la pintura	Código de muestra estabilizador adicionado	% estabilizador adicionado (peso sobre pintura total)	Tiempo Abierto (min), Condiciones (°C, %HR)
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	Ninguno	0	3.5 (22°C, 50%)
TK 070604 C	Aquaflow® NLS 200 modificador reológico	Triton CF-10	0.5	3.5 (22°, 50%)
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	ninguno	0	4 (22°C, 50%)
TK 080604 E	Natrosol® 250 HBR HEC	Triton CF-10	0.5	4 (22°C, 50%)

Triton CF 10 es un agente tensoactivo muy utilizado en pinturas, 100% no iónico

# 5 Tabla 15: Tiempo Abierto de la pintura semi-brillo VOC-Zero RC (PVC 25) tras la post adición de solventes (comparación)

Látex utilizado	Espesante utilizado en	Código de muestra	% estabilizador	Tiempo
en la pintura	la pintura	estabilizador adicionado	adicionado (peso en sólidos látex)	abierto (min)
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Archer™ RC coalescente reactivo, disponible de ADM Brands	6	3
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Velate® 368 alquilo benzoato éster–disponible de Vesicol Chemical Corporation		
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Benzoflex® 9-88 plastificante disponible de Vesicol Chemical Corporation	6	2,5
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Benzoflex® 208 8 plastificador disponible de Vesicol Chemical Corporation	6	3
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Texanol™ éster alcohol, disponible de Eastman Chemical	6	2
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Butilcarbitol	16	3
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Etilenglicol	6	4
Optive 130	10% solución de HMPE (tipo NLS 200)	Ninguno	0	2,5

Aunque la invención se ha ilustrado mediante los ejemplos anteriores, ésta no debe ser considerada como limitada por éstos, más bien, la invención comprende el área genérica como se describe anteriormente. Pueden realizarse ciertas modificaciones y formas sin apartarse del espíritu y alcance de la invención.

#### **REIVINDICACIONES**

Utilización de una composición estabilizadora para aumentar el Tiempo Abierto de una composición de revestimiento acuosa, donde la composición estabilizadora comprende un polímero tipo AB, donde B comprende cualquier tipo de oligómero o polímero soluble en agua/dispersable en agua seleccionado del grupo consistente en polietilenglicol, poliacetalpoliéter (PAPE), acrilato, acrilamida y óxido de polietileno; y donde A, unido de forma covalente a B, comprende una estructura que tiene la siguiente fórmula:

$$\begin{array}{c|c}
R_1 & R_1 \\
\hline
C & R_2 \\
\hline
R_2 & R_2
\end{array}$$

donde

10 R comprende un hidrocarburo C<sub>1</sub> a C<sub>30</sub>, lineal o ramificado, alifático o aromático, o combinaciones de los mismos;

R<sub>1</sub> comprende H, CH<sub>3</sub> ó C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>;

R<sub>2</sub> comprende CH<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, CONH ó CH<sub>2</sub> y pudiendo ser R<sub>2</sub> igual o diferente;

R<sub>3</sub> comprende H u OH; n es un entero de 1 a 100; y m es 0 ó 1.

- 15 **2.** Uso según la reivindicación 1, donde el polietilenglicol se selecciona del grupo consistente en monometilpolietilenglicol e hidroxipolietilenglicol.
  - 3. Uso según la reivindicación 1, donde "B" comprende un oligómero monofuncional.
- **4.** Uso según la reivindicación 1, donde el polietilenglicol además comprende un polietilenglicol coronado en el extremo con metoxi.
  - 5. Uso según la reivindicación 1, donde "A" comprende etilhexil glicidil éter.
- 25 **6.** Uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la composición de revestimiento acuosa comprende un polímero formador de película.
  - 7. Uso según la reivindicación 6, donde el polímero formador de película comprende un látex.
- 8. Uso según la reivindicación 7, donde el polímero formador de película se selecciona del grupo consistente en acrilatos de alquilo, alcoxiacrilatos, metacrilatos de alquilo, alcoximetacrilatos, vinil ésteres de ácidos carboxílicos saturados, monoolefinas y dienos conjugados.
- Uso según la reivindicación 6, donde la composición de revestimiento acuosa además comprende uno o más de un componente adicional seleccionado del grupo consistente en pigmentos, cargas, espesantes, biocidas, anti-moho, agentes tensioactivos, dispersantes y desespumantes.
  - **10.** Uso según la reivindicación 6, donde la composición estabilizadora contiene aproximadamente un 0 a un 10% en peso de la composición de revestimiento acuosa.
- 40 **11.** Uso según la reivindicación 6, donde la composición de revestimiento acuosa se selecciona del grupo consistente en pinturas, tintes, barnices, adhesivos y tintas.