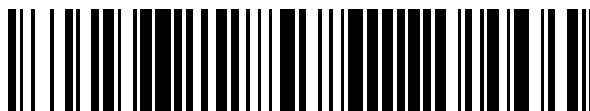


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 782 117**

51 Int. Cl.:

C09D 5/00 (2006.01)

C09D 133/08 (2006.01)

C09D 133/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.08.2017 E 17184465 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.01.2020 EP 3281988**

54 Título: **Agente de control de migración de capas**

30 Prioridad:

09.08.2016 JP 2016156611

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

10.09.2020

73 Titular/es:

**KUSUMOTO CHEMICALS, LTD. (100.0%)
11-13 Uchikanda 1-chome Chiyoda-ku
Tokyo 101-0047, JP**

72 Inventor/es:

**OGAWA, KOHEI;
OIWA, YASUHIRO y
UBUKATA, MAKOTO**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 782 117 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 de control de migración de capas

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un agente de control de migración de capas que se usa cuando una pintura se utiliza para el revestimiento en múltiples capas. Específicamente, la presente invención se refiere a un agente de control de migración de capas que se añade a una pintura cuando se forma una película de revestimiento en múltiples capas mediante el denominado proceso de revestimiento húmedo sobre húmedo en el que se proporciona una capa de revestimiento de imprimación sobre un objeto de revestimiento, después se utiliza para revestir una capa de revestimiento superior sobre la superficie de la capa de revestimiento principal sin curar la misma, y las dos capas se curan al horno al mismo tiempo, permitiendo la adición suprimir la migración de la capa en la interfaz de la película de revestimiento húmedo y proporcionar una película de revestimiento curada de aspecto satisfactorio. La presente invención también se refiere a un método de formación de película de revestimiento con múltiples capas curada que usa dicho agente de control de migración de capas.

Técnica anterior

15 En el revestimiento de las carrocerías de automóviles o similares, se ha usado convencionalmente un método de revestimiento mediante el cual una pintura de imprimación se utiliza para revestir inicialmente por electrodeposición en la carrocería del automóvil y se cura por horneado, y después se utiliza una pintura intercapa para revestir sobre la película de revestimiento de imprimación curada y se cura por horneado, la denominada pintura metálica que incluye pigmentos metálicos se utiliza para revestir como un revestimiento superior sobre la película de revestimiento intercapa curada, después se utiliza una pintura transparente en un estado húmedo sobre húmedo sin curar para recubrir la pintura metálica y la capa de pintura metálica no curada y la capa de pintura transparente se curan al mismo tiempo. En los últimos años, también se ha puesto en práctica un método de revestimiento de tres capas húmedo sobre húmedo en el que tres capas, a saber, una intercapa, una capa de pintura metálica y una capa de pintura transparente se curan por horneado al mismo tiempo. Se requiere una película de revestimiento con múltiples capas curada formada por dicho método para demostrar una excelente apariencia de película de revestimiento debido a la orientación satisfactoria de los pigmentos metálicos escamosos tales como el aluminio contenido en la película de revestimiento metálica. Sin embargo, el inconveniente del método convencional húmedo sobre húmedo es que la capa de pintura metálica no curada y la capa de pintura transparente no curada se mezclan entre sí en el momento del revestimiento, degradando de esta manera la orientación de las partículas de pigmento metálico en la película de revestimiento de múltiples capas curada y disminuyendo el brillo (la denominada "desigualdad de retorno"). Además, en el revestimiento de tres capas húmedo sobre húmedo, también se requiere omitir o acortar una etapa de precalentamiento, es decir, una etapa de secado, para reducir la liberación de CO₂ y ahorrar energía.

Un método para combinar partículas finas reticuladas de uretano con una pintura (PTL 1 y 2), un método para combinar un compuesto de diéster con una pintura (PTL 3), un método para combinar un copolímero aleatorio de etileno- α -olefina con una pintura (PTL 4), y un método para combinar un polímero de amina polivalente con una pintura (PTL 5) se han usado como medios para evitar que las capas de pintura húmeda se mezclen entre sí.

Anzai, Yasuhiro (CAPLUS, CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, EE. UU., Acceso a la base de datos n.º 2011:1228621) describe capas de revestimiento repelente de la suciedad con buena resistencia al agua, su fabricación y productos revestidos.

40 Horie, Miyako (CAPLUS, CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, EE. UU., Acceso a la base de datos n.º 2010:433699) describe composiciones de revestimiento acrílico repelentes de la suciedad a base de agua para la construcción de interiores y exteriores.

45 US 2008/108743 A1 describe una composición de revestimiento con base acuosa que comprende (A) una resina que contiene hidroxí, (B) una resina de melamina con un peso molecular promedio en peso de 1.000 a 5.000, y (C) un compuesto de diéster; y un método para formar una película de revestimiento con múltiples capas usando esta composición de revestimiento con base acuosa.

Lista de citas

Bibliografía de patentes

PTL 1: Publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2003-292877

50 PTL 2: Publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2007-056161

PTL 3: Publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2008-138179

PTL 4: Publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2011-219581

PTL 5: Publicación de solicitud de patente japonesa n.º 2012-240032

Descripción de la invención

Problema a resolver por la invención

5 Sin embargo, con dicho método convencional, la apariencia suficiente de la película de revestimiento curada es difícil de obtener. Otros inconvenientes incluyen baja resistencia al agua y largo tiempo de secado de la película de revestimiento curada.

Por consiguiente, es un objeto de la presente invención suprimir la migración de capas en la interfaz de una película de revestimiento con múltiples capas formada por un método húmedo sobre húmedo y, sin degradar la resistencia al agua, suprimir la degradación de la apariencia de acabado de una película de revestimiento curada y acortar el tiempo de secado.

10 Medios para resolver el problema

Los inventores de la presente invención han llevado a cabo una investigación exhaustiva dirigida a la resolución de los problemas mencionados anteriormente y han descubierto que el objeto mencionado anteriormente se puede lograr al combinar un copolímero que tiene una composición específica como agente de control de migración de capas con una pintura. Este hallazgo condujo a la compleción de la presente invención.

15 Por lo tanto, la presente invención proporciona los usos según las reivindicaciones 1 y 2 y el método según la reivindicación 5. Las realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones dependientes.

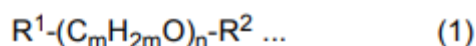
Efecto ventajoso de la invención

20 Como resultado de añadir el agente de control de migración de capas usado según la presente invención a una pintura, se puede suprimir el mezclado de la capa de pintura de imprimación y la capa de pintura superior revestida por un método húmedo sobre húmedo sobre la capa de pintura de imprimación, se puede suprimir la degradación de la apariencia del acabado de la película de revestimiento curada sin degradar la resistencia al agua, y se puede acortar el tiempo de secado.

Modo para llevar a cabo la invención

25 El agente de control de migración de capas usado según la presente invención es un copolímero de injerto obtenido usando un monómero insaturado polimerizable que contiene grupo éter (A) y un monómero insaturado polimerizable (B) que tiene un grupo hidrófobo como los materiales de partida principales, estando configurado el esqueleto molecular del mismo por un polímero troncal hidrófobo derivado del monómero (B) y un polímero ramificado hidrófilo compuesto por un grupo éter derivado del monómero (A).

30 El monómero insaturado polimerizable que contiene grupo éter (A) es un monómero insaturado polimerizable que incluye un grupo éter, que está representado por la siguiente fórmula química (1):



(en la fórmula química (1), R¹ es un grupo (met)acrilo, un grupo éter vinílico o un grupo alilo; R² es un átomo de hidrógeno, un grupo (met)acrilo, un grupo éter vinílico, un grupo alilo o un grupo alquilo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono; m es un número de 2 a 4; n es un número de 2 a 100).

35 Los ejemplos del monómero insaturado polimerizable que contiene grupo éter (A) incluyen (met)acrilatos tales como mono(met)acrilato de polietilenglicol, mono(met)acrilato de poli(etilenpropilen) glicol, mono(met)acrilato de polipropilenglicol, mono(met)acrilato de politetrametilenglicol, (met)acrilato de metoxipolietilenglicol, (met)acrilato de metoxipolipropilenglicol, (met)acrilato de metoxipoli(etilen-propilen) glicol, (met)acrilato de metoxipoli(etilen-tetrametilen) glicol, (met)acrilato de butoxipropil(etilen-propilen) glicol, (met)acrilato de octoxipolietilenglicol, (met)acrilato de lauroxipolietilenglicol, (met)acrilato de estearoxipolietilenglicol, (met)acrilato de beheniloxipolietilenglicol, (met)acrilato de fenoxipolietilenglicol, (met)acrilato de nonilfenoxipolietilenglicol, di(met)acrilato de polipropilenglicol, di(met)acrilato de etoxilato de polipropilenglicol y di(met)acrilato de politetrametilenglicol; éteres alílicos tales como éter monoalílico de polietilenglicol, éter monoalílico de polipropilenglicol, éter alílico de metoxipolietilenglicol, éter monoalílico de polietilenglicol polipropilenglicol, éter monoalílico de butoxipolietilenglicol polipropilenglicol, éter dialílico de polietilenglicol y éter dialílico de polipropilenglicol; y éteres vinílicos tales como éter monovinílico de polietilenglicol y éter monovinílico de polipropilenglicol. Estos monómeros pueden usarse solos o en combinación de dos o más de los mismos.

45 La longitud n de la cadena de éter en el monómero insaturado polimerizable que contiene grupo éter (A) es preferiblemente de 2 a 100, y más preferiblemente de 4 a 50. Cuando n es menor de 2 o mayor de 100, no puede confirmarse el efecto de obtener una apariencia satisfactoria de la película de revestimiento.

La cantidad del monómero insaturado polimerizable que contiene grupo éter (A) es preferiblemente del 5% en peso al 90% en peso, y más preferiblemente del 25% en peso al 85% en peso. Cuando esta cantidad es superior al 90% en peso, aunque se puede obtener una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de la supresión de la migración de capas, la resistencia al agua disminuye. Además, cuando la cantidad es inferior al 5% en peso, no se puede confirmar el efecto de obtener una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de suprimir la migración de capas.

El monómero insaturado polimerizable (B) que tiene un grupo hidrófobo es un monómero insaturado polimerizable de al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en monómeros insaturados polimerizables que tienen una porción lineal, una porción ramificada o una porción de anillo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono. Los ejemplos de tales monómeros incluyen acrilatos y metacrilatos tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo normal, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de butilo normal, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de butilo terciario, (met)acrilato de hexilo, (met)acrilato de octilo normal, (met)acrilato de isoocilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de isononilo, (met)acrilato de decilo normal, (met)acrilato de isodecilo, (met)acrilato de laurilo, (met)acrilato de estearilo, (met)acrilato de isoestearilo, (met)acrilato de oleilo, (met)acrilato de behenilo, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de ciclohexilo y (met)acrilato de isobornilo; éteres vinílicos tales como éter vinílico de metilo, éter vinílico de etilo, éter vinílico de propilo normal, éter vinílico de isopropilo, éter vinílico de butilo normal, éter vinílico de isobutilo, éter vinílico de butilo terciario, éter vinílico de octilo normal, éter vinílico de 2-etilhexilo, éter vinílico de decilo, éter vinílico de laurilo, éter vinílico de estearilo y éter vinílico de behenilo; ésteres vinílicos tales como acetato de vinilo, neononato de vinilo, éster vinílico del ácido 2,2-dimetiloctanoico y neoundecanoato de vinilo; ésteres de dialquilo de ácido maleico tales como maleato de dimetilo, maleato de dietilo, maleato de diisopropilo, maleato de dibutilo, maleato de di-2-etilhexilo, maleato de dilaurilo y maleato de diestearilo; ésteres de dialquilo de ácido fumárico tales como fumarato de dimetilo, fumarato de dietilo, fumarato de diisopropilo, fumarato de dibutilo, fumarato de di-2-etilhexilo, fumarato de dilaurilo y fumarato de diestearilo; ésteres de dialquilo de ácido itacónico tales como itaconato de dimetilo, itaconato de dibutilo, itaconato de di-2-etilhexilo, itaconato de dilaurilo e itaconato de diestearilo; compuestos de vinilo hidrocarbonados aromáticos tales como estireno, α -metilestireno, cloroestireno y viniltolueno; y α -olefinas tales como 1-hexeno, 1-octeno y 1-dodeceno. Estos monómeros pueden usarse solos o en combinación de dos o más de los mismos.

La cantidad del monómero insaturado polimerizable (B) que tiene un grupo hidrófobo es preferiblemente del 10% en peso al 95% en peso, y más preferiblemente del 15% en peso al 75% en peso. Cuando esta cantidad es superior al 95% en peso, no se puede lograr el efecto de obtener una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de suprimir la migración de capas. Cuando la cantidad es inferior al 10% en peso, aunque se puede obtener una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de suprimir la migración de capas, la resistencia al agua disminuye.

Los ejemplos del monómero insaturado copolimerizable (C) incluyen acrilatos y metacrilatos que contienen grupos hidroxilo, que son compuestos monoéster de ácido (met)acrílico y un alcohol dihídrico que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, tales como (met)acrilato de 2-hidroxi-etilo, (met)acrilato de 2-hidroxi-propilo, (met)acrilato de 2-hidroxi-1-metiletilo, (met)acrilato de 4-hidroxi-butilo y (met)acrilato de 3-hidroxi-2,2-dimetilpropilo; (met)acrilatos de glicol tales como (met)acrilato de metoxipolietilenglicol, (met)acrilato de metoxipropilenglicol, (met)acrilato de fenoxietilenglicol y (met)acrilato de fenoxipropilenglicol; acrilamidas y metacrilamidas tales como acrilamida, N-metilacrilamida, N-metilmetacrilamida, éter butílico de N-metilolacrilamida, éter butílico de N-metilolmetacrilamida, N-etilacrilamida, N-etilmetacrilamida, N-n-propilacrilamida, N-n-propilmetacrilamida, N-n-isopropilacrilamida, N-isopropilmetacrilamida, N-ciclopropilacrilamida, N-ciclopropilmetacrilamida, acrilamida de diacetona, metacrilamida de diacetona, N-hidroximetilacrilamida, N-hidroximetilmetacrilamida, N-hidroxi-etilacrilamida, N-hidroxi-etilmetacrilamida, N,N-dimetilacrilamida, N,N-dimetilmetacrilamida, N,N-dietilacrilamida, N,N-dietilmetacrilamida, N-metil, N-etilacrilamida, N-metil, N-etilmetacrilamida, N,N-dimetilaminopropilacrilamida, N,N-dimetilaminopropilmetacrilamida, éter metílico de N-metilolacrilamida, éter metílico de N-metilolmetacrilamida, éter etílico de N-metilolmetacrilamida, éter propílico de N-metilolacrilamida, éter propílico de N-metilolmetacrilamida, acrilolmorfolina y metacrilolmorfolina; compuestos de vinilo hidrófilos tales como N-vinil-2-pirrolidona; monómeros insaturados polimerizables que contienen grupos carboxilo tales como ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido crotónico, y β -carboxietilacrilato; monómeros insaturados polimerizables que contienen grupos glicídilo tales como (met)acrilato de glicídilo y acrilglicidil éter; siliconas reactivas que tienen un grupo metacriloloxi (Silaplane FM-0711, FM-0721 y FM-0725 fabricado por JNC Corporation; AK-5 y AK-30 fabricado por Toagosei Co., Ltd.; X-22-164A, X22-164B y X-22-164C fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.); y monómeros insaturados polifuncionales tales como divinilbenceno, di(met)acrilato de etilenglicol, di(met)acrilato de propilenglicol, di(met)acrilato de tetrametilenglicol, di(met)acrilato de 1,6-hexametilenglicol, y di(met)acrilato de neopentil glicol. Estos monómeros pueden usarse solos o en combinación de dos o más de los mismos.

El monómero insaturado copolimerizable (C) no está particularmente limitado. Sin embargo, como un monómero insaturado copolimerizable (C) para producir un agente de control de migración de capas para una pintura termoendurecible, se prefiere un monómero que tenga un grupo funcional reactivo con un agente de curado que sea un componente constituyente de la pintura termoendurecible porque aparentemente dicho monómero es eficaz para mejorar la resistencia al agua de la película de revestimiento curada. Se prefiere un monómero que incluya un grupo hidroxilo para una pintura que usa un compuesto de melamina o un compuesto de isocianato como agente de curado.

5 La cantidad del monómero insaturado copolimerizable (C) es preferiblemente 50 partes en peso o menos por el número total de partes en peso del monómero (A) y el monómero (B). Cuando la cantidad del monómero insaturado copolimerizable (C) es mayor de 50 partes en peso por el número total de partes en peso del monómero (A) y el monómero (B), es difícil obtener una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de suprimir la migración de las capas.

Quando se usa un monómero que contiene un grupo hidroxilo como el monómero insaturado copolimerizable (C), es preferible que el valor de hidroxilo del copolímero sea de 10 mg de KOH/g 140 mg de KOH/g. Cuando el valor de hidroxilo es inferior a 10 mg de KOH/g, el efecto de mejorar la resistencia al agua es bajo, y cuando el valor de hidroxilo es superior a 140 mg de KOH/g, la estabilidad de la pintura disminuye.

10 El valor de hidroxilo del copolímero usado en la presente invención se determina en el número de miligramos de hidróxido de potasio requerido para neutralizar el ácido acético unido al grupo hidroxilo cuando 1 g de una muestra se acetila de acuerdo con JIS-0070-1992.

Además, en la presente invención, "(met)acrilato" es al menos uno seleccionado de "acrilato" y "metacrilato".

15 Se puede usar un método de polimerización en disolución, un método de polimerización en dispersión, un método de polimerización en masa, un método de polimerización en emulsión, un método de polimerización en suspensión y similares para sintetizar el copolímero usado en la presente invención, y puede usarse un iniciador de polimerización azo o un peróxido como un iniciador. Como la presente invención se refiere a las funciones del copolímero, el método de síntesis no está particularmente limitado.

20 El peso molecular promedio en peso (abreviado de aquí en adelante como Mw) del copolímero usado en la presente invención es preferiblemente de 1.000 a 100.000, y más preferiblemente de 2.000 a 60.000. Cuando el Mw es menor de 1.000 o mayor de 100.000, es imposible obtener una película de revestimiento curada que tenga una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de suprimir la migración de capas y suficiente resistencia al agua.

25 En la presente memoria descriptiva, el peso molecular promedio en peso es un valor calculado a partir de un cromatograma medido por cromatografía de permeación en gel (GPC) utilizando el peso molecular del poliestireno estándar como referencia. "HLC8120GPC" (nombre comercial, fabricado por Tosoh Corporation) y 4 columnas (dos "TSKgel GMHxL", "TSKgel G-2500HxL" y "TSKgel G-2000HxL"; nombres comerciales, todos son fabricados por Tosoh Corporation) se utilizaron para cromatografía de permeación en gel. Esta operación se realizó bajo la condición de que se usó tetrahidrofurano como fase móvil, la temperatura de medición fue de 40 °C, la velocidad de flujo fue de 1 cc/min y se usó un detector RI.

30 Para un copolímero no iónico que no incluye ácido carboxílico, entre los copolímeros usados en la presente invención, el HLB del mismo es preferiblemente de 0,5 a 17,0, y más preferiblemente de 4,0 a 14,0. Cuando el HLB es igual a o menor de 0,5, es difícil obtener una apariencia de acabado satisfactoria como resultado de suprimir la migración de capas, y cuando el HLB es igual a o mayor de 17,0, la resistencia al agua de la película de revestimiento curada disminuye.

35 El HLB, como se menciona en la presente memoria descriptiva, es un valor que se obtiene mediante un método Griffin y se calcula utilizando la siguiente fórmula 1 que se basa en la fórmula estructural del copolímero.

Fórmula 1

Valor HLB= 20 x (peso de la fórmula total de la porción hidrófila)/(peso molecular)

40 El agente de control de migración de capas usado según la presente invención puede incluir opcionalmente un tensioactivo para facilitar la dispersión en una pintura. El tensioactivo a utilizar no está particularmente limitado, y se puede utilizar un tensioactivo no iónico y/o un tensioactivo iónico.

Los ejemplos de tensioactivos no iónicos incluyen éteres de alquilo de polioxietileno, éteres de alquilarilo de polioxietileno, éteres de alquilo de polioxietileno, ésteres alifáticos de sorbitán, ésteres alifáticos de polioxietileno sorbitán y copolímeros de polioxietileno oxipropileno. Estos tensioactivos pueden usarse solos o en combinación.

45 Los ejemplos de tensioactivos iónicos incluyen tensioactivos aniónicos tales como sales de ácidos grasos de alquilo, sales de éster de ácido alquilsulfúrico, sulfatos de éter de alquilo de polioxietileno, sulfonatos de alquilbenceno, sulfosuccinatos y sales de éster de ácido fosfórico; tensioactivos catiónicos tales como sales de alquilamina y sales de amonio cuaternario; y tensioactivos anfóteros como las alquil betaínas. Estos tensioactivos pueden usarse solos o en combinación.

50 El agente de control de migración de capas usado según la presente invención puede incluir opcionalmente agua o un disolvente orgánico para facilitar la dispersión en una pintura. Los ejemplos de disolventes orgánicos adecuados incluyen hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos alicíclicos, hidrocarburos aromáticos, cetonas, ésteres, alcoholes y éteres, pero se prefieren los disolventes orgánicos que se han usado en los materiales de revestimiento acuoso general. Los ejemplos de dichos disolventes orgánicos incluyen alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico,

- alcohol isopropílico, alcohol butílico, alcohol isobutílico, alcohol pentílico, alcohol hexílico, alcohol heptílico, alcohol octílico, alcohol 2-etilhexílico, éter monometílico de etilenglicol, éter monometílico de dietilenglicol, éter monometílico de trietilenglicol, éter monoisopropílico de etilenglicol, éter monobutílico de etilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, éter monobutílico de trietilenglicol, éter monoisobutílico de etilenglicol, éter monohexílico de etilenglicol, éter mono-2-etilhexílico de etilenglicol, éter monometílico de propilenglicol, éter monometílico de dipropilenglicol, éter monopropílico de propilenglicol y éter monobutílico de propilenglicol. Estos solventes se pueden usar solos o en combinación.
- El agente de control de migración de capas usado según la presente invención puede incluir otras sustancias dentro de intervalos en los que no se ven afectadas sus propiedades y el objeto de la presente invención. Los ejemplos de tales aditivos incluyen un tensioactivo, un potenciador de formación de película, un secador, un agente para prevenir la contaminación, un espesante, un antioxidante, un absorbente de rayos UV, un agente impermeabilizante, un inhibidor de corrosión y óxido, un agente antiespumante, un agente nivelador, un dispersante, un agente ignífugo, un agente mejorador de la adhesión, un colorante, un agente antiestático, un agente de desprendimiento, un agente de acoplamiento, un agente desodorizante, un perfume y un tinte.
- La cantidad añadida del agente de control de migración de capas usada según la presente invención difiere dependiendo de la cantidad de resina contenida en la pintura y del tipo y la cantidad de un pigmento, pero generalmente es del 3% en peso al 15% en peso, y más preferiblemente del 3% en peso al 10% en peso en base al componente sólido de resina contenido en la pintura. Cuando la cantidad añadida es inferior al 3% en peso, no se puede obtener una apariencia de acabado suficiente de la película de revestimiento curada. No es deseable que esta cantidad sea superior al 15% en peso porque se deteriora la adhesión a la pintura de la capa superior.
- El agente de control de migración de capas usado según la presente invención se puede añadir a la pintura en cualquier momento. Por lo tanto, el agente de control se puede añadir en el proceso de amasar un pigmento o después de que se haya producido la pintura.
- La composición de pintura a la que se va a añadir el agente de control de migración de capas usado según la presente invención puede estar en cualquier forma, por ejemplo, en la forma de una pintura a base de solvente, pintura acuosa, pintura sin solvente o pintura en polvo, pero se prefiere la pintura acuosa.
- Los ejemplos de resinas sintéticas para usar en la pintura incluyen una resina acrílica, una resina alquídica, una resina de poliéster, una resina de uretano y una resina epoxi. Además, cuando se puede incluir un agente de curado, por ejemplo, se puede usar una resina amino, una resina de melamina, un compuesto de isocianato, un compuesto de isocianato de bloque y un compuesto epoxídico.
- Los ejemplos de pigmentos y cargas adecuados incluyen pigmentos escamosos de interferencia ligera tales como óxido de aluminio, un pigmento de mica de interferencia y un pigmento de mica blanco; pigmentos orgánicos tales como pigmentos de quelato de azo, pigmentos de azo insolubles, pigmentos de azo de condensación, un pigmento índigo, pigmentos de ftalocianina, pigmentos de dioxano, pigmentos de perinona, pigmentos de perileno, pigmentos de quinacridona y pigmentos de isoindolinona; y pigmentos inorgánicos tales como amarillo de cromo, óxido de hierro amarillo, óxido de hierro rojo, negro de carbón, dióxido de titanio, aluminio, cobre, cinc, hierro, níquel y estaño.
- Cuando se prepara la pintura, por ejemplo, se puede usar un método mediante el cual se amasa un material compuesto tal como un pigmento usando una amasadora o un rodillo y se dispersa con un molino de arena o un dispersador.
- La pintura a la que se ha añadido el agente de control de migración de capas usado según la presente invención puede incluir otras sustancias dentro de los intervalos en los que no se ven afectadas sus propiedades y el objeto de la presente invención. Los ejemplos de tales aditivos incluyen un tensioactivo, un potenciador de formación de película, un secador, un agente para prevenir la contaminación, un espesante, un antioxidante, un absorbente de rayos UV, un agente impermeabilizante, un inhibidor de corrosión y óxido, un agente antiespumante, un agente nivelador, un dispersante, un agente ignífugo, un agente mejorador de la adhesión, un colorante, un agente antiestático, un agente de desprendimiento, un agente de acoplamiento, un agente desodorizante, un perfume y un tinte.
- Un material base que se va a revestir con la pintura a la que se ha añadido el agente de control de migración de capas utilizado según la presente invención no está particularmente limitado, y el revestimiento se implementa, por ejemplo, en materiales base adecuados hechos de metales, plásticos, madera, caucho, vidrio, piedras, cemento, agentes de mortero y cerámica.
- Se puede usar cualquier método de revestimiento, incluyendo los ejemplos de los mismos revestimiento por pulverización, revestimiento con rodillo, revestimiento con brocha, revestimiento con cortina, revestimiento con barra y revestimiento con raqueta.
- Cuando se prepara una película de revestimiento con múltiples capas curada según la presente invención, por ejemplo, la pintura de la capa superior se utiliza para revestir sin curar la pintura de imprimación a la que se ha añadido el agente de control de migración de capas. En este caso, es preferible que después del revestimiento con la pintura de imprimación a la que se ha añadido el agente de control de migración de capas usado según la presente invención, el solvente innecesario (componente volátil tal como agua o un solvente orgánico) se elimine, según sea necesario. sin

curar, realizando un secado natural o secado con precalentamiento, y la pintura superior se utiliza para revestir. En particular, cuando la pintura de imprimación es una pintura acuosa, es preferible que el revestimiento con la capa superior se realice después de que la pintura de imprimación se haya secado por precalentamiento.

5 Se puede usar cualquier método para curar simultáneamente la pintura a la que se ha añadido el agente de control de migración de capas usado según la presente invención y la pintura superior. Por ejemplo, se puede usar el curado a temperatura normal, el curado térmico y el curado UV, pero se prefiere particularmente el curado térmico.

10 No se establece ninguna limitación particular en la aplicación de la composición de pintura a la que se ha añadido el agente de control de migración de capas usado según la presente invención, pero la aplicación preferible incluye pinturas de imprimación para el revestimiento mediante un método húmedo sobre húmedo para diversas aplicaciones interiores o exteriores, o para automóviles o reparación de automóviles.

15 Cuando se pintan interiores y exteriores de edificios, donde la pintura de imprimación es una pintura acuosa, en particular, en el caso del secado natural en el que no se usa precalentamiento, se requiere un tiempo considerable para evaporar el agua y similares. Por lo tanto, se requiere un intervalo largo antes del revestimiento con la pintura superior. Sin embargo, cuando se usa la pintura que incluye el agente de control de migración de capas usado según la presente invención como pintura de imprimación, el tiempo de secado puede acortarse. Por lo tanto, el intervalo entre el revestimiento de imprimación y el revestimiento superior puede acortarse.

Ejemplos

La presente invención se explica específicamente aquí a continuación con referencia a ejemplos. En los ejemplos, "partes" y "%" significan "partes en peso" y "% en peso", a menos que se indique específicamente lo contrario.

20 Ejemplo de producción 1

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 87,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 130,4 partes de éster vinílico del ácido 2,2-dimetiloctanoico (nombre comercial VeoVa 10, fabricado por Hexion Inc.), 32,6 partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 20,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [1]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.300, el valor de hidroxilo fue de 56 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 5,9.

Ejemplo de producción 2

40 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 119,1 partes de acrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer AME-400, fabricado por NOF CORPORATION), 23,8 partes de acrilato de estearilo, 95,2 partes de éster vinílico del ácido 2,2-dimetiloctanoico (nombre comercial VeoVa 10, fabricado por Hexion Inc.), 11,9 partes de acrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 2,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi) butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [2]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 22.000, el valor de hidroxilo fue de 23 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 8,0.

Ejemplo de producción 3

55 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 133,9 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-40G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 17,9 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK

5 Ester M-450G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 8,9 partes de metacrilato de 2-etilhexilo, 17,9 partes de éster vinílico del ácido 2,2-dimetiloctanoico (nombre comercial VeoVa 10, fabricado por Hexion Inc.), 71,4 partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 27,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di (t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se añadieron 2,5 partes de monooleil éter de polietilenglicol (nombre comercial Emalex 510, fabricado por Nihon Emulsion Co., Ltd.) como tensioactivo y un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [3]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 2.100, el valor de hidroxilo fue de 123 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 8,9.

Ejemplo de producción 4

15 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 71,4 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 71,4 partes de dimetacrilato de polietilenglicol (nombre comercial Blemmer PDE-600, fabricado por NOF CORPORATION), 95,2 partes de metacrilato de laurilo, 12,0 partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 76,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [4]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.500, el valor de hidroxilo fue de 21 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 9,2.

30 Ejemplo de producción 5

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 53,6 partes de acrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer AME-400, fabricado por NOF CORPORATION), 53,6 partes de diacrilato de polietilenglicol (nombre comercial Blemmer ADE-300, fabricado por NOF CORPORATION), 71,4 partes de acrilato de estearilo, 71,4 partes de acrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 32,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se ajustó un componente sólido al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [5]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 23.000, el valor de hidroxilo fue de 138 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 7,4.

Ejemplo de producción 6

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 43,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-40G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 65,2 partes de dimetacrilato de polietilenglicol (nombre comercial Blemmer PDE-400, fabricado por NOF CORPORATION), 108,7 partes de éster vinílico del ácido 2,2-dimetiloctanoico (nombre comercial VeoVa 10, fabricado por Hexion Inc.), 32,6 partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 97,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se añadieron 2,5 partes de monooleil éter de polietilenglicol (nombre comercial Emalex 510, fabricado por Nihon Emulsion Co., Ltd.) como tensioactivo y un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control

de migración de capas [6]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 2.400, el valor de hidroxilo fue de 56 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 6,3.

Ejemplo de producción 7

5 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 106,4 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-40G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 8,9 partes de estireno, 62,1 partes de metacrilato de 2-etilhexilo, 72,7 partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 29,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se añadieron 2,5 partes de monooleil éter de polietilenglicol (nombre comercial Emalex 510, fabricado por Nihon Emulsion Co., Ltd.) como tensioactivo y un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [7]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.200, el valor de hidroxilo fue de 125 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 6,2.

20 Ejemplo de producción 8

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 136,4 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-40G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 90,9 partes de metacrilato de 2-etilhexilo, 22,7 partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 80,0 partes de butilo propileno glicol y 40,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se añadieron 2,5 partes de monooleil éter de polietilenglicol (nombre comercial Emalex 510, fabricado por Nihon Emulsion Co., Ltd.) como tensioactivo y un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [8]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 2.200, el valor de hidroxilo fue de 39 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 7,2.

Ejemplo de producción 9

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 212,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 37,5 partes de estireno, 80,0 partes de butil propilenglicol y 23,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [9]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.800, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 13,6.

Ejemplo de producción 10

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 75,0 partes de acrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer AME-400, fabricado por NOF CORPORATION), 75,0 partes de diacrilato de polietilenglicol (nombre comercial Blemmer ADE-300, fabricado por NOF CORPORATION), 100,0 partes de metacrilato de estearilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 30,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente

durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [10]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 5.500, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 9,2.

Ejemplo de producción 11

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 80,4 partes de monometacrilato de poli(etileno-propileno) glicol (nombre comercial Blemmer 70PEP-350B, fabricado por NOF CORPORATION), 62,5 partes de monoalil éter de polietilenglicol (nombre comercial Uniox PKA-5003, fabricado por NOF CORPORATION), 35,7 partes de metacrilato de laurilo, 71,4 partes de acrilato de fenoxietilenglicol (nombre comercial NK Ester AMP-10G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 57 partes de butil propilenglicol y 30,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se ajustó un componente sólido al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [11]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.400, el valor de hidroxilo fue de 74 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 9,0.

Ejemplo de producción 12

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 212,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 37,5 partes de metacrilato de behenilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 19,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, se ajustó un componente sólido al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [12]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.500, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 13,6.

Ejemplo de producción 13

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 102,5 partes de acrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer AME-400, fabricado por NOF CORPORATION), 147,5 partes de acrilato de estearilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 9,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [13]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.500, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 6,7.

Ejemplo de producción 14

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una

mezcla que incluía 107,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 142,5 partes de metacrilato de estearilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 9,0 partes de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 120 °C.

5 Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 120 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó los 100 °C, se añadieron 4,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [14]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 23.500, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 6,9.

Ejemplo de producción 15

15 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 130,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer PME-1000, fabricado por NOF CORPORATION), 120,0 partes de metacrilato de estearilo, 80 partes de butil propilenglicol y 73,8 partes de una disolución al 55% de 2,2-di (t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C.

20 Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [15]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.400, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 9,5.

Ejemplo de producción 16

30 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 124,9 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 25,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-450G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 25,0 partes de metacrilato de isobornilo, 74,9 partes de metacrilato de laurilo, 0,25 partes de divinilbenceno, 80,0 partes de butil propilenglicol y 25,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi). La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [16]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.500, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 9,9.

Ejemplo de producción 17

45 Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 137,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 112,5 partes de metacrilato de laurilo, 80 partes de butil propilenglicol y 25,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [17]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.000, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 8,8.

Ejemplo de producción 18

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 222,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-40G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 27,5 partes de metacrilato de estearilo, 80 partes de butil propilenglicol y 31,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [18]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.600, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 11,4.

15 Ejemplo de producción 19

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 62,5 partes de acrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer AME-400, fabricado por NOF CORPORATION), 187,5 partes de acrilato de estearilo, 80,0 partes de butil propilenglicol y 10,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [19]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.500, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 4,1.

30 Ejemplo de producción 20

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 99,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 24,9 partes de metacrilato de estearoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer PSE-1300, fabricado por NOF CORPORATION), 24,9 partes de estireno, 99,5 partes de metacrilato de laurilo, 1,2 partes de divinilbenceno, 80 partes de butil propilenglicol y 50,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [20]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.600, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 7,9.

Ejemplo de producción 21

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 160,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 90,0 partes de metacrilato de t-butilo y 34,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [21]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 2.900, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 10,2.

60 Ejemplo de producción 22

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 125,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 25,0 partes de dimetacrilato de polietilenglicol (nombre comercial Blemmer PDE-400, fabricado por NOF CORPORATION), 25,0 partes de metacrilato de isobornilo, 75,0 partes de metacrilato de laurilo y 40,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [22]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 36.000, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 9,4.

Ejemplo de producción 23

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 126,9 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 65,4 partes de metacrilato de laurilo, 57,7 partes de silicona reactiva (nombre comercial Silaplane FM-0711, fabricado por JNC Corporation), y 2,5 partes de 2,2'-azobis(ácido isobutírico)dimetilo. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 2,5 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [23]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 61.600, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 8,1.

Ejemplo de producción 24

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 225,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer PME-1000, fabricado por NOF CORPORATION), 25,0 partes de metacrilato de laurilo y 20,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [24]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 5.700, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 16,4.

Ejemplo de producción 25

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 175,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 75,0 partes de metacrilato de 2-etilhexilo y 3,8 partes de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 3,8 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [25]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 53.100, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 11,2.

Ejemplo de producción 26

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 142,1 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 95,2 partes de metacrilato de laurilo, 11,9 partes de metacrilato de glicidilo, 80 partes de butil propilenglicol y 25,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [26]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.000, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 9,1.

15 Ejemplo de producción 27

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 142,1 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 95,2 partes de metacrilato de laurilo, 11,9 partes de N-isopropilacrilamida, 80 partes de butil propilenglicol, y 28,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [27]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.800, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 9,1.

30 Ejemplo de producción 28

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 142,1 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 95,2 partes de metacrilato de laurilo, 11,9 partes de ácido metacrílico, 80 partes de butil propilenglicol y 30,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [28]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 3.600 y el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g.

45 Ejemplo de producción 29

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 126,9 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 65,4 partes de metacrilato de laurilo, 57,7 partes de silicona reactiva (nombre comercial Silaplane FM-0711, fabricado por JNC Corporation), y 1,3 partes de 2,2'-azobis(ácido isobutírico)dimetilo. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 1,3 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [29]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 99.400, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 8,1.

60 Ejemplo de producción 30

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 12,5 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-40G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 237,5 partes de metacrilato de metilo y 33,5 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un agente de control de migración de capas [30]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.000, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 0,6.

Ejemplo comparativo de producción 1

Se cargó un total de 120 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 110 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 250 partes de metacrilato de laurilo, 5 partes de butil propilenglicol y 20 partes de una disolución al 40% de t-butilperoxi-2-etilhexanoato. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 90 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 110 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 110 °C. Después, se añadieron 2,5 partes de una disolución al 40% de t-butilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 110 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un aditivo comparativo [H1]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 13.400, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 0,0.

Ejemplo comparativo de producción 2

Se cargó un total de 120,0 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 250,0 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial Blemmer PME-1000, fabricado por NOF CORPORATION), 80 partes de butil propilenglicol y 73,0 partes de una disolución al 55% de 2,2-di(t-amilperoxi)butano. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 10,0 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un aditivo comparativo [H2]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 4.000, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g y el valor calculado de HLB fue de 18,2.

Ejemplo comparativo de producción 3

Se cargó un total de 120 partes de butil propilenglicol en un recipiente de reacción de 1.000 ml equipado con un dispositivo de agitación, un enfriador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y un puerto de soplado de gas nitrógeno, y la temperatura se elevó hasta 140 °C mientras se introducía gas nitrógeno. Se cargó en el embudo una mezcla que incluía 126,9 partes de metacrilato de metoxipolietilenglicol (nombre comercial NK Ester M-90G, fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd.), 65,4 partes de metacrilato de laurilo, 57,7 partes de silicona reactiva (nombre comercial Silaplane FM-0711, fabricado por JNC Corporation), 80 partes de butil propilenglicol y 1,2 partes de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato. La mezcla se añadió después gota a gota uniformemente durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura dentro del recipiente de reacción a 140 °C. Una vez completada la adición gota a gota, la temperatura de la reacción se mantuvo durante 60 minutos a 140 °C, y la temperatura de la reacción se ajustó entonces a 100 °C. Una vez que la temperatura alcanzó 100 °C, se añadieron 1,2 partes en peso de una disolución al 40% de t-amilperoxi-2-etilhexanoato, y la reacción se llevó a cabo durante 120 minutos mientras se mantenía la temperatura a 100 °C. Una vez completada la reacción, un componente sólido se ajustó al 50% con butil propilenglicol para obtener un aditivo comparativo [H3]. El peso molecular promedio en peso del copolímero sintetizado fue de 158.200, el valor de hidroxilo fue de 0 mg de KOH/g, y el valor calculado de HLB fue de 8,1.

La relación en peso de monómeros en los copolímeros sintetizados en los Ejemplos de Producción 1 a 30 y en los Ejemplos Comparativos de Producción 1 a 3 se muestra en la Tabla 1.

[Tabla 1]

Tabla 1. Relación en peso de los monómeros

| | | Ejemplos de Producción | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | Ejemplos Comparativos de Producción | | | | | | | |
|--------------------------------|---------------------|------------------------|----------|----|-----------------------|----|---|---|----|---|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-------------------------------------|----|---|----|---|-----|--|--|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 1 | 2 | 3 | | | |
| Monómero (A) | R1 | m | n | R2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | NK Ester M-40G *1 | M *3 | 2 | 4 | CH3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | NK Ester M-80G *1 | M *3 | 2 | 9 | CH3 | | | | 85 | | | | 85 | | | 43 | | | | | | 40 | 84 | 50 | 66 | | | | | | | | | | | | |
| | Blemmer AME-400 *2 | A *4 | 2 | 9 | CH3 | | | | | | 30 | | | | 41 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Blemmer PME-1000 *2 | M *3 | 2 | 23 | CH3 | | | | | | | | | | | 52 | | | | | | | | | 90 | | | | | | | | | | 100 | | |
| | Blemmer PSE-1300 *2 | M *3 | 2 | 30 | C18H37 | | | | | | | | | | | | | | | | | 10 | | | | | | | | | | | | | | | |
| | NK Ester M-450G *1 | M *3 | 2 | 45 | CH3 | | | | | | | | | | | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Blemmer PDE-400 *2 | M *3 | 2 | 9 | M *3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Blemmer PDE-600 *2 | M *3 | 2 | 14 | M *3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Blemmer ADE-300 *2 | A *4 | 2 | 7 | A *4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 70PEP-350B *2 | M *3 | 2, 3, 5, | 3 | H | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| UnioX | allyl | 2 | 9 | H | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| PKA-5003 *2 | | | | | Número átomos Carbono | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de metilo | 1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de t-butilo | 4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Estireno | 6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de 2-etilhexilo | 8 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2,2-Dimetiloctanoato de vinilo | 10 | 60 | 40 | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 10 | | | | |
| Metacrilato de isobornilo | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de laurilo | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de estearilo | 18 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Acrilato de estearilo | 18 | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 40 | | | | | | |
| Metacrilato de behenilo | 22 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de 2-hidroxiethyl | 15 | 40 | 5 | 15 | 41 | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 20 | | |
| Acrilato de 2-hidroxiethyl | 5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Stiapiane FM-0711 *5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Divinilbenceno | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| NK Ester AMP-100 *1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Metacrilato de glicidilo | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| N-isopropilacrilamida | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ácido metacrilico | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

*1 Fabricado por Shin Nakamura Chemical Co., Ltd. *2 Fabricado por Nippon Oil & Fats Co., Ltd.

*3 M: metacrilato *4 A: acrilato *5 Fabricado por JNC Corporation

ES 2 782 117 T3

Ejemplos de ensayo

Los ensayos de rendimiento de los agentes de control de migración de capas se llevaron a cabo usando pintura metálica acuosa (I) mostrada en la Tabla 2, pintura metálica acuosa (II) mostrada en la Tabla 3, una pintura transparente mostrada en la Tabla 4 y una pintura de imprimación acuosa mostrada en la Tabla 5.

[Tabla 2]

Tabla 2. Formulación de ensayo (I) de pinturas metálicas

| Nombre de los materiales de partida | Peso (partes) | Proveedores de materiales de partida |
|---|---------------|--------------------------------------|
| Formulación A | | |
| Asahi Kasei Alumipaste MH-8801 (pasta de aluminio: componente sólido de aluminio 65%) | 8,7 | Asahi Kasei Metals Ltd. |
| Butil propilenglicol (disolvente orgánico) | 2,9 | |
| Sannix PP-400 (polioxipropilenglicol: componente sólido de resina 100%) | 1,4 | Sanyo Chemical Industries, Ltd. |
| Sannix PP-1000 (polioxipropilenglicol: componente sólido de resina 100%) | 2,8 | Sanyo Chemical Industries, Ltd. |
| Formulación B | | |
| Water Sol ACD-2001 (dispersión acrílica: componente sólido de resina 40%) | 72,8 | DIC Corporation |
| NACURE 4054J (éster de ácido fosfórico: componente sólido 50%) | 1,0 | KING Industrys Inc. |
| Formulación C | | |
| Cymel 251 (resina de melamina hidrófoba: componente sólido de resina 80%) | 10,4 | Allnex Japan Inc. |

[Tabla 3]

Tabla 3. Formulación de ensayo (II) de pinturas metálicas

| Nombre de los materiales de partida | Peso (partes) | Proveedores de materiales de partida |
|---|---------------|--------------------------------------|
| Formulación A | | |
| Asahi Kasei Alumipaste MH-8801 (pasta de aluminio: componente sólido de aluminio 65%) | 9,7 | Asahi Kasei Metals Ltd. |
| Butil propilenglicol (disolvente orgánico) | 3,2 | |
| Sannix PP-400 (polioxipropilenglicol: componente sólido de resina 100%) | 1,5 | Sanyo Chemical Industries, Ltd. |
| Sannix PP-1000 (polioxipropilenglicol: componente sólido de resina 100%) | 3,1 | Sanyo Chemical Industries, Ltd. |
| Formulación B | | |

| | | |
|---|------|---------------------|
| Water Sol ACD-2001 (dispersión acrílica: componente sólido de resina 40%) | 58,0 | DIC Corporation |
| NACURE 4054J (éster de ácido fosfórico: componente sólido 50%) | 1,2 | KING Industrys Inc. |
| Formulación C | | |
| Cymel 251 (resina de melamina hidrófoba: componente sólido de resina 80%) | 23,2 | Allnex Japan Inc. |

[Tabla 4]

Tabla 4. Formulación de ensayo de pinturas transparentes.

| Nombre de los materiales de partida. | Peso (partes) | Proveedores de materiales de partida |
|---|---------------|--------------------------------------|
| Desmodur N3300 (compuesto de isocianato: componente sólido de resina 70%) | 20,2 | Covestro Ltd. |
| Desmophen A870BA (poliol acrílico: componente sólido de resina 100%) | 60,0 | Covestro Ltd. |
| Acetato de butilo (disolvente orgánico) | 19,8 | |
| Disparlon SPL-93 (agente de ajuste de superficie: componente sólido 15%) | 0,2 | KUSUMOTO CHEMICALS, LTD. |

5

[Tabla 5]

Tabla 5. Formulación de ensayo de pintura de imprimación acuosa

| Nombre de los materiales de partida. | Peso (partes) | Proveedores de materiales de partida |
|--|---------------|--------------------------------------|
| Sellador fino acuoso blanco (pintura de imprimación acuosa: componente sólido de resina 25%) | 100,0 | Nippon Paint Co., Ltd. |

Preparación de pintura metálica (I)

- 10 Se preparó una pintura metálica mezclando una formulación A y una formulación C con una formulación B descrita en la Tabla 2 usando un dispersor de laboratorio. Después, se mezcló un agente de control de migración de capas con la pintura metálica usando un dispersor de laboratorio para que la cantidad de componente sólido de copolímero en el agente de control de migración de capas fuera de 3 partes en peso a 15 partes en peso por 100 partes en peso del componente sólido de resina en la pintura metálica, preparando así una pintura metálica (I). Se preparó por el mismo método una pintura metálica (I) a la que no se añadió el agente de control de migración de capas. Esta pintura se refiere como Blanco (I).

Preparación de pintura metálica (II)

Se preparó una pintura metálica (II) y un Blanco (II) por el mismo método que la formulación metálica (I), excepto que se usó la composición metálica (II) descrita en la Tabla 3.

Preparación de pintura transparente

- 20 Se preparó una pintura transparente mezclando de acuerdo con la formulación como se describe en la Tabla 4 usando un dispersor de laboratorio.

Preparación de pintura de imprimación acuosa

Se preparó una pintura de imprimación acuosa mezclando un agente de control de migración de capas usando un dispersor de laboratorio con la pintura de imprimación acuosa comercial descrita en la Tabla 5, de modo que el componente sólido de copolímero en el agente de control de migración de capas fue de 3 partes en peso a 9 partes por peso por 100 partes en peso del componente sólido de resina de la pintura de imprimación acuosa. La pintura de imprimación acuosa comercial descrita en la Tabla 5 se denominó Blanco (III).

Ejemplo de ensayo de apariencia de película de revestimiento (I). Método de ensayo

La viscosidad de la pintura metálica (I) se ajustó a 40 segundos a 20 °C usando una copa Ford n.º 4 y añadiendo agua destilada. La pintura metálica (I) se utilizó después para revestir, con un rociador de aire, dos placas de estaño para obtener un espesor de película de $15 \pm 2 \mu\text{m}$ después del horneado. Se dejó reposar el revestimiento durante 10 minutos a temperatura ambiente y después se secó precalentando durante 3 minutos a 80 °C. De las dos placas obtenidas con un revestimiento metálico, una placa revestida se curó por calentamiento durante 30 minutos a 140 °C para producir una película de revestimiento de una sola capa para la evaluación de la apariencia.

La otra placa con un revestimiento metálico se revistió, sin curar, con una pintura transparente en la superficie de la misma utilizando un pulverizador de aire para obtener un espesor de película seca de 30 μm a 40 μm . La viscosidad de la pintura transparente se ajustó a 14 segundos a 20 °C usando una copa Ford n.º 4 y añadiendo acetato de butilo. La lámina revestida se dejó reposar durante 10 minutos a temperatura ambiente y después se calentó durante 30 minutos a 140 °C para curar las dos capas al mismo tiempo y obtener una película de revestimiento con múltiples capas para evaluar la apariencia, produciéndose esta película de revestimiento por el método denominado de dos capas y un horneado.

La apariencia de la película de revestimiento se evaluó utilizando un espectrofotómetro de múltiples ángulos (nombre comercial MA68II, fabricado por X-Rite Inc.), midiendo L^* a ángulos de reflexión de 15°, 45° y 110° con respecto al ángulo de incidencia de la película de revestimiento, y calculando un valor FI (índice flop) usando la siguiente fórmula 2. Cuanto mayor sea el valor FI, la apariencia de la película de revestimiento será superior.

Fórmula 2

$$FI = 2,69 \times (L^*15^\circ - L^*110^\circ)^{1,11} \div (L^*45^\circ)^{0,86}$$

La apariencia del acabado se comparó calculando un valor absoluto de la diferencia entre el valor FI de la película de revestimiento de una sola capa y el valor FI de la película de revestimiento de múltiples capas como ΔFI . El retorno de color causado por la migración de capas se produce a un ΔFI grande, lo que indica de esta manera la degradación de la apariencia de la película de revestimiento. Se utilizaron los siguientes criterios de evaluación de la apariencia del acabado: $\Delta FI = 0$ a 2: ****; $\Delta FI = 2$ y 3: ***; $\Delta FI = 3$ y 4: **; y $\Delta FI = 4$ o más: *.

Ejemplo de ensayo de apariencia de película de revestimiento (II). Método de ensayo

El ensayo y la evaluación se realizaron por el mismo método que en el Ejemplo de ensayo de apariencia de película de revestimiento (I), excepto que se usó la pintura metálica (II).

Ejemplo de ensayo de resistencia al agua de película de revestimiento (I). Método de ensayo

La viscosidad de la pintura metálica (I) se ajustó a 40 segundos a 20 °C usando una copa Ford n.º 4 y añadiendo agua destilada. La pintura metálica (I) se utilizó entonces para revestir, con un rociador de aire, una lámina electrodepositada para obtener un espesor de película de $15 \pm 2 \mu\text{m}$ después del horneado. Se dejó reposar el revestimiento durante 10 minutos a temperatura ambiente y después se secó precalentando durante 3 minutos a 80 °C. La lámina con revestimiento metálico no curado se revistió después con una pintura transparente usando un pulverizador de aire para obtener un espesor de película seca de 30 μm a 40 μm . La viscosidad de la pintura transparente se ajustó a 14 segundos a 20 °C usando una copa Ford n.º 4 y añadiendo acetato de butilo. La lámina revestida se dejó reposar durante 10 minutos a temperatura ambiente y después se calentó durante 30 minutos a 140 °C para curar las dos capas al mismo tiempo y obtener una película de revestimiento de múltiples capas para un ensayo de resistencia al agua, produciéndose esta película de revestimiento por el método denominado de dos capas y un horneado.

La película de revestimiento de múltiples capas se sumergió durante 10 días en agua del grifo ajustada a una temperatura de 40 °C. El estado de decoloración se evaluó visualmente dentro de los 10 minutos posteriores a la extracción del tanque de agua. Los símbolos de evaluación ****, *** y * se usaron cuando el grado de decoloración fue, respectivamente, mejor que, igual que, y peor que el de la lámina revestida (Blanco (I) en la Tabla 6) que usaba una pintura metálica que no incluía ningún agente de control de migración de capas.

Ejemplo de ensayo de resistencia al agua de película de revestimiento (II). Método de ensayo

El ensayo y la evaluación se realizaron por el mismo método que en el Ejemplo de ensayo de resistencia al agua de película de revestimiento (I), excepto que se usó la pintura metálica (II). La evaluación comparativa se realizó con la

lámina revestida (Blanco (II) en la Tabla 7) usando la pintura metálica que no incluía ningún agente de control de migración de capas usado según la presente invención.

5 Los resultados del ejemplo de ensayo (I) se muestran en la Tabla 6, y los resultados del ejemplo de ensayo (II) se muestran en la Tabla 7. Está claro que la adición del agente de control de migración de capas usado según la presente invención a la pintura mejora la apariencia de la película de revestimiento sin causar el efecto de decoloración en el ensayo de resistencia al agua.

Ensayo de sequedad por contacto con los dedos (III). Método de ensayo

10 Se utilizó una pintura de imprimación acuosa para revestir, con una barra de revestimiento, una placa de estaño en las condiciones de una temperatura de 24 °C y un contenido de humedad del 50% para obtener un espesor de película de $18 \pm 2 \mu\text{m}$ después del curado. La presencia o ausencia de tacto adhesivo en la superficie revestida se examinó por contacto con los dedos cada 5 minutos, y el tiempo en que el dedo dejó de pegarse a la película de revestimiento se tomó como un tiempo de secado por contacto con los dedos.

La apariencia externa de la película de revestimiento se evaluó visualmente de la siguiente manera.

15 La apariencia igual que la del Blanco (III) se evaluó como ****, y cuando se observó repelencia o hundimiento, la apariencia se evaluó como *.

Los resultados obtenidos en el ejemplo de ensayo (III) se muestran en la Tabla 8. Está claro que la adición del agente de control de migración de capas utilizado según la presente invención a la pintura acorta el tiempo de secado sin producir un efecto adverso sobre la apariencia de la pintura de revestimiento.

[Tabla 6]

20 Tabla 6. Resultados del ejemplo de ensayo (I)

| | Composición metálica de ensayo | Cantidad añadida (%) | Apariencia del acabado | Resistencia al agua |
|--|--------------------------------|----------------------|------------------------|---------------------|
| Blanco (I) | I | 0 | * | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [1] | I | 10 | **** | **** |
| | | 15 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [2] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [3] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [4] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [5] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [6] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [7] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [8] | I | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [9] | I | 10 | **** | *** |

ES 2 782 117 T3

| | | | | |
|---|---|----|------|------|
| Agente de control de mezclado de capas [10] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [11] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [12] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [13] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [14] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [15] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [16] | I | 10 | **** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [17] | I | 3 | *** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [18] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [19] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [20] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [21] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [22] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [23] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [24] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [25] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [26] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [27] | I | 10 | *** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [28] | I | 10 | *** | *** |

ES 2 782 117 T3

| | | | | |
|---|---|----|-----|-----|
| Agente de control de mezclado de capas [29] | I | 10 | ** | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [30] | I | 10 | ** | *** |
| Aditivo comparativo [H-1] | I | 10 | * | *** |
| Aditivo comparativo [H-2] | I | 10 | *** | * |
| Aditivo comparativo [H-3] | I | 10 | ** | * |

[Tabla 7]

Tabla 7. Resultados del ejemplo de ensayo (II)

| | Composición metálica de ensayo | Cantidad añadida (%) | Apariencia del acabado | Resistencia al agua |
|--|--------------------------------|----------------------|------------------------|---------------------|
| Blanco (II) | II | 0 | * | *** |
| Agente de control de mezclado de capas [3] | II | 10 | **** | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [4] | II | 10 | **** | **** |
| Aditivo comparativo [H-1] | II | 10 | * | *** |

[Tabla 8]

Tabla 8. Resultados del ejemplo de ensayo (III)

| | Cantidad añadida (%) | Tiempo de secado por contacto con los dedos (min) | Apariencia (evaluación visual) |
|---|----------------------|---|--------------------------------|
| Blanco (III) | 0 | 65 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [1] | 3 | 40 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [4] | 3 | 40 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [8] | 3 | 55 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [11] | 3 | 50 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [12] | 3 | 55 | **** |

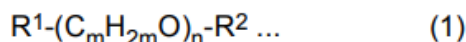
ES 2 782 117 T3

| | Cantidad añadida (%) | Tiempo de secado por contacto con los dedos (min) | Apariencia (evaluación visual) |
|---|----------------------|---|--------------------------------|
| Agente de control de mezclado de capas [13] | 3 | 45 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [14] | 3 | 55 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [15] | 3 | 55 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [16] | 3 | 50 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [17] | 3 | 35 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [18] | 3 | 40 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [19] | 3 | 55 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [20] | 3 | 55 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [21] | 9 | 30 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [22] | 3 | 45 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [23] | 3 | 60 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [24] | 3 | 55 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [25] | 3 | 50 | **** |
| Agente de control de mezclado de capas [30] | 3 | 45 | **** |
| Aditivo comparativo [H-1] | 3 | 60 | * |
| Aditivo comparativo [H-2] | 3 | 65 | **** |

REIVINDICACIONES

1. El uso de un copolímero como agente de control de migración de capas para una pintura, en donde el copolímero se obtiene por polimerización de una mezcla de monómeros que incluye

- 5 5% en peso a 90% en peso de un monómero insaturado polimerizable (A) que incluye al menos un tipo de grupo éter seleccionado de un grupo representado por la siguiente fórmula química (1):



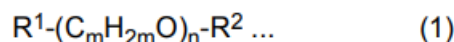
en la fórmula química (1), R¹ es un grupo (met)acrilo, un grupo éter vinílico o un grupo alilo; R² es un átomo de hidrógeno, un grupo (met)acrilo, un grupo éter vinílico, un grupo alilo o un grupo alquilo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono; m es un número de 2 a 4; n es un número de 2 a 100, y

- 10 10% en peso a 95% en peso de un monómero insaturado polimerizable (B) de al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en monómeros insaturados polimerizables que tienen un grupo hidrófobo,

y en donde el copolímero tiene un peso molecular promedio en peso de 1.000 a 100.000.

2. El uso de un copolímero como un agente de control de migración de capas para una pintura, en donde el copolímero se obtiene por polimerización de una mezcla de monómeros que incluye

- 15 un monómero insaturado polimerizable (A) que incluye al menos un tipo de grupo éter seleccionado de un grupo representado por la siguiente fórmula química (1):



- 20 en la fórmula química (1), R¹ es un grupo (met)acrilo, un grupo éter vinílico o un grupo alilo; R² es un átomo de hidrógeno, un grupo (met)acrilo, un grupo éter vinílico, un grupo alilo o un grupo alquilo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono; m es un número de 2 a 4; n es un número de 2 a 100,

un monómero insaturado polimerizable (B) de al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en monómeros insaturados polimerizables que tienen un grupo hidrófobo, y

un monómero insaturado polimerizable (C) de al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en monómeros insaturados copolimerizables,

- 25 en donde la mezcla de monómeros incluye 100 partes en peso de una mezcla de 5% en peso a 90% en peso del monómero (A) y 10% en peso a 95% en peso del monómero (B), y 50 partes en peso o menos del monómero (C), y el peso molecular promedio en peso del copolímero es de 1.000 a 100.000.

- 30 3. El uso según la reivindicación 1 o 2, en donde el monómero insaturado polimerizable (B) que tiene un grupo hidrófobo es un monómero insaturado polimerizable de al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en monómeros insaturados polimerizables que tienen una porción lineal, una porción ramificada, o una porción de anillo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono.

- 35 4. El uso según una cualquiera de las reivindicaciones 2 o 3, en donde el monómero insaturado polimerizable (C) es un monómero insaturado polimerizable de al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en un monómero insaturado polimerizable que tiene un grupo hidroxilo, un monómero insaturado polimerizable que tiene un grupo amida, un monómero insaturado polimerizable que tiene un grupo glicol, un monómero insaturado polimerizable que tiene un grupo glicidilo, un monómero insaturado polimerizable que tiene un grupo carboxilo, un monómero insaturado polifuncional y una silicona reactiva que tiene un grupo metacrililoxi.

5. Un método para formar una película de revestimiento de múltiples capas, que comprende:

- 40 (1) una etapa de revestimiento de imprimación con una composición de pintura que comprende, como un agente de control de migración de capas, el copolímero definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en una cantidad del 3% en peso al 15% en peso por peso de un componente sólido de resina contenido en la pintura sobre un objeto de revestimiento;

(2) una etapa de revestimiento con una composición de pintura superior sobre la superficie revestida de imprimación sin curar; y

- 45 (3) una etapa de calentamiento de la película de revestimiento de múltiples capas sin curar para curar las películas de revestimiento tanto de imprimación como superior al mismo tiempo.

6. El método para formar una película de revestimiento de múltiples capas según la reivindicación 5, en donde la composición de pintura de imprimación incluye una resina acuosa y una resina de melamina hidrófoba como componentes de resina formadora de película, y una relación de mezclado de componente sólido de la resina de melamina hidrófoba con la resina acuosa es 20-40 a 60-80 como una relación en peso.