

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 776 635**

51 Int. Cl.:

C08G 65/331 (2006.01)

C09D 133/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.10.2016 PCT/US2016/055884**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.04.2017 WO17062700**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2016 E 16854378 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.12.2019 EP 3359515**

54 Título: **Agente humectante y antiespumante**

30 Prioridad:

07.10.2015 US 201562238260 P

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

31.07.2020

73 Titular/es:

**ELEMENTIS SPECIALTIES, INC. (100.0%)
469 Old Trenton Road
East Windsor, New Jersey 08512, US**

72 Inventor/es:

**VAN VLIET, BART;
HECK, JAMES, A.;
MANGNUS, EDUARDUS, MARIA;
JEURKAR, CHITRA;
DE VRIES, JELLE y
MULDER, ALART**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 776 635 T3

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

DESCRIPCIÓN

Agente humectante y antiespumante

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al uso de composiciones de alcoxilato multifuncionales como agentes dobles humectantes y antiespumantes.

Antecedentes de la invención

10 La capacidad de reducir la tensión superficial del agua es importante para las formulaciones de recubrimiento a base de agua, ya que la tensión superficial disminuida conduce a una humectación del sustrato mejorada, particularmente para superficies hidrófobas. La tensión superficial estática y dinámica son medidas importantes de la capacidad de un agente humectante para reducir la tensión superficial en sistemas acuosos.

Los surfactantes no iónicos tradicionales, tales como alquilfenol o etoxilato de alquilo y copolímeros de óxido de etileno (EO)/óxido de propileno (PO), y surfactantes aniónicos, tales como dialquil sulfosuccinatos de sodio, muestran propiedades de tensión superficial estáticas aceptables. Sin embargo, muchos de estos surfactantes crean espuma, lo que puede conducir a defectos en la superficie, mala adhesión y dificultades de procesamiento.

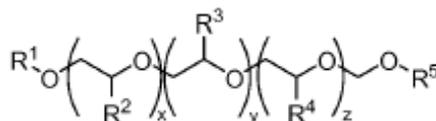
15 Ivanova et al. describe el uso de polietileno de cadena corta que tiene grupos terminales de alquilo en un lado de la cadena como agente humectante que tiene un efecto desespumante (véase COLLOIDS AND SURFACES A, vol. 413, páginas 307-313).

El documento US 2002/072573 A1 describe la preparación de Bz-PEG-OMe. El PEG tiene un Mw de 10000Da.

El documento US6001790 describe diferentes alcoxilatos de alcohol graso con extremos protegidos.

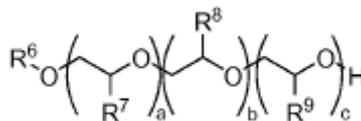
20 Resumen de la invención

En una realización, la invención proporciona un agente humectante que comprende una composición según la fórmula (I):



25 en la que R¹ se selecciona de nonilo, isononilo, 3,5,5-trimetilhexilo, octilo, 2-metilheptilo, 2-etilhexilo, 2,2,4-trimetil pentilo, 4-metil pentilo, heptilo, hexilo y combinaciones de los mismos; R² se selecciona de hidrógeno, metilo o etilo; R³ se selecciona de hidrógeno o metilo; R⁴ se selecciona de hidrógeno o metilo; R⁵ se selecciona de metilo o etilo; x es 0; y varía desde 2 a 5; z varía desde 3 a 10; en el que R³ es diferente de R⁴.

En otra realización, el agente humectante según la fórmula (I), que comprende además una composición según la fórmula (II):



30 en la que R⁶ es igual a R¹, R⁷ es igual a R², R⁸ es igual a R³ y R⁹ es igual a R⁴, a es igual a x, b es igual a y, y c es igual a z.

35 En diversas realizaciones, un 0.3% en peso de solución de la composición del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial dinámica medida que varía desde: 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 1000 ms o menos.

En otra realización diversa, un 0.3 % en peso de solución de la composición del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial dinámica medida que varía desde: 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m;

o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 30.000 ms.

40 En otras diversas realizaciones, un 0.3 % en peso de solución del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial estática que varía desde: 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m.

La presente invención proporciona además una realización para un método para desespumar y/o prevenir la formación de espuma de medios líquidos, que comprende mezclar una realización de agentes humectantes descritos en este documento, una emulsión de los mismos, o un polvo de los mismos, con los medios líquidos.

Breve descripción de los dibujos

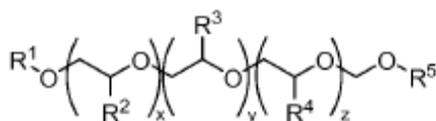
- 5 El resumen anterior, así como la siguiente descripción detallada de la invención, se entenderán mejor cuando se lean junto con los dibujos adjuntos.

La figura ilustra un gráfico de la edad de superficie frente a la tensión superficial para diversas composiciones inventivas descritas en este documento.

Descripción detallada de las realizaciones

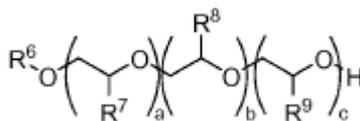
- 10 La presente divulgación proporciona un agente doble humectante y antiespumante.

Se describe un agente humectante que comprende una composición según la fórmula (I):



- 15 en la que R¹ se selecciona de un grupo alquilo ramificado, un grupo alquilo lineal o un grupo cicloalifático o un grupo aromático, cada uno con 6 a 15 átomos de carbono; R² se selecciona de hidrógeno, metilo o etilo; R³ se selecciona de hidrógeno, metilo o etilo; R⁴ se selecciona de hidrógeno, metilo o etilo; R⁵ se selecciona de metilo o etilo; x varía desde 0 a 5; y varía desde 0 a 10; z varía desde 1 a 10; con la condición de que cuando x varía desde 1 a 5, R² es diferente de R³; y con la condición de que cuando x = 0, R³ sea diferente de R⁴.

En una realización, el agente humectante según la fórmula (I), que comprende además una composición según la fórmula (II):



- 20 en la que R⁶ es igual a R¹, R⁷ es igual a R², R⁸ es igual a R³ y R⁹ es igual a R⁴, a es igual a x, b es igual a y, y c es igual a z.

- 25 En tales realizaciones, los agentes humectantes que comprenden composiciones según la fórmula I y la fórmula II que pueden contener cantidades variables de tales compuestos según: 50 % en peso de fórmula I y 50 % en peso de fórmula II; 60 % en peso de fórmula I y 40 % en peso de fórmula II; 75 % en peso de fórmula I y 25 % en peso de fórmula II; 85 % en peso de fórmula I y 15 % en peso de fórmula II; 95 % en peso de fórmula I y 5 % en peso de fórmula II.

- 30 En algunas otras realizaciones, los agentes humectantes que comprenden composiciones según la fórmula (I) y la fórmula (II) pueden contener cantidades variables de tales compuestos según: 50 % en peso -99 % en peso de fórmula I y 1 % en peso a 50 % en peso de fórmula II; 60 % en peso -99 % en peso de fórmula I y 1 % en peso a 40 % en peso de fórmula II; 70 % en peso -99 % en peso de fórmula I y 1 % en peso a 30 % en peso de fórmula II; 80 % en peso -99 % en peso de fórmula I y 1 % en peso a 20 % en peso de fórmula II; 90 % en peso -99 % en peso de fórmula I y 1 % en peso a 10 % en peso de fórmula II; 95 % en peso -99 % en peso de fórmula I y 1 % en peso a 5 % en peso de fórmula II.

- 35 En un aspecto del agente humectante según la fórmula (I), R¹ se selecciona de un grupo alquilo ramificado o grupo alquilo lineal o un grupo cicloalifático o un grupo aromático, cada uno con 6 a 10 átomos de carbono.

- 40 En una realización del agente humectante según la fórmula (I), R¹ se selecciona de nonilo, iso-nonilo, 3,5,5-trimetilhexilo, octilo, 2-metilheptilo, 2-etilhexilo, 2,2,4-trimetil pentilo, 4-metil pentilo, heptilo, hexilo y combinaciones de los mismos. En una de tales realizaciones, x es cero, y varía desde 2 a 5, z varía desde 3 a 10, R³ es hidrógeno o metilo y R⁴ es hidrógeno o metilo.

En las realizaciones de los agentes humectantes anteriores, un 0.3% en peso de solución de la composición del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial dinámica medida que varía desde: 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 1000 ms o menos.

En otras realizaciones de los agentes humectantes anteriores, un 0.3% en peso de solución de la composición del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial dinámica medida que varía desde: 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 30.000 ms.

5 En otras realizaciones de los agentes humectantes anteriores, un 0.3% en peso de solución del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial estática que varía desde: 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m.

10 En las realizaciones de los agentes humectantes anteriores, un 0.3% en peso de solución del agente humectante en solución acuosa tiene un valor de espuma de menos de 17 cm cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso, según el procedimiento de prueba de espuma descrito en este documento, y tiene un valor de espuma de menos de 3 cm cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso, a los 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma. En otra realización, la presente invención proporciona una composición acuosa que comprende una cantidad eficaz de cualquiera de los agentes humectantes anteriores en agua desionizada en la que el agente humectante también actúa como un agente antiespumante. En realizaciones de la composición acuosa, una cantidad eficaz de cualquiera de los agentes humectantes anteriores varía desde: 0.01 % en peso a 7.0 % en peso; 0.1 % en peso a 5.0 % en peso; 0.1 % en peso a 3.0 % en peso; 0.1 % en peso a 1.0 % en peso; y 0.1 % en peso a 0.5 % en peso.

20 En una de tales realizaciones, la composición acuosa tiene un valor de espuma de menos de 17 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso, según el procedimiento de prueba de espuma, descrito en este documento, y tiene un valor de espuma menor a 3 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma. En otra de tales realizaciones, la composición acuosa tiene un valor de espuma de menos de 10 cm cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso, según el procedimiento de prueba de espuma, descrito en este documento, y tiene un valor de espuma de menos de 1 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso, a los 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma. En otra de tales realizaciones más, la composición acuosa tiene un valor de espuma de menos de 5 cm cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso, según el procedimiento de prueba de espuma, descrito en este documento, y tiene un valor de espuma de menos de 1 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso, a los 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma. En incluso otra de tales realizaciones más, la composición acuosa tiene un valor de espuma de menos de 2 cm cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso, según el procedimiento de prueba de espuma, descrito en este documento, y tiene un valor de espuma de menos de 1 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso, a los 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma. En dicha realización particular, la composición acuosa tiene un valor de espuma de 0 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso según el procedimiento de prueba de espuma, descrito en este documento, y tiene un valor de espuma de 0 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso, a los 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma.

35 Cada una de las realizaciones anteriores de composición acuosa en la que el agente humectante también actúa como un agente antiespumante, el agente humectante también proporciona control de la tensión estática. En algunas de tales realizaciones, un 0.3% en peso de solución de la composición del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial dinámica medida que varía desde: 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 1000 ms o menos. En otras de tales realizaciones, un 0.3% en peso de solución de la composición del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial dinámica medida que varía desde: 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 30.000 ms. En aún otras realizaciones, un 0.3% en peso de solución del agente humectante en agua desionizada tiene una tensión superficial estática que varía desde: 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m. En otras realizaciones de las composiciones acuosas anteriores, la composición acuosa comprende un polímero de látex. En otras realizaciones de las composiciones acuosas anteriores, la composición acuosa comprende un pigmento.

50 En otras realizaciones de las composiciones acuosas anteriores, las realizaciones anteriores de agentes humectantes se pueden usar con aglutinante polimérico que puede ser ya sea disolvente o a base de agua. El aglutinante a base de agua está por lo general en forma de partículas poliméricas sólidas discretas formadas por la polimerización de al menos un monómero etilénicamente insaturado en un medio de difusión acuoso. Las partículas poliméricas se forman por lo general por polimerización en emulsión de acuerdo con tecnología conocida.

55 Las partículas poliméricas representativas que son apropiadas para la composición acuosa incluyen polímeros acrílicos, polímeros de acetato de vinilo, polímeros de cloruro de vinilo, uretanos acrílicos, alquidos reducibles con agua, emulsiones alquídicas, estireno acrílico, VAE y combinaciones de los mismos. Los polímeros acrílicos apropiados incluyen copolímeros de acrilonitrilo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido butilacrílico, acrilatos de butilo, acrilatos de etilo, metacrilato de metilo, acetato de vinilo, estireno y combinaciones de los mismos.

60 En otra realización de las composiciones acuosas anteriores, las realizaciones anteriores de agentes humectantes se pueden usar en una composición acuosa que comprende un pigmento que puede ser orgánico o inorgánico. Se puede incluir una amplia gama de pigmentos en la composición. Los pigmentos apropiados incluyen pigmentos inorgánicos

tales como dióxido de titanio, óxido de hierro pigmentario (Fe_2O_3) y pigmentos orgánicos que incluyen pigmentos azules, pigmentos verdes, pigmentos amarillos ariluro amarillo, Hansa® amarillo brillante, pigmentos rojos, quinacridona roja, pigmentos violetas, pigmentos anaranjados y materiales similares.

5 En otra realización de las composiciones acuosas anteriores, las realizaciones anteriores del agente humectante se pueden usar en recubrimientos que pueden ser ya sea disolventes o a base de agua. Por ejemplo, el recubrimiento a base de agua puede incluir promotores de adhesión, modificadores de la reología, agentes dispersantes, antiespumantes, biocidas, rellenos, aditivos de control de pH, extensores de tiempo abierto y polímeros que por lo general son componentes de látex a base de agua, y la composición del recubrimiento se puede denominar pintura "a base de látex".

10 En otras realizaciones del agente humectante anterior, el agente humectante se puede usar en formulaciones a base de agua, a base de disolvente o sin disolvente para recubrimientos industriales, recubrimientos para automóviles, adhesivos y aplicaciones de selladores con el fin de facilitar la humectación del sustrato, humectación del pigmento por la resina o el disolvente, y mejora la compatibilidad de composiciones multifásicas en tal como un epoxi que contiene partículas de caucho. Los ejemplos de adhesivos y tipos de resinas sellantes incluyen epoxi, poliuretano, acrílico, MS Polymer™, polímero SPUR, estireno-budieno, estireno-fenólico, ácido poliláctico, ácido poliaspártico, terpolímero etileno propileno dieno (EPDM), polisiloxano, poliurea, cementoso y también combinaciones híbridas de las resinas, tales como los productos de recubrimiento de epoxisilano.

15 En otras realizaciones del agente humectante anterior, el agente humectante se puede usar en recubrimientos en polvo con el fin de facilitar la humectación del sustrato, la humectación del pigmento por la resina o el disolvente, y mejorar la compatibilidad de composiciones multifásicas en tales como una formulación epoxídica que también contiene una resina de uretano. Los ejemplos de resinas de recubrimiento en polvo incluyen acrílico, poliéster, epoxi, polianhídrido, resinas insaturadas para curado por UV, glicolurilo, y combinaciones híbridas tales como productos acrílico-epoxi.

20 En otra realización, la invención proporciona un método para desespumar y/o prevenir la formación de espuma de medios líquidos mezclando el medio líquido con cualquiera de las realizaciones anteriores del agente humectante descrito en este documento, una emulsión del mismo o un polvo del mismo. En algunas de tales realizaciones, los medios líquidos comprenden un polímero de látex. En otras de tales realizaciones, los medios líquidos comprenden un pigmento.

25 Las diversas realizaciones de agentes humectantes, descritas en este documento, se pueden preparar de manera secuencial. En un ejemplo, el agente humectante se puede preparar mediante una primera etapa de propoxilación en la que las unidades estructurales de oxipropileno ("PO") se unen a un alcohol o una mezcla de alcoholes para formar un bloque de PO. Después de la etapa de propoxilación, se agregan unidades estructurales de oxietileno ("EO") para formar un bloque de EO unido al bloque de PO. Posterior a la etapa de etoxilación, se agrega una unidad estructural orgánica como un grupo final. Las unidades estructurales orgánicas incluyen trimetilsililo y trifluorometilo y similares. En otro ejemplo, el agente humectante se puede preparar mediante una primera etapa de etoxilación en la que las unidades estructurales de oxietileno ("EO") se unen a un alcohol o una mezcla de alcoholes para formar un bloque de EO. Después de la etapa de etoxilación, se agregan unidades estructurales de oxipropileno ("PO") para formar un bloque de PO unido al bloque de EO. Posterior a la etapa de propoxilación, se agrega una unidad estructural orgánica como grupo final. En otro ejemplo, el agente humectante se puede preparar mediante una primera etapa de etoxilación en la que las unidades estructurales de oxietileno ("EO") se unen a un alcohol o una mezcla de alcoholes para formar un bloque de EO. Después de la etapa de etoxilación, se agregan unidades estructurales de oxipropileno ("PO") para formar un bloque de PO unido al bloque de EO. Después de la etapa de propoxilación, se agregan unidades estructurales de oxietileno ("EO") para formar un bloque de EO unido al bloque de PO. Posterior a la etapa de etoxilación, se agrega una unidad estructural orgánica como grupo final. En los ejemplos anteriores, las unidades estructurales de oxipropileno individuales ("PO") se pueden cambiar por unidades estructurales de oxibutileno ("BO") para formar un bloque de BO. Este método se puede usar para realizar todas las permutaciones posibles como se describe en la fórmula I y la fórmula II.

Descripción de los métodos de prueba

Se pueden usar una variedad de métodos para caracterizar las propiedades físicas de composiciones de ejemplo de agentes humectantes y composiciones acuosas. Los métodos se describen a continuación.

50 Evaluación de la solución acuosa del agente humectante

Procedimiento de prueba de espuma

55 En un recipiente de vidrio limpio, se mezclaron 0.3 gramos de agente humectante y 99.70 gramos de agua desionizada durante dos minutos y luego se vertieron 50 mL de la mezcla en un cilindro graduado de 250 mL. Se colocó una piedra difusora de burbujas de aire limpio (Penn Plax Air Stone, cilindro de 7/16", modelo AS6B) a una tubería de goma que se conectó a una bomba de aire Maxima modelo # A-805 que suministra aire a 2.5 psi con una velocidad de flujo: 2300-2500 cc/min. Esta es la velocidad de flujo real con la piedra difusora en su lugar y se sumergió en 50 mL de agente humectante al 0.3% en peso en agua desionizada. La piedra difusora de burbujas de aire se colocó en el cilindro

graduado lleno con la solución acuosa: se bombea aire a la solución acuosa durante 30 segundos o, en el caso de soluciones espumosas, en un tiempo reducido hasta que la altura alcanza los 250 mL. Luego se detiene el suministro de aire.

5 La altura de la solución burbujeante se registra inmediatamente después de eliminar la fuente de aire y a intervalos de tiempo establecidos hasta que la altura de la solución vuelve a 50 mL o se estabiliza. Para el procedimiento de prueba de espuma, la marca de 200 mL, de un cilindro graduado de 250 mL, es igual a 17 cm \pm 0.2 cm.

Reducción de tensión superficial

10 La tensión superficial estática (SST) se puede medir por alguien experto en la técnica, con un tensiómetro de superficie (esto es, el tensiómetro Kruss™ K100) usando el método de la placa Wilhelmy. Las mediciones de la tensión superficial estática (SST) demuestran la tensión superficial más baja que un agente humectante puede lograr en una solución independiente de las restricciones de movilidad cinética que pueden tener los surfactantes particulares. Este es un indicador de la capacidad de reducción de la tensión superficial de un agente humectante. El método de la placa Wilhelmy para evaluar la SST es un método bien establecido en la industria y se usó para medir la tensión superficial producida por los agentes humectantes descritos en este documento.

15 La tensión superficial dinámica (DST) se puede medir por un experto en el arte con un tensiómetro de burbuja (esto es, el tensiómetro de burbuja Kruss™ BP2). Las mediciones de tensión superficial dinámica (DST) permiten evaluar la capacidad intrínseca de un agente humectante para reducir la tensión superficial interfacial. El DST mide la tensión superficial de las soluciones acuosas del agente humectante en un intervalo de edades de superficie generadas por el burbujeo de gas en las soluciones a diferentes velocidades. Al variar la velocidad de burbujeo, se crean diferentes edades de superficie de las superficies de burbujas, y el instrumento determina la tensión superficial en cada una de estas velocidades diferentes y revela restricciones intrínsecas de movilidad cinética que pueden tener determinados agentes humectantes. Las restricciones cinéticas de movilidad pueden limitar el rendimiento de humectación de un agente humectante cuando la velocidad de aplicación excede los límites de movilidad del agente humectante. Las edades de superficie cortas (10 ms) se relacionan con la formación rápida de gotas que puede ocurrir durante la atomización por pulverización. Las edades de superficie largas (30.000-50.000 ms) se pueden relacionar más cerca de las aplicaciones de recubrimiento con cepillado y nivelación. Esta técnica genera un perfil de curva característica para un agente humectante en el intervalo de edades de superficie en la prueba.

Difusión de gotas de agua

30 Se usaron paneles de plástico como sustratos para depositar las soluciones acuosas. Los paneles eran paneles de PC/ABS negros Dow Pulse 2000 de 4"x 6" (95 mm x 145 mm). El lado brillante se limpió con IPA usando una toalla de papel y se dejó secar al aire. Las soluciones de cada agente humectante se prepararon con anticipación a una concentración del 0.3% en peso en agua desionizada. Se probó una solución en blanco que contenía solo agua desionizada como referencia inicial.

35 La deposición de las soluciones acuosas en los paneles se realizó de la siguiente manera: se usó un panel separado para cada solución probada. Se usaron jeringas con agujas adheridas para depositar las soluciones (B-D 1cc25G 5/8 Tuberculin Syringe & Precision Glide Needle - Parte 9626). Las soluciones se extrajeron en la jeringa hasta que contenían exactamente 1.0 ml de la solución. La jeringa se colocó verticalmente en el centro del panel de prueba en el banco, con la punta de la jeringa orientada perpendicularmente y colocada en contacto directo descansando sobre la superficie del panel. El émbolo se presionó constantemente y el líquido se depositó lentamente durante 15 segundos, en el panel de prueba donde se colocó la aguja. Las soluciones se dejaron reposar sin perturbar para equilibrarse y difundirse durante 3-4 min. Se usa H₂O desionizada como el blanco de referencia. Las soluciones que se difundieron significativamente no tenían áreas simétricas. Luego, sus dimensiones (L x W) se midieron con una regla.

45 Se tomaron fotografías del patrón de difusión de gotas de agua en los paneles usando una cámara digital Sony DSC-HX10V. Las fotos se tomaron en ángulo dentro de una cabina de luz MM-1 GTI MiniMatcher (GTI Graphic Technology) para superar el desafío de poder ver los patrones líquidos transparentes claros en la parte superior de la superficie del panel negro brillante. Sus dimensiones (L x W) se midieron con una regla y se informan.

Métodos de prueba de evaluación de recubrimiento para los ejemplos 24-26

ASTM D523: se siguió la medición del brillo usando el medidor BYK Micro Trigloss

ASTM D562: Viscosidad Stormer

50 ASTM D714: Resistencia a la ampolla

ASTM D6736 Resistencia de bloqueo temprano

ASTM D1849: Estabilidad de almacenamiento

ES 2 776 635 T3

ASTM D2486: Resistencia al fregado

ASTM D4062: Nivelación

ASTM D4287: Cono y placa ICI

ASTM D4400: Resistencia al hundimiento

5 ASTM D4828: Lavabilidad

ASTM D 6736: Resistencia al pulido

ASTM D7190: Lixiviación de surfactantes

ASTM D8020: Estabilidad de congelación y descongelación

Modificaciones que se hicieron a los métodos ASTM

10 Se siguió la prueba D4287 de cono y placa ICI, excepto que el tiempo de retención fue de 5 segundos en lugar de 30 segundos.

Se siguió la D523 medición de brillo usando el medidor BYK Micro Trigloss.

Se siguió D6736 resistencia a la fricción excepto que la gasa se envolvió alrededor de una esponja seca que se insertó en el soporte de la esponja antes de encender la máquina.

15 D8020 estabilidad de congelación y descongelación: se agregaron agentes humectantes al 0.60% sobre el peso total de la pintura para diferenciar su ventaja sobre la estabilidad de congelación y descongelación. Las muestras se mezclaron en un agitador Red Devil y se analizaron para determinar la uniformidad y suavidad de la pintura. Las pinturas que eran uniformes y lisas fueron calificadas como que pasan. Las pinturas que se gelificaron y no se pudieron mezclar después de agitar hasta obtener una consistencia uniforme se calificaron como que fallan.

20 Prueba A1: formación de espuma del rodillo

La tendencia a la formación de espuma de un agente humectante se probó mediante aplicación con rodillo. Esto se logró vertiendo aproximadamente de 5 a 10 gramos de muestras de prueba una al lado de la otra directamente en un diagrama de flujo y pandeo de Leneta (formulario 7B) y luego haciendo una pasada hacia abajo con el rodillo a través de la lechada usando un Rodillo Purdy de siesta 3/8" y de 9" de ancho. La cantidad de espuma generada se evaluó visualmente y se calificó cualitativamente frente al control (sin agente humectante) usando la siguiente clasificación: 10 - Excelente; 7 - Bueno; 4 - Regular; 1 - Pobre.

25

Prueba A2: espumación por brocha

La tendencia a la formación de espuma del agente humectante se llevó a cabo tomando una brocha Gen X Chinex plano de 2" que se sumergió en un recipiente con la muestra de prueba y aplicando tres pinceladas a un diagrama de flujo y pandeo de Leneta (formulario 7B). La espuma resultante en la película se evaluó visualmente y se calificó cualitativamente frente al control (sin agente humectante) usando la siguiente clasificación: 10 - Excelente; 7 - Bueno; 4 - Regular; 1 - Pobre.

30

Prueba B: estabilidad del rodillo

Se colocaron 250 gramos de la muestra de prueba en un recipiente de ½ litro y se sometieron a agitación mecánica (rodillo) usando un agitador a 153 rpm durante un período de 24 horas y 12 días.

35

Método de prueba C: aceptación del color

La aceptación del color se midió usando 8 onzas de colorante/galón de pintura. El colorante era Colortrend Lamp Black 808B. La pintura de prueba se describe en el ejemplo 26.

Método de prueba D: cambio de rubor/color al contacto con el agua

40 Los paneles de prueba se curaron durante 24 horas a 25°C. Luego se sometieron a contacto con el agua durante 2 horas y se evaluó visualmente el cambio de color.

Método de prueba E: método de prueba de resistencia al tinte

Propósito: determinar la resistencia relativa al tinte de una pintura de base pastel blanca.

La formulación de la pintura base se describe en el ejemplo 26. La resistencia al tinte se midió usando 2 onzas de colorante/galón de pintura. El colorante era Colortrend Lamp Black 808B. La intensidad del tinte se midió usando un colorímetro Datacolor.

Procedimiento para la intensidad del tinte

- 5 1. Prepare una pintura tintada como se indica arriba a 2 onzas de colorante por galón de pintura.
2. Colocar en el agitador Red Devil durante 5 minutos.
3. Dejar descansar en un gabinete de temperatura controlada o baño de agua a 25 °C, durante 30 minutos.
4. Preparar una extracción de lado a lado con la pintura de control que se ha teñido de la misma manera con usando una barra Bird de 3 mil en un gráfico de Penopac (por ejemplo, formulario Leneta 1B)
- 10 5. Dejar secar en un ambiente controlado de temperatura y humedad (25 ±5 °C; 50 ±5% de humedad).
6. Medir la intensidad del tinte de la muestra de prueba y comparar con la pintura de control.

Método de prueba F: capacidad humectante del sustrato

- 15 La capacidad humectante del agente humectante se llevó a cabo tomando una brocha plano Gen X Chinex de 2" que se sumergió en un recipiente con la muestra de prueba y aplicando una cantidad mínima de muestra de prueba con el brocha sostenido perpendicular al sustrato y arrastrándolo para generar marcas de pincel. Dejar 5 minutos para que la muestra fluya y luego evaluar los defectos de la película en el sustrato. Los defectos de humectación resultantes que se manifestaron como arrastre en la película se evaluaron visualmente y se clasificaron cualitativamente frente al control (sin agente humectante) usando la siguiente clasificación: 10 - Excelente; 7 - Bueno; 4 - Regular; 1 - Malo.

Ejemplos

- 20 Los siguientes ejemplos describen y demuestran adicionalmente realizaciones ilustrativas dentro del alcance de la presente invención. Los ejemplos se dan únicamente con fines ilustrativos y no se deben interpretar como limitaciones de esta invención, ya que son posibles muchas variaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la misma.

Ejemplo 1

- 25 En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó 2-etilhexanol (1020.9 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (8.8 g) y la mezcla se calentó a 120 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. El agua se eliminó durante 2.5 horas en estas condiciones, la concentración final de agua fue del 0.06% en peso, con un peso total de destilado de 16.3 g. Se agregó óxido de propileno (887 g) a 120 °C, durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 2 horas). La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (1346 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C, hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 50 °C y se retiró del reactor, produciendo 3217 g de un líquido transparente e incoloro. Valor de OH: 131.26 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.06 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 6.6.
- 30

Ejemplo 2

- 35 Un matraz de fondo redondo de 500 mL, de cuatro cuellos se equipó con un agitador mecánico, un termómetro, un tapón y un condensador de reflujo cubierto con un tubo de entrada de gas. El matraz de fondo redondo se cargó con el ejemplo 1 (100 g) y monohidrato de ácido para-toluenosulfónico (1.8 g). Se cargó metilal (200 g) en una adición. La mezcla se calentó a reflujo a ± 50 °C, durante 12 horas. Se agregó carbonato de sodio (0.5 g) en agua (5 mL) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos. La mezcla se filtró a través de Celite, después de lo cual todos los volátiles se eliminaron a presión reducida (30 mbar, 50 °C), produciendo 107.34 g de un líquido incoloro turbio. Valor de OH: 32.8 mg de KOH/g; Valor ácido: 1.1 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.6.
- 40

Ejemplo 3

- 45 En un matraz de fondo redondo de cuatro cuellos y 500 mL, lleno de una atmósfera de nitrógeno y equipado con un agitador mecánico, un termómetro, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas, se disolvió monohidrato del ácido para-toluenosulfónico (1.88 g) en el ejemplo 1 (100 g). La mezcla se agitó a temperatura ambiente y se agregó dimetoximetano (200.00 g) en múltiples alícuotas. Entre las adiciones de alícuotas de dimetoximetano, la mezcla se calentó alternativamente a reflujo seguido de destilación al vacío, a ±30 mbar y 55-60 °C, para eliminar los volátiles. La mezcla se hizo reaccionar durante 12 horas. El carbonato de sodio (1.05 g) se disolvió en la cantidad mínima de agua (± 5 mL) y se agregó a la mezcla de reacción. El sólido de color blanco precipitó de la solución. Todos los volátiles se eliminaron a presión reducida. La mezcla resultante se filtró, produciendo 107.34 g de un líquido incoloro y turbio. Valor de OH: 32.8 mg de KOH/g; Valor ácido: 1.1 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.6.
- 50

Ejemplo 4

En un reactor de presión de vidrio limpio y seco de 1 litro, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una entrada de óxido de butileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó 4-metil-2-pentanol (771.8 g). Se agregó metanolato de sodio (2.32 g) y la mezcla se calentó a 100-125 °C. El reactor se abrió a la atmósfera y, mientras se rociaba con nitrógeno, el metanol se desionizó durante ± 2 horas. El reactor se cerró, la mezcla se calentó a 130-140 °C y se agregó óxido de butileno (423 g) durante 12 horas. La mezcla se enfrió a temperatura ambiente y se descargó del reactor produciendo 506.8 g de un líquido de color marrón. Valor de OH: 171.8 mg de KOH/g; Valor ácido: 3.2 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 10.3. El líquido de color marrón (359.8 g) se transfirió a un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión. La mezcla se roció con nitrógeno y se calentó a 140 °C, durante 30 minutos. Se agregó óxido de etileno (194 g) a 140 °C, durante aproximadamente 0.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 50 °C y se neutralizó con 0.63 g de ácido acético. Se retiraron 192 g de un líquido de color marrón del reactor: Valor de OH: 110 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.2 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 5.9.

Ejemplo 5A

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó 2-etilhexanol (771.8 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (8.9 g) y la mezcla se calentó a 120 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. El agua se eliminó durante 2.5 horas en estas condiciones, la concentración final de agua fue del 0.08% en peso, con un peso total de destilado de 21.8 g. Se agregó óxido de propileno (662 g) a 120 °C, durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 2 horas). La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (1506 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 40 °C y se retiraron 944.1 g de un líquido incoloro transparente del reactor, que se neutralizó con 3.68 g de ácido acético: Valor de OH: 112.9 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.13 mg de KOH/g, pH (1% en agua): 6.0.

Ejemplo 5B

La mezcla del producto que quedaba en el reactor, del ejemplo 5A, se calentó a 140 °C y se agregaron 339 g de óxido de etileno durante ± 0.25 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 40 °C y se retiraron 907 g de un líquido incoloro transparente del reactor, que se neutralizó con 3.05 g de ácido acético: Valor de OH: 96.4 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.12 mg de KOH/g, pH (1% en agua): 6.1.

Ejemplo 5C

La mezcla del producto que quedaba en el reactor, del ejemplo 5A, se calentó a 140 °C y se agregaron 205 g de óxido de etileno durante ± 0.25 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 70 °C y se retiraron 1580 g de un líquido incoloro transparente del reactor, que se neutralizó con 4.78 g de ácido acético: Valor de OH: 83.6 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.14 mg de KOH/g, pH (1% en agua): 6.1. La mezcla se enfrió luego a 40 °C y se eliminaron del reactor 964.7 g de un líquido incoloro transparente.

Ejemplo 6

Un matraz de fondo redondo de 500 mL, de cuatro cuellos, se equipó con un agitador mecánico, un termómetro, un tapón y una disposición de soxhlet, rematada con un tubo de entrada de gas y que contiene un tamiz molecular de 4 Å. El matraz de fondo redondo se cargó con el ejemplo 5C (100 g), bromuro de litio (0.51 g) y monohidrato del ácido para-toluenosulfónico (1.13 g). Se cargó metilal (200 g) en una adición. La mezcla se calentó a reflujo a ± 50 °C, durante 12 horas. Se agregó trietilamina (0.716 g) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos. La mezcla se filtró a través de Celite, después de lo cual todos los volátiles se eliminaron a presión reducida (30 mbar, 50 °C), produciendo 106.05 g de un líquido de color amarillo claro. Valor de OH: 5.4 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.58 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.8. Una solución al 0.3% en peso del ejemplo 6 en agua desionizada exhibió una tensión superficial estática de 29.71 mN/m. Una solución al 0.3% en peso del ejemplo 6 en agua desionizada exhibió una tensión superficial dinámica de 45 mN/ms a 10 ms.

Ejemplo 7

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó 3,5,5-trimetilhexanol (809.4 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (6.5 g) y la mezcla se calentó a 120 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bares y después de que se

desionizó durante 1 hora, la concentración final de agua fue del 0.01% en peso. Se agregó óxido de propileno (647 g) a 120 °C, durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 2 horas). La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (986 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 60 °C y se retiró del reactor, produciendo 2413 g de un líquido transparente e incoloro. Valor de OH: 127.5 mg de KOH/g; Valor base: 1.04 mg de KOH/g.

Ejemplo 8

En un matraz de fondo redondo de cuatro cuellos, 500 mL, lleno de atmósfera de nitrógeno y equipado con un agitador mecánico, un termómetro, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas, monohidrato del ácido para-toluenosulfónico (1.88 g) y bromuro de litio (0.86 g) se disolvió en el ejemplo 7 (100 g). La mezcla se agitó a temperatura ambiente y se agregó dimetoximetano (75.0 g) en múltiples alícuotas. Entre las adiciones de alícuotas de dimetoximetano, la mezcla se calentó alternativamente a reflujo seguido de destilación al vacío, a ± 30 mbar y 55-60 °C, para eliminar los volátiles. La mezcla se hizo reaccionar durante 3 horas. El carbonato de sodio (1.05 g) se disolvió en la cantidad mínima de agua (± 5 mL) y se agregó a la mezcla de reacción. El sólido de color blanco precipitó de la solución. Todos los volátiles se eliminaron a presión reducida. La mezcla resultante se filtró, produciendo 104 g de una mezcla clara, ligeramente amarilla, a la que se le agregó 1 g de agua. Número de OH: 19.6 mg de KOH/g; Número de ácido: 0.1 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 7.9. Una solución al 0.3% en peso del ejemplo 8 en agua desionizada exhibió una tensión superficial estática de 28.51 mN/m. Una solución al 0.3% en peso del ejemplo 8 en agua desionizada exhibió una tensión superficial dinámica de 35 mN/ms a 10 ms.

Ejemplo 9

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó octanol (699.6 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (5.01 g) y la mezcla se calentó a 135 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bares y se eliminó el agua durante 2 horas, la concentración final de agua fue del 0.08% en peso. Se agregó óxido de propileno (616 g) a 120 °C, durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 2 horas). La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (934 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 50 °C y se retiró del reactor, produciendo 2227.4 g de un líquido transparente e incoloro. Valor de OH: 137.8 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.13 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 6.3.

Ejemplo 10

Un matraz de fondo redondo de 500 mL, de cuatro cuellos se equipó con un agitador mecánico, un termómetro, un tapón y una configuración de soxhlet, rematado con un ejemplo 9 (100 g), bromuro de litio (0.825 g) y ácido para-toluenosulfónico monohidratado (1.8 g). Se cargó metilal (200 g) en una adición. La mezcla se calentó a reflujo a ± 50 °C, durante 12 horas. Se agregó carbonato de potasio (0.132 g) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos. La mezcla se filtró a través de Celite, después de lo cual todos los volátiles se eliminaron a presión reducida (30 mbar, 50 °C), produciendo 105.74 g de un líquido de color amarillo claro. Valor de OH: 25.4 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.5 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.5.

Ejemplo 11

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó isononanol (1000 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (7.9 g) y la mezcla se calentó a 120 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bares y se eliminó el agua durante 2 horas, la concentración final de agua fue del 0.06% en peso. Se agregó óxido de propileno (798 g) a 120 °C, durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 2 horas). La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (1211 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 50 °C y se neutralizó con ácido acético (5.3 g), produciendo 2931.8 g de un líquido transparente e incoloro. Valor de OH: 127.1 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.09 mg de KOH/g.

Ejemplo 12

Un matraz de fondo redondo de 500 mL, de cuatro cuellos, se equipó con un agitador mecánico, un termómetro, un tapón y un condensador de reflujo cubierto con un tubo de entrada de gas. El matraz de fondo redondo se cargó con el ejemplo 11 (100 g), bromuro de litio (0.825) y monohidrato del ácido para-toluenosulfónico (1.8 g). Se cargó metilal (200 g) en una adición. La mezcla se calentó a reflujo a ± 50 °C, durante 12 horas. Se agregó carbonato de sodio (1.0 g) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos. La mezcla se filtró a través de Celite, después de lo cual todos los volátiles se eliminaron a presión reducida (30 mbar, 50 °C), produciendo 107.13 g de un líquido de color amarillo transparente. Valor de OH: 12.3 mg de KOH/g; Valor ácido: 1 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.1.

Ejemplo 13

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó isononanol (760.6 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (13.9 g) y la mezcla se calentó a 130 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bar y se eliminó el agua durante 2 horas, la concentración final de agua fue del 0.02% en peso. La mezcla se calentó a 160 °C y se agregó óxido de etileno (1158.5 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 160 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla se enfrió a 135 °C y luego se agregó óxido de propileno (916.5 g) durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se calentó a 170-180 °C hasta que la presión fue estable (± 0.25 horas). La mezcla se enfrió luego a 40 °C y se retiraron 1004 g de un líquido incoloro transparente del reactor, que se neutralizó con 1.21 g de ácido acético: Valor de OH: 98.17 mg de KOH/g; Valor ácido: 1.7 mg de KOH/g.

Ejemplo 14

Un matraz de fondo redondo de 500 mL, de cuatro cuellos se equipó con un agitador mecánico, un termómetro, un tapón y un condensador de reflujo cubierto con un tubo de entrada de gas. El matraz de fondo redondo se cargó con el ejemplo 13 (100 g), bromuro de litio (0.6) y monohidrato del ácido para-toluenosulfónico (1.33 g). Se cargó metilal (200 g) en una adición. La mezcla se calentó a reflujo a ± 50 °C, durante 12 horas. Se agregó carbonato de sodio (0.95 g) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos. La mezcla se filtró a través de celite, después de lo cual todos los volátiles se eliminaron a presión reducida (30 mbar, 50 °C), produciendo 106.52 g de un líquido incoloro y turbio. Valor de OH: 17.7 mg de KOH/g; Valor ácido: 2.4 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.3.

Ejemplo 15

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó isononanol (760.6 g). Se agregó una solución de 50% en peso de KOH en agua (13.9 g) y la mezcla se calentó a 130 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bares y se eliminó el agua durante 2 horas, la concentración final de agua fue del 0.02% en peso. La mezcla se calentó a 160 °C y se agregó óxido de etileno (1158.5 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 160 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla se enfrió a 135°C y luego se agregó óxido de propileno (916.5 g) durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se calentó a 170-180 °C hasta que la presión fue estable (± 0.25 horas). La mezcla se enfrió luego a 40 °C y se retiraron 1004 g de un líquido incoloro transparente del reactor. La mezcla del producto que quedaba en el reactor se calentó a 140 °C y se agregaron 197.3 g de óxido de propileno durante ± 0.25 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se calentó a 170-180 °C hasta que la presión fue estable (± 0.25 horas). La mezcla se enfrió luego a 40 °C y se retiraron 964.7 g de un líquido incoloro transparente del reactor, que se neutralizó con 1.05 g de ácido acético: Valor de OH: 89.7 mg de KOH/g; Valor ácido: 1.5 mg de KOH/g.

Ejemplo 16

Un matraz de fondo redondo de 500 mL, de cuatro cuellos se equipó con un agitador mecánico, un termómetro, un tapón y un condensador de reflujo cubierto con un tubo de entrada de gas. El matraz de fondo redondo se cargó con el ejemplo 15 (100 g), bromuro de litio (0.55 g) y monohidrato del ácido para-toluenosulfónico (1.22 g). Se cargó metilal (200 g) en una adición. La mezcla se calentó a reflujo a ± 50 °C, durante 12 horas. Se agregó carbonato de sodio (1.02 g) y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos. La mezcla se filtró a través de Celite, después de lo cual todos los volátiles se eliminaron a presión reducida (30 mbar, 50 °C), produciendo 102.73 g de un líquido de color amarillo claro. Valor de OH: 25.8 mg de KOH/g; Valor ácido: 2.0 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 4.4.

Ejemplo 17

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó isononanol (405.6 g). Se agregó una solución de KOH al 50% en peso en agua (3.9 g) y la mezcla se calentó a 120 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bar y se eliminó el agua durante 1 hora, la concentración final de agua fue de 0.04 % en peso Se agregó óxido de propileno (484 g) a 120 °C, durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 2 horas). La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (612 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 50 °C y se neutralizó con 5.03 g del ácido 2-etilhexanoico. El producto se retiró del reactor, produciendo 1482.9 g de un líquido transparente e incoloro. Valor de OH: 109.5 mg de KOH/g; Valor ácido: 0.12 mg de KOH/g.

Ejemplo 18

En un matraz de fondo redondo de cuatro cuellos y 500 mL, lleno de atmósfera de nitrógeno y equipado con un agitador mecánico, un termómetro, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas, monohidrato del ácido para-
 5 toluenosulfónico (1.48 g) y bromuro de litio (0.68 g) se disolvió en el ejemplo 17 (100 g). La mezcla se agitó a temperatura ambiente y se agregó dimetoximetano (59.4 g) en múltiples alícuotas. Entre las adiciones de alícuotas de
 10 dimetoximetano, la mezcla se calentó alternativamente a reflujo seguido de destilación al vacío, a ± 30 mbar y 55-60 °C, para eliminar los volátiles. La mezcla se hizo reaccionar durante 3 horas. Se disolvió carbonato de sodio (0.83 g) en la cantidad mínima de agua (± 5 mL) y se agregó a la mezcla de reacción. El sólido de color blanco precipitó de la solución. Todos los volátiles se eliminaron a presión reducida. La mezcla resultante se filtró, produciendo 97.78 g de una mezcla transparente e incolora, a la que se le agregó 1 g de agua. Número de OH: 27.3 mg de KOH/g; Número de ácido: 0.6 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 5.3.

Ejemplo 19

En un matraz de fondo redondo de cuatro cuellos y 500 mL, lleno de atmósfera de nitrógeno y equipado con un agitador mecánico, un termómetro, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas, monohidrato del ácido para-
 15 toluenosulfónico (1.5 g) y bromuro de litio (0.68 g) se disolvieron en el ejemplo 4 (100 g). La mezcla se agitó a temperatura ambiente y se agregó dimetoximetano (59.8 g) en múltiples alícuotas. Entre las adiciones de alícuotas de dimetoximetano, la mezcla se calentó alternativamente a reflujo seguido de destilación al vacío, a ± 30 mbar y 55-60 °C, para eliminar los volátiles. La mezcla se hizo reaccionar durante 3 horas. Se disolvió carbonato de sodio (0.83 g) en la cantidad mínima de agua (± 5 mL) y se agregó a la mezcla de reacción. El sólido de color blanco precipitó de la
 20 solución. Todos los volátiles se eliminaron a presión reducida. La mezcla resultante se filtró, produciendo 89.29 g de una mezcla turbia de color amarillo, a la que se agregaron 0.9 g de agua. Número de OH: 32.8 mg de KOH/g; Número de ácido: 0.2 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 5.8. Una solución al 0.3% en peso del ejemplo 19 en agua desionizada exhibió una tensión superficial estática de 29.08 mN/m. Una solución al 0.3% en peso del ejemplo 19 en agua desionizada exhibió una tensión superficial dinámica de 40 mN/ms a 10 ms.

Ejemplo 20

En un reactor de presión de acero limpio y seco de cuatro litros, equipado con un agitador mecánico, una entrada de nitrógeno, una salida de vacío, una entrada de óxido de etileno/óxido de propileno, un termómetro y un sensor de presión, se cargó isononanol (759 g). Se agregó una solución de 50% en peso de KOH en agua (6.4 g) y la mezcla se calentó a 130 °C, mientras se rociaba con nitrógeno. Se aplicó un vacío de 0.3 bar y se eliminó el agua durante 2 horas, la concentración final de agua fue de 0.09 % en peso. La mezcla se calentó a 140 °C y se agregó óxido de etileno (464
 30 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla se enfrió a 120 °C y se agregó óxido de propileno (611.5 g) durante ± 1.5 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 120 °C hasta que la presión fue estable (± 4 horas). La mezcla se calentó a 140°C y se agregó óxido de etileno (696 g) durante ± 2 horas. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se mantuvo a 140 °C hasta que la presión fue estable (± 0.5 horas). La mezcla de reacción se enfrió a 50 °C y el producto se retiró del reactor, produciendo 2496 g de un líquido transparente e incoloro. Valor de OH: 117.5 mg de KOH/g; Valor base: 0.02 meq/g; pH (1% en agua): 9.8.

Ejemplo 21

En un matraz de fondo redondo de cuatro cuellos y 500 mL, lleno de atmósfera de nitrógeno y equipado con un agitador mecánico, un termómetro, un condensador de reflujo y un tubo de entrada de gas, monohidrato del ácido para-
 40 toluenosulfónico (2.37 g) y bromuro de litio (1.08 g) se disolvió en el ejemplo 20 (150 g). La mezcla se agitó a temperatura ambiente y se agregó dimetoximetano (94.93 g) en múltiples alícuotas. Entre las adiciones de alícuotas de dimetoximetano, la mezcla se calentó alternativamente a reflujo seguido de destilación al vacío, a ± 30 mbar y 55-60 °C, para eliminar los volátiles. La mezcla se hizo reaccionar durante 3 horas. El carbonato de sodio (1.32 g) se disolvió en la cantidad mínima de agua (± 4 mL) y se agregó a la mezcla de reacción. El sólido de color blanco precipitó de la
 45 solución. Todos los volátiles se eliminaron a presión reducida. La mezcla resultante se filtró, produciendo 145.9 g de una mezcla transparente e incolora, a la que se agregaron 1.5 g de agua. Número de OH: 36.9 mg de KOH/g; Número de ácido: 0.1 mg de KOH/g; pH (1% en agua): 9.6.

Ejemplo 22

Procedimiento de prueba para probar la formación de espuma de agentes humectantes en agua desionizada

50 Los agentes humectantes de baja espuma descritos en los ejemplos anteriores se midieron según el procedimiento de prueba de espuma descrito en este documento. La prueba de espuma también se llevó a cabo en una serie de agentes humectantes comerciales. Éstos incluyen:

(1) una composición de surfactante de diol gemini acetilénico (Surfynol™ 104H), (2) una composición de surfactante de etoxilato de alquilo (Multiwet™ SU) y (3) un etoxilato de alquilfenol (Triton™ CF10).

55 Los resultados se resumen en la tabla 1.

Tabla 1 Datos de prueba de espuma

Ejemplo No.	Altura de la espuma inmediata después de soplar aire, cm \pm 0.2 cm	Altura de la espuma 5 min. De tiempo de espera después de soplar aire, cm \pm 0.2 cm
1	0.42	0.00
3	0.00	0.00
5	12.75	0.00
6	1.36	0.00
7	1.27	0.42
8	0.00	0.00
9	17.00	1.70
10	0.00	0.00
12	0.00	0.00
15	4.76	0.85
14	0.00	0.00
15	0.00	0.00
16	0.00	0.00
17	19.00	1.70
18	0.00	0.00
4	18.20	1.70
19	4.00	0.30
20	18.20	0.90
21	0.00	0.00
Diol Gemini	0.00	0.00
Etoxilato de alquilo	17.00	3.40
Etoxilato de alquilfenol	17.00	0.85

Ejemplo 23

5 Las medidas de DST se evaluaron para un ejemplo de la invención y tres ejemplos comerciales: (1) Ejemplo 8, (2) una composición de surfactante de diol gemini acetilénico (Surfynol™ 104H), (3) una composición de surfactante de etoxilato de alquilo (Multiwet™ SU) y (4) un etoxilato de alquilfenol (Triton™ CF10). La prueba se realizó usando un tensiómetro de burbuja Kruss™ BP2. En la medida de lo posible, las concentraciones de la solución se mantuvieron iguales o muy cercanas. Tres de los agentes humectantes tenían concentraciones de 0.25%-0.30% en agua desionizada. El diol gemini tenía una solubilidad limitada en agua y solo podía añadirse a una concentración del 0.1%. Las edades de superficie aumentaron de 10 ms a aproximadamente 50.000 ms. Un material de referencia que se usará para la comparación es el agua desionizada que tiene un resultado de DST de 72-73 mN/m.

10 Los resultados de la prueba DST se muestran en la figura. La edad de superficie en milisegundos (ms) se muestra en el eje X, y la tensión superficial de la solución se muestra en el eje Y. El etoxilato de alquilfenol y los agentes humectantes del diol gemini no proporcionan el mismo nivel de reducción de la tensión superficial en comparación con los otros dos. Su reducción de la tensión superficial mejora con el aumento de la edad de superficie y eventualmente se nivela a aproximadamente 34 mN/m a edades de superficie superiores a 5000 ms. El agente humectante del ejemplo 8

proporciona una mejor reducción de la tensión superficial que el diol gemini y etoxilato de alquifenol en todas las edades de superficie medidas, y es competitivo con el etoxilato de alquilo en edades de superficie mayores a 500 ms

5 Se realizaron mediciones de SST en los cuatro agentes humectantes descritos anteriormente. Los cuatro agentes humectantes se evaluaron a una concentración del 0.3% en agua desionizada. Los valores medidos de SST de los cuatro agentes humectantes son los siguientes:

Ejemplo 8	27.2 mN/m
Etoxilato de alquifenol	33.6 mN/m
Etoxilato de alquilo	26.3 mN/m
Diol gemini	32.1 mN/m

El ejemplo 8 tiene una SST más baja que el etoxilato de alquifenol y el diol gemini, y está cerca de la SST del etoxilato de alquilo. El etoxilato de alquilo tiene una SST que es 1.1 mN/m menor que el resultado del ejemplo 8, sin embargo, el agente humectante etoxilato de alquilo sufre el defecto adverso de producir mucha espuma durante su uso en preparaciones de recubrimiento y aplicaciones desionizadas.

10 **Ejemplo 24**

Rendimiento humectante en laca de madera

15 Las superficies de madera revestidas con barniz a veces pueden tener poca energía superficial y ser difíciles de humedecer. Por esta razón, se agregan agentes humectantes a las lacas de recubrimiento de madera a base de agua para mejorar la humectación del sustrato. Las lacas de madera se aplican por lo general con brocha, pulverizador y, a veces, con rodillo. Estos procedimientos de aplicación pueden incorporar espuma en el recubrimiento de laca. La espuma atrapada en la película seca afecta negativamente la propiedad protectora de la película, así como su apariencia. La tabla 2 muestra la fórmula de laca de madera transparente que se usó para evaluar el rendimiento de cuatro tipos de agentes humectantes.

Tabla 2 Fórmula de laca de madera transparente.

Materia prima	Libras	Función	Proveedor
Resina: Essential R6010	88.45	Aglutinante	Essential Polymers
Agua	4.65	Disolvente	-
Dowanol™ DPM	3.14	Coalescente	DOW Chemical
Dowanol™ DPnB	3.14	Coalescente	DOW Chemical
Muestra de prueba	0.30	Agente humectante	diversos
Rheolate® 658	0.32	Espesante asociativo	Elementis Specialties
Tota	100.00	--	--

20 Se llevaron a cabo pruebas de espuma de aplicación para los cuatro agentes humectantes descritos en el ejemplo 24, así como un control sin agente humectante, según los métodos de prueba A1 y A2. La cantidad de espuma generada durante la aplicación por cada uno de los diferentes métodos de aplicación se clasificó en relación con el control.

25 La tabla 3 muestra resultados para los diferentes modos de aplicación para el control y cuatro lacas modificadas con agente humectante. Cada una de las lacas tenía una viscosidad y brillo comparables. Las principales diferencias entre los agentes humectantes se destacan en la espuma generada durante los diferentes métodos de aplicación. Según los resultados para las aplicaciones con brocha y rodillo, el diol gemini y el agente humectante del ejemplo 8 parecen causar menos problemas asociados con la formación de espuma. Los dos agentes humectantes restantes podrían ser problemáticos durante la aplicación con rodillo.

30 Tabla 3 Propiedades de prueba de pintura y película seca de los diferentes agentes humectantes en la fórmula de laca de madera transparente.

ES 2 776 635 T3

Agente humectante	Control (ninguno) 3401-22	Ejemplo #8 3401-23-B	Etoxilato de alquilfenol 3401-23- C	Etoxilato de alquilo 3401-23-D	Diol gemini 3401-23-E
Viscosidad Brookfield (50 rpm, cps)	107	107	107	102	110
Brillo por reducción 20°	76	76	75	77	77
60°	90	90	91	91	91
Brillo por pulverización 20°	72	75	75	75	74
60°	90	91	91	90	91
Prueba de capacidad humectante F	3	8	7	9	4
formación de espuma por brocha	8	7	6	3	8
formación de espuma por rodillo	7	6	5	1	6
formación de espuma por pulverización	9	9	9	9	9
Clasificación: 10 - Excelente; 7 - bueno; 4 - Regular; 1 - Pobre.					

Ejemplo 25

Humectación de pigmentos

5 La humectación de los pigmentos es esencial para obtener una difusión óptima del pigmento. Las partículas de pigmento presentes como aglomerados están rodeadas de aire que debe ser desplazado por el líquido para que se produzca la humectación de las partículas. La etapa de humectación implica reemplazar los materiales adsorbidos en la superficie del pigmento con líquido. Si la tensión superficial del líquido es mayor que la energía superficial del pigmento entonces no humedecerá la superficie del pigmento.

10 El agua sola no puede humedecer la superficie de muchos pigmentos debido a su mayor tensión superficial que la energía superficial de los pigmentos. Se añaden agentes humectantes para reducir la tensión superficial del agua y ayudar a la humectación del pigmento mediante la adsorción y la orientación en la interfaz líquido-aire, lo que reduce la tensión interfacial.

15 Los agentes humectantes además de reducir la tensión superficial del agua también tienen tendencia a estabilizar la espuma. La espuma generada durante la producción puede interferir con el proceso de difusión que afecta la opacidad y el desarrollo del color, aumenta el tiempo de producción y compromete la calidad del producto.

20 La capacidad de los agentes humectantes de la invención para proporcionar una humectación adecuada de pigmentos sin una producción excesiva de espuma se demostró en la etapa de molienda de un recubrimiento típico a base de agua. La etapa de molienda implica la humectación y difusión de TiO₂, dando como resultado una lechada de TiO₂. El rendimiento del agente humectante de la invención se comparó con los agentes humectantes comerciales enumerados en la tabla 3.

La tabla 4 muestra la formulación usada para hacer una lechada de TiO₂. Se agregaron agentes humectantes a 0.97% de activos sobre el peso de TiO₂. El antiespumante se dejó fuera intencionalmente para capturar las diferencias de tendencia a la formación de espuma de los agentes humectantes.

Tabla 4 Fórmula de lechada de dióxido de titanio

Materia prima	Libras	Función	Proveedor
---------------	--------	---------	-----------

ES 2 776 635 T3

Agua	26.00	Disolvente	-
Proxel™ GXL	0.20	Biocida	Arch Chemicals
Nuosperse® FX665	1.50	Dispersante	Elementis Specialties
Surfactante no iónico	0.70	Agente humectante	Varios proveedores
TiO ₂ DuPont R706	71.60	Pigmento	Du Pont
Se mezcla usando un Dispermat™ a 500 rpm durante 10 minutos; velocidad de punta = 1.31 m/s. Comprobar molienda			
Total	100.00		

La tendencia a la formación de espuma de cada agente humectante usado en la suspensión de TiO₂ se probó mediante aplicación con rodillo, según la prueba A1.

5 La tabla 5 muestra los resultados de evaluación de lechadas de TiO₂ basadas en cuatro agentes humectantes. Cada una de las lechadas tenía una molienda, viscosidad y brillo comparables. Las principales diferencias entre los agentes humectantes se destacan en la espuma generada durante la fabricación de la lechada de TiO₂. El diol gemini y el agente humectante del ejemplo 8 dieron como resultado significativamente menos espuma que la lechada a base de etoxilato de alquilfenol y etoxilato de alquilo.

10 La lechada de TiO₂ a base de diol Gemini mostró un grano excesivo al dibujar en un gráfico de opacidad formulario Leneta 1B usando un aplicador Bird de 3mil. El grano parece ser pequeñas partículas de gel que no se pudieron capturar en el medidor de molienda. Las partículas de gel blando pueden estar relacionadas con la baja solubilidad de diol gemini en agua. Las características de baja formación de espuma del diol gemini podrían deberse a su baja solubilidad en agua.

15 El exceso de espuma generada durante la etapa de molienda puede dar como resultado un tiempo de molienda prolongado que da como resultado la pérdida del tiempo de producción y una calidad inferior del producto terminado. La adición de antiespumante en exceso para vencer la espuma aumentará el coste del producto y posiblemente comprometerá las propiedades finales de la película.

Tabla 5 Resultados de la prueba de los diferentes agentes humectantes en la fórmula de lechada de TiO₂.

Agente humectante	Ejemplo 8	Etoxilato de alquilfenol	Etoxilato de alquilo	Gemini Diol
Viscosidad Brookfield (50 rpm, cps)	354	480	326	312
Brillo por reducción 20°	70+	70+	70+	70+
60°	90+	90+	90+	90+
Molienda Hegman	8	8	7	7
Apariencia dibujada	Suave	Suave	Suave	Arenosa
formación de espuma por rodillo	9	1	1	9
Clasificación: 10 - Excelente; 7 - bueno; 4 - Regular; 1 - Pobre.				

20 Ejemplo 26

Aplicación en recubrimientos decorativos -

25 Los recubrimientos a base de agua están formulados con diversos ingredientes tales como disolventes, aglutinantes, pigmentos o cargas, agentes humectantes y dispersantes surfactantes, formadores de película, biocidas, antiespumantes y modificadores de la reología. Los agentes humectantes se usan para diversos fines en recubrimientos a base de agua. Estos incluyen la humectación de pigmentos para una difusión óptima de pigmentos que proporcionan control de la opacidad y el desarrollo del color. Promueven la humectación de sustratos de baja energía superficial, lo

que resulta en una mejor adhesión a dichas superficies. Los agentes humectantes también se pueden usar como ayudas de nivelación.

Debido a que los recubrimientos a base de agua se comercializan como recubrimientos ecológicos, los disolventes usados tradicionalmente en estos recubrimientos se han eliminado o han reducido significativamente su concentración. Como resultado, los recubrimientos enfrentan mayores desafíos en áreas tales como la estabilidad de congelación y descongelación, un tiempo de apertura más corto y la pintura de la piel. Los agentes humectantes son útiles hasta cierto punto en propiedades de rendimiento tan exigentes. Sin embargo, los agentes humectantes tienden a hacer que el recubrimiento sea sensible al agua, lo que resulta en una baja resistencia a la formación de ampollas y rubor, lixiviación de surfactantes, formación de espuma, bruñido, ablandamiento de la película y afectan la resistencia a las manchas. Debido a estas preocupaciones, el agente humectante de la invención se evaluó en un recubrimiento típico a base de agua y se comparó con los agentes humectantes comerciales enumerados en la tabla 3. La tabla 6 muestra la formulación usada para hacer un recubrimiento deco de prueba. Se agregaron agentes humectantes de muestra en el descenso a 0.30% de activos sobre el peso total de la pintura. Idealmente, el agente humectante debe agregarse antes de los pigmentos para humedecer los pigmentos esenciales en el proceso de difusión. Sin embargo, para esta evaluación, los agentes humectantes se agregaron en el descenso para minimizar la variabilidad del proceso. La formulación tenía 11.11 libras/galón; 53.4% en peso de sólidos; 37.4% en volumen de sólidos; 27.9% de PVC; 0.2 lbs./gal VOC; y 21.0 g/l VOC.

Tabla 6. Formulación del recubrimiento Deco

Materia prima	Libras	Función	Proveedor
Agua	15.66	Disolvente	-
Proxel™ GXL	0.10	Biocida	Arch Chemicals
Nuosperse® FX665	1.00	Dispersante	Elementis Specialties
Mezclar a baja velocidad durante 2-3 minutos			
Dióxido de titanio R706	27.50	Encubrir	DuPont
Minex® 7	2.50	Sheen Control	Unimin Corporation
Mezclar a 1500 rpm durante 5 minutos; velocidad punta 6.28 m/s. Moler 6+ a 1000 rpm; velocidad punta 4.19 m/s			
Hidróxido de amonio	0.15	Solución reguladora	Sigma Aldrich
Mezclar 2-3mins.			
Rhoplex™ HG706	49.34	Resina	DOW Chemicals
Dapro® DF39	0.10	Antiespumante	Elementis Specialties
Texanol	0.60	Coalescente	Eastman Chemical Company
Mantener 1000 rpm; velocidad punta 4.19 m/s. Agregar los siguientes ingredientes			
Rheolate® HX6010	2.20	Modificador de reología	Elementis Specialties
Rheolate® CVS10	0.50	Modificador de reología	Elementis Specialties
Mezclar 5 min. Luego agregar			
Dapro® DF39	0.35	Antiespumante	Elementis Specialties
Total	100.00		

Se realizó un lote maestro, sin agente humectante, y luego se dividió en partes iguales. El antiespumante se mantuvo intencionalmente al mínimo en la fórmula para capturar las diferencias de tendencia a la formación de espuma de los agentes humectantes.

La tabla 7 muestra los resultados de la evaluación del recubrimiento deco de prueba basado en cuatro agentes humectantes. Cada uno de los recubrimientos tuvo un rendimiento comparable en algunas propiedades de aplicación. Las diferencias entre los agentes humectantes se ven en sus características de formación de espuma, aceptación del

ES 2 776 635 T3

color, resistencia al tinte, estabilidad al congelamiento y descongelamiento, pandeo, lavabilidad y resistencia temprana al bloqueo. Cada propiedad se midió por los métodos descritos en este documento.

Tabla 7: Evaluación del recubrimiento deco que contiene diferentes agentes humectantes.

	Agente humectante	Ninguno	Ejemplo 8	Etoxilato de alquifenol	Etoxilato de alquilo	Diol Gemini
D562	Viscosidad Stormer (KU)	105	101	99	97	104
D4287 (1)	Cono y Placa ICI (Poise)	1.57	1.55	1.53	1.42	1.60
D523 (2)	Brillo (60°/85°)	39/73	39/74	38/74	43/76	40/72
D4400	Sag mils	18	16	12 Gotas	12 Gotas	14
D4062	Nivelación	9	9	9	9	9
	formación de espuma - Rodillo	8	7.5	6	6	8
D2486	Ciclos de fregado	449	456	462	450	587
D4828	Lavabilidad	7	6.5	6	5	5.5
D7190	Lixiviación de surfactante	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
D714	Resistencia a la ampolla (2 horas de contacto con el agua)	10	10	10	10	10
	Resistencia al rubor (2 horas de contacto con el agua)	9	9	9	9	9
	Resistencia al tinte	100.00	99.12	99.37	99.05	99.91
Test C	Prueba de aceptación de color	9	9	9	9	9
D4946	Resistencia al bloqueo temprano (24 horas de curado; promedio de 3)	7.7	7.3	8.3	6.0	6.7
D6736 (3)	Resistencia a la fricción (% de cambio en brillo)	Estándar	Sin cambio	Sin cambio	Sin cambio	Sin cambio
DATOS DE ESTABILIDAD						
Envejecido a 60 °C ASTM# D1849	Viscosidad (KU; 12 días)	93	95	94	91	97
	24 h. Espuma	8	7.5	6	6	8
	12 Días Espuma	8	7	6	6	6
Prueba de estabilidad del rodillo B	Viscosidad (KU; 12 días)	104	102	99	100	106
	24 h. Espuma	8	7	5	4	7
	12 Días Espuma	8	7	5	4	4
Congelar Descongelar ASTM #D8020 (4)	1er Ciclo	Falla	Pasa	Pasa	Pasa	Falla
	2º Ciclo	NA	Pasa	Pasa	Pasa	NA
	3º Ciclo	NA	Pasa	Pasa	Pasa	NA

Clasificación: 10 - Excelente; 7 - Bueno; 4 - Regular; 1 - Pobre.

Ejemplo 27

Análisis de difusión de gotas de agua

5 Para evaluar la capacidad del agente humectante de la invención para impartir propiedades humectantes a una formulación a base de agua, se llevó a cabo un experimento simple, en el que se prepararon soluciones acuosas diluidas de agente humectante y se aplicaron a un sustrato sólido de baja energía. El grado en que la solución aplicada se extendió sobre el sustrato se usó como una medida del rendimiento del agente humectante. También se prepararon soluciones similares de agentes humectantes comerciales enumerados en la tabla 3 y se agregaron al sustrato de manera similar. Una comparación de las tasas de difusión para estas soluciones proporcionó una medida relativa del rendimiento de humectación para estos surfactantes, que se muestra en la tabla 8.

Tabla 8 Resultados de la prueba

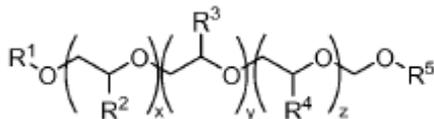
Líquido	Dimensiones del líquido depositado
Dimensiones del panel de prueba en de color blanco	(95 mm x 145 mm)
Agua desionizada (referencia)	21 mm x 22 mm
Ejemplo 8 0.3 % Ac	71 mm x 91 mm
Etoxilato de alquilfenol 0.3 % Ac	38 mm x 41 mm
Etoxilato de alquilo 0.3 % Ac	76 mm x 105 mm
Diol gemini 0.3 % Ac	31 mm x 37 mm

15 A partir de los resultados enumerados en la tabla 8, tanto el etoxilato de alquilfenol como el diol gemini solo proporcionan una ligera mejora en la difusión de humectación sobre la muestra de agua blanco. La composición de la invención y el etoxilato de alquilo proporcionan una difusión de humectación mucho mejor del líquido. Los resultados de clasificación de este experimento de difusión son: (1) etoxilato de alquilo; (2) composición de la invención; (3) etoxilato de alquilfenol que es aproximadamente igual a (4) diol gemini. Estos resultados están en el mismo orden relativo de los resultados de tensión superficial estática medidos y los resultados de tensión superficial dinámica tomados del intervalo de 30,000-50,000 milisegundos (ms) de la curva DST.

20

REIVINDICACIONES

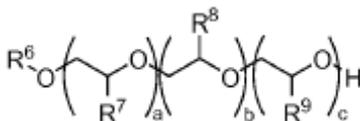
1. Un agente humectante que comprende una composición según la fórmula (I):



en la que

- 5 R¹ se selecciona de nonilo, isononilo, 3,5,5-trimetilhexilo, octilo, 2-metilheptilo, 2-etilhexilo, 2,2,4-trimetil pentilo, 4-metil pentilo, heptilo, hexilo y combinaciones de los mismos;
- R² se selecciona de hidrógeno, metilo o etilo;
- R³ se selecciona de hidrógeno o metilo;
- R⁴ se selecciona de hidrógeno o metilo;
- 10 R⁵ se selecciona de metilo o etilo;
- x es 0;
- y varía desde 2 a 5;
- z varía desde 3 a 10;
- en la que R³ es diferente de R⁴.

15 2. El agente humectante según la reivindicación 1, que comprende además una composición según la fórmula (II):



en la que R⁶ es igual a R¹, R⁷ es igual a R², R⁸ es igual a R³ y R⁹ es igual a R⁴, a es igual a x, b es igual a y y c es igual a z.

- 20 3. El agente humectante según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que un 0.3% en peso de solución de la composición de agente humectante en solución acuosa tiene una tensión superficial dinámica determinada como se describe en la sección de métodos de prueba que varía desde 50 mN/m a 25 mN/m; 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m cada uno a una edad de superficie de 1000 ms o menos.
- 25 4. El agente humectante según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que un 0.3% en peso de solución del agente humectante en solución acuosa tiene una tensión superficial estática determinada como se describe en la sección de métodos de prueba que varía desde 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m
- 30 5. El agente humectante según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que un 0.3% en peso de solución del agente humectante en solución acuosa tiene un valor de espuma determinado como se describe en la sección de métodos de prueba de menos de 17 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso según el procedimiento de prueba de espuma y tiene un valor de espuma determinado como se describe en la sección de métodos de prueba de menos de 3 cm cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso 5 minutos, después de completar el procedimiento de prueba de espuma.
- 35 6. Un método para desespumar y/o para prevenir la formación de espuma de medios líquidos, que comprende mezclar el agente humectante según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, una emulsión del mismo, o un polvo del mismo, con el medio líquido.
7. El método según la reivindicación 6, en el que el medio líquido comprende un polímero de látex.
8. El método según la reivindicación 6, en el que el medio líquido comprende un pigmento.
9. Una composición acuosa que comprende una cantidad eficaz del agente humectante de cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en la que la composición acuosa tiene un valor de espuma de menos de 17 cm cuando se mide a una concentración de 0.3 % en peso, según el procedimiento de prueba de espuma y tiene un valor de espuma

determinado como se describe en la sección de métodos de prueba de menos de 3 cm, cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso, 5 minutos después de completar el procedimiento de prueba de espuma; en el que la composición acuosa tiene una tensión superficial estática que varía desde 45 mN/m a 25 mN/m; 40 mN/m a 25 mN/m; o 35 mN/m a 25 mN/m, cuando se mide a una concentración de 0.3% en peso.

- 5
10. La composición acuosa según la reivindicación 9, en la que la composición acuosa comprende un polímero de látex.
 11. La composición acuosa según la reivindicación 9, en la que la composición acuosa comprende un pigmento.
 12. El uso de los agentes humectantes según las reivindicaciones 1-5 en composiciones de recubrimientos que incluyen recubrimientos arquitectónicos, industriales y en polvo.

