



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 347 197**

51 Int. Cl.:  
**C09D 133/06** (2006.01)  
**C09D 179/00** (2006.01)  
**C08K 5/16** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07862502 .7**  
96 Fecha de presentación : **04.12.2007**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2094794**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.09.2009**

54 Título: **Composición de revestimiento de poliol acrílico.**

30 Prioridad: **04.12.2006 US 872675 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**26.10.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**26.10.2010**

73 Titular/es:  
**E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY**  
**1007 Market Street**  
**Wilmington, Delaware 19898, US**

72 Inventor/es: **Trindade, Delson Jayme y**  
**Uhlianuk, Peter William**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 347 197 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

Composición de revestimiento de polirol acrílico.

5 **Campo de la invención**

Esta invención se refiere a una composición de revestimiento y a un método para revestir la carrocería de un automóvil o parte del mismo. En particular, esta invención se refiere a una composición y a un método útil para formar revestimientos multicapas.

10 **Antecedentes de la invención**

Los sistemas de revestimiento para automóviles comprenden normalmente una multiplicidad de revestimientos aplicados a un sustrato, típicamente un sustrato de acero, que se trata con una capa de fosfato a prueba de corrosión, después se aplica una capa de imprimación de electro revestimiento catódico para una protección adicional contra la corrosión. Se usa después una capa de imprimación (también conocida como capa de imprimación resistente al descascarillado, imprimación superficial, o carga de imprimación) para alisar la superficie para dar una capa de acabado y también para proporcionar al sistema de revestimiento resistencia al descascarillado por piedras. Después se aplica un sistema de capa de acabado, en ocasiones como una sola capa de acabado brillante, más a menudo actualmente como una capa base de color sólido o pigmentos en copos, seguido de una pintura transparente protectora, para proteger y conservar las cualidades estéticas atractivas del acabado en el vehículo incluso en casos de exposiciones prolongadas al medio ambiente o agentes atmosféricos.

Las composiciones para capa base y pintura transparente se aplican normalmente como una aplicación mojado sobre mojado a una capa de imprimación curada y secada. Primero se aplica la capa base, y después se evapora, opcionalmente, durante un período corto para eliminar al menos una porción del disolvente. Después se aplica la pintura transparente a la capa base no curada y después se curan posteriormente las capas de pintura transparente y capa base al mismo tiempo para formar un acabado seco y curado. En el método convencional para formar la película de revestimiento multicapas, la capa de imprimación superficial subyacente, sin embargo, se cura antes de volver a revestirse con capa base y pintura transparente. Históricamente, las imprimaciones curadas se han usado no solamente para proporcionar una superficie lisa sobre la que aplicar la capa de acabado, sino también para evitar la pérdida de color interfacial o que se entremezcle con la capa base subyacente y para evitar que se vea afectado el aspecto de la capa de acabado total. La resistencia al entremezclado, denominada en ocasiones resistencia a la penetración de líquidos, es especialmente importante para el aspecto de los acabados metálicos favoritos que son populares actualmente en automóviles y camiones. Cualquier alteración de la orientación de los copos del pigmento metálico en las capas base metálicas tras la aplicación sobre la capa de imprimación superficial le restará el efecto metálico del acabado. Por lo tanto, se debe tener cuidado para asegurar que los copos del pigmento metálico no se alteran tras pintar.

Cuando la pintura aplicada a un sustrato contiene un pigmento de efecto metálico, el índice de cambio de reflexión de la pintura seca y curada es una importante medida de la calidad. Para los pigmentos de efecto metálico es importante orientarse en paralelo a la superficie adyacente para maximizar el cambio de reflexión. Generalmente, las capas base se aplican en dos capas delgadas, lo cual ayuda a facilitar la orientación del copo metálico paralelo a la superficie adyacente. Cuando la mayoría de los copos metálicos se orientan en paralelo a la superficie adyacente, el índice de reflexión, o cambio de brillo con el ángulo de visión, se maximiza dando como resultado un efecto sumamente deseable. Para aplicar dos capas delgadas, un equipo para pintar automóviles emplea típicamente una serie de dos estaciones de pulverización distintas, una situada directamente detrás de la otra. Como cada estación de pulverización puede usar diversas pistolas pulverizadoras, la inversión de capital para la zona de pulverización de capa base es importante.

En los últimos años, también se ha pretendido enérgicamente reducir la carga medioambiental o el impacto de las plantas de ensamblaje de automóviles reduciendo las emisiones de VOC (compuestos orgánicos volátiles, del inglés Volatile Organic Compounds) y las emisiones de CO<sub>2</sub> (dióxido de carbono) generadas en las zonas de pintura en funcionamiento y en los hornos de cocción. Esto ha llevado al uso de un menor contenido de disolvente en la pintura y al desarrollo de sistemas de pintura en mojado de tres capas, que hagan posible aplicar una capa de imprimación, una capa base y una pintura transparente de manera continua mojado sobre mojado, antes de curarlas todas a la vez en una sola cocción. Con este proceso de aplicación simplificado, es posible eliminar la zona de pintura de imprimación y el horno de imprimación distintos, que también da como resultado un ahorro sustancial para los fabricantes de automóviles. Sin embargo, los obstáculos técnicos de esta simplificación del proceso, han sido importantes. Por ejemplo, el entremezclado interfacial y el aspecto estético, así como las propiedades de las películas, tales como resistencia al descascarillado son aún aspectos importantes.

Se han hecho intentos para tratar los problemas anteriores, modificando la formulación del material de revestimiento de imprimación. La patente de EE.UU. n° 6.863.929 de Watanabe *et al.* describe un método para formar una película de revestimiento multicapas para un automóvil, usando un proceso de pintura en mojado de tres capas (denominado también un proceso “3-mojado” o “3-revestimiento-1-cocción”) donde un revestimiento de imprimación estándar de poliéster-melamina se formula para contener también partículas de polímeros acrílicos, fundamentalmente en forma de polímeros reticulados internamente en dispersión no acuosa (NAD, del inglés Nonaqueous Dispersion) o partículas de microgel reticuladas internamente. Estas partículas están destinadas a aumentar la viscosidad y el parámetro de

solubilidad entre el imprimador superficial y el revestimiento base para evitar el entremezclado en la interfase entre las capas revestidas. Sin embargo, el uso de tales sistemas cargados con partículas también tiene algunos inconvenientes.

Por ejemplo, las micropartículas también tienden a crear huecos en la superficie de la imprimación húmeda, cuando la capa base aún puede fluir y entremezclarse, dando como resultado defectos en el aspecto estético tales como pérdida de homogeneidad, brillo, la luz incolora reflejada, y/o efecto metálico. El combamamiento de estos revestimientos, especialmente en paneles verticales, tales como puertas, guardabarros y paneles inferiores bajo los asientos, también es un problema. Estos sistemas cargados con partículas tampoco pueden mantener las películas formadas secas en niveles comerciales normales. Por tanto, las películas formadas se deben reducir para permitir que las NAD o las partículas de microgel migren a la interfase. Además, las películas delgadas son un impedimento pues tienden a someter la capa de imprimación electrorevestida protectora de la corrosión subyacente a una transmisión de luz UV excesiva y al deterioro. Las películas delgadas o las regiones de película delgada también son inadecuadas para las propiedades mecánicas y el aspecto visual del acabado final.

Por lo tanto, existe aún la necesidad de encontrar un modo más eficaz para evitar el entremezclado del imprimador superficial y las capas base y la pintura transparente, cuando se aplican de una manera mojado-sobre mojado sobre mojado (es decir, un proceso 3-mojado) y hace posible eliminar el proceso de cocción de la imprimación y reducir el impacto medioambiental del sistema de revestimiento, mientras se mantiene también la película formada, el aspecto global tal como brillo alto y nitidez de imagen y las propiedades de la película del sistema de revestimiento.

El documento WO 01/18071 A1 describe una composición de revestimiento con contenido en sólidos sumamente elevado, que comprende una mezcla de poliol y un reticulante seleccionado del grupo que consiste en poliisocianatos multifuncionales, melaminas y silanos. La mezcla de poliol comprende un poliol acrílico que comprende 40 a 98% en peso de metacrilato o acrilato de alquilo C1 a C20. Los monómeros de acrilato extendidos con poliéster como constituyentes del poliol acrílico no se describen.

El documento de EE.UU. n° 5.981.652 describe pinturas que comprenden componentes de resina, que incluyen un poliésterpoliol y un poliol acrílico y un agente reticulante que incluye un isocianato bloqueado como componente esencial y puede incluir además una resina de melamina.

El documento WO 01/98390 A1 describe una composición de revestimiento de tres componentes. La composición de revestimiento comprende entre otros al menos un poliol acrílico que tiene un cierto contenido de carboxilo y un poliisocianato.

El documento WO 00/37524 A1 describe una composición de revestimiento que comprende un poliol acrílico y un agente de curado reactivo con grupos hidroxilo, en particular, poliisocianato. El poliol acrílico comprende el producto de polimerización de 20 a 70% de una cierta combinación de monómeros acrilato con funcionalidad hidroxilo, 30 a 80% de monómeros acrilato sin grupos funcionales reactivos con isocianato y 0 a 5% de monómero ácido insaturado. 5 a 40% de los monómeros acrilato con funcionalidad hidroxilo pueden comprender acrilato o metacrilato, en los que el grupo esterificante es un hidroxiéster que tiene uno o más grupos éster, como el producto de reacción de un metacrilato o acrilato de hidroxilalquilo y  $\epsilon$ -caprolactona. Ejemplos de monómeros acrilato sin grupos funcionales incluyen entre otros metacrilato de laurilo y metacrilato de 2-etilhexilo.

Ni el documento de EE.UU. n° 5.981.652, ni WO 01/98390 A1, ni WO 00/37524 A1 describen polioles acrílicos que comprendan 40% en peso o más de monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, lineal o ramificado y monómero de acrilato extendido con poliéster.

Los solicitantes han presentado una solicitud en trámite junto a la presente, PCT/US2007/024833 (WO 2008/070077 A2) que describe una composición de revestimiento que comprende un componente reticulable, un componente reticulante, al menos un compuesto de diurea y al menos un material de silicato estratificado. El componente reticulable es preferiblemente un poliol acrílico que comprende al menos 40 por ciento en peso referido al peso total del poliol acrílico de una combinación de al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, ramificado o lineal y un segundo monómero que es un monómero de acrilato extendido con poliéster.

## 55 Sumario de la descripción

En un aspecto, la presente invención es una composición de revestimiento que comprende un componente reticulable y un componente reticulante, donde:

- 60 (a) el componente reticulable comprende un poliol acrílico, donde el poliol acrílico comprende al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, lineal o ramificado, y al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster, y
- (b) el componente reticulante comprende al menos uno del grupo seleccionado entre melamina, aminoresina, poliisocianato, poliisocianato bloqueado, o una combinación de los mismos; y

65 donde el porcentaje en peso total de los monómeros de acrilato de alquilo C8 o superior lineales o ramificados y los monómeros de acrilato extendidos con poliéster es al menos 40.

## ES 2 347 197 T3

La presente descripción se refiere también a un proceso para usar la composición de revestimiento, que comprende aplicar secuencialmente una capa de una composición de imprimación, una capa de una composición de capa base y una capa de una composición de pintura transparente sobre un sustrato; y curar simultáneamente las capas aplicadas calentando;

donde la composición de capa base comprende un componente reticulable, un componente reticulante, un vehículo orgánico líquido, y opcionalmente pigmentos; en la que

a) el componente reticulable comprende un poliol acrílico, donde el poliol acrílico comprende al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior lineal o ramificado, y al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster, y

b) el componente reticulable comprende al menos uno del grupo seleccionado entre melamina, aminoresina, poliisocianato, poliisocianato bloqueado, o una combinación de los mismos; y

donde el porcentaje en peso total del monómero de acrilato de alquilo C8 o superior lineal o ramificado y el monómero de acrilato extendido con poliéster es al menos 40.

### Descripción detallada de la descripción

En esta descripción, se usan una serie de términos y abreviaturas. Se dan las siguientes definiciones.

“Mojado sobre mojado” significa que la capa base y la capa de pintura transparente se aplican sucesivamente a una capa de imprimación curada sin una etapa de curado entre las capas base y de pintura transparente.

“Mojado sobre mojado sobre mojado”, también usado de manera intercambiable en la presente con “mojado en tres capas”, “3-mojado”, y “3-revestimiento-1-cocción”, significa que la capa de imprimación, capa base y capa de pintura transparente se aplican sucesivamente de manera mojado sobre mojado.

“Sustancialmente exento” con respecto a la composición de revestimiento significa que la composición de revestimiento contiene menos de 1% en peso, preferiblemente cero por ciento en peso, del componente especificado, referido al peso total de la composición.

“Composición con alto contenido en sólidos” significa una composición de revestimiento líquido con base de disolvente, que tiene un contenido de sólidos total en el momento de la aplicación, de al menos 40 por ciento en peso, preferiblemente en el intervalo de 40 por ciento en peso a 90 por ciento en peso, referido al peso total de la composición de revestimiento.

“Sólidos totales” se refiere a la cantidad total de componentes no volátiles en la composición, incluso aunque algunos de los componentes puedan ser líquidos no volátiles en lugar de sólidos a temperatura ambiente.

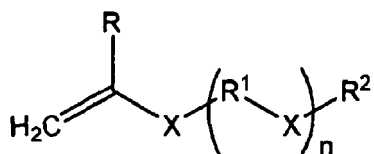
En esta descripción, el término “aglutinante” o “sólidos aglutinantes” se refiere al componente reticulable y al componente reticulante, y a todos los otros componentes opcionales que forman películas. El aglutinante incluye generalmente todos los componentes que forman películas, que contribuyen a la porción orgánica sólida de la composición curada. Generalmente no se consideran parte de los sólidos aglutinantes, los catalizadores, pigmentos, y aditivos químicos no poliméricos, tales como estabilizantes, descritos de aquí en adelante.

Los sólidos no aglutinantes distintos de los pigmentos usualmente no alcanzan una cantidad mayor de 5-15% en peso de la composición.

“Acrilato” describe metacrilato así como acrilato.

“Poliol acrílico” significa un polímero formado a partir de una mezcla monomérica, donde la mezcla monomérica contiene más de 50 por ciento en peso de monómeros acrilato, y el poliol acrílico tiene en promedio más de 1 grupo hidroxilo por molécula.

Acrilato extendido con poliéster significa un monómero de fórmula;



## ES 2 347 197 T3

donde cada X se selecciona independientemente del grupo C(O)O y OC(O); R es H o CH<sub>3</sub>; R1 es alquilo, arilo, compuesto aromático alquílico o alquilo aromático; R2 es alquilo terminado en hidroxilo, arilo, compuesto aromático alquílico o alquilo aromático; y n es un número entero en el intervalo de 1 y 20. Preferiblemente, el monómero acrílico extendido con poliéster es el producto de reacción de acrilato de 2-hidroxietilo o metacrilato de 2-hidroxietilo y caprolactona. Un producto tal se encuentra disponible comercialmente en Dow Carbide como TONE M-100®.

“Polímero extendido con poliéster” significa un polímero que tiene, en promedio, al menos un monómero extendido con poliéster por cadena polimérica.

Según se usa en esta memoria, el término “substrato” significa cualquier superficie, tal como metal, madera, resina, asfalto o cualquier otra superficie. El substrato se puede revestir previamente con un material, tal como una capa de imprimación por electrodeposición, una capa de imprimación, una capa de imprimación/sellador o un revestimiento pigmentado.

“Cambio de reflexión” o “índice de cambio de reflexión” es la medida del cambio de reflectancia de un color metálico según se rota a través del intervalo de ángulos de visión.

“Componente reticulable” significa un componente que tiene grupos funcionales unidos a él, que pueden reaccionar con el componente reticulante para formar una red reticulada. El componente reticulable puede comprender un compuesto, oligómero, polímero, o una combinación de estos que tiene al menos un grupo funcional reactivo con el componente reticulante. Preferiblemente, el componente reticulable comprende un poliol acrílico. Los grupos funcionales en el componente reticulable se pueden elegir entre hidroxilo, amino, hidroxilo silano, alcoxisilano, epoxi, carbamato, carboxi, anhídrido o una combinación de los mismos. El grupo funcional preferido es hidroxilo.

“Componente reticulante” significa un componente que puede reaccionar con los grupos funcionales en el componente reticulable para formar una red reticulada. El componente reticulante se puede elegir del grupo que consiste en melamina, amino resina, poliisocianato, poliisocianato bloqueado, o una combinación de los mismos.

A partir de la lectura de la siguiente descripción detallada, los expertos ordinarios en la técnica entenderán más fácilmente las características y las ventajas de la presente invención. Debe entenderse que ciertas características de la invención que, por claridad, se han descrito anteriormente y a continuación en el contexto de realizaciones distintas, también pueden proporcionarse combinadas en una sola realización. A la inversa, también pueden ser proporcionadas por separado o en cualquier sub-combinación varias características de la invención que, por brevedad, se describen en el contexto de una sola realización. Además, las referencias en singular pueden también incluir el plural (por ejemplo “un”, y “una” pueden estar referidos a uno, o a uno o más de uno) a menos que en el contexto se establezca, específicamente, lo contrario.

La presente invención se dirige a una composición de revestimiento que comprende un componente reticulable y un componente reticulante, donde:

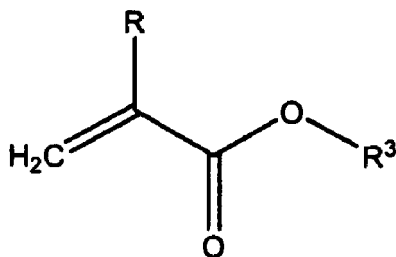
- (a) el componente reticulable comprende un poliol acrílico, donde el poliol acrílico comprende al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, lineal o ramificado, y al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster, y
- (b) el componente reticulante comprende al menos uno del grupo seleccionado entre melamina, amino resina, poliisocianato, poliisocianato bloqueado, o una combinación de los mismos; y

donde el porcentaje en peso total de los monómeros de acrilato de alquilo C8 o superior lineales o ramificados y los monómeros de acrilato extendidos con poliéster es al menos 40. La composición descrita en esta memoria es útil como capa base o como capa de acabado brillante.

El poliol acrílico descrito en esta memoria se usa como componente reticulable de la composición de revestimiento. El poliol acrílico es un copolímero que se polimeriza a partir de una mezcla que comprende al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, y al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster. El poliol acrílico contiene al menos 40 por ciento en peso de una combinación de estos dos tipos de monómeros. El poliol acrílico tiene un peso molecular medio ponderal en el intervalo de 2.000 a 150.000, más preferiblemente en el intervalo de 3.000 a 100.000.

Cuando el poliol acrílico se usa como un componente de la composición para la capa de acabado en un proceso de aplicación del tipo 3-mojado, se prefiere usar un poliol acrílico con un peso molecular medio ponderal en el intervalo de 3.000 a 45.000. Se ha encontrado que a pesos moleculares inferiores a 3.000, los revestimientos comienzan a presentar algo de penetración de líquido. Penetración de líquido se refiere al entremezclado de dos capas húmedas de pintura. La penetración de líquido causa una degradación del aspecto de las capas de pintura secas y curadas. Por encima de un peso molecular de 45.000, el aspecto superficial comienza a degradarse y la medida del cambio de reflexión baja.

Monómeros de acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superiores, adecuados, incluyen monómeros de fórmula;

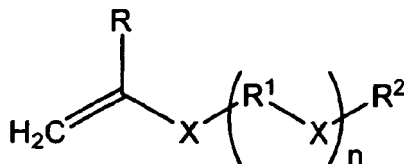


en la que R es H o CH<sub>3</sub> y R<sup>3</sup> es un alquilo ramificado o lineal que tiene 8 o más carbonos. Preferiblemente, R<sup>3</sup> tiene más de 10 carbonos y más preferiblemente, R<sup>3</sup> tiene más de 12 carbonos. R<sup>3</sup> no se limita particularmente a un límite superior de átomos de carbono. Sin embargo, para más de 30 carbonos, los monómeros tienden a ser sólidos que son más duros para manejarlos en la producción y la T<sub>g</sub> de los polímeros producidos usando estos monómeros tiende a ser demasiado baja para obtener un revestimiento adecuado.

Ejemplos de monómeros de acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superiores, lineales o ramificados adecuados incluyen acrilato de octilo, metacrilato de octilo, acrilato de nonilo, metacrilato de nonilo, acrilato de decilo, metacrilato de decilo, acrilato de undecilo, metacrilato de undecilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de isodecilo, metacrilato de isodecilo, acrilato de isotridecilo, metacrilato de isotridecilo, acrilato de tridecilo, metacrilato de tridecilo, acrilato de tridecilo, metacrilato de tridecilo, acrilato de laurilo, metacrilato de laurilo, acrilato de estearilo y metacrilato de estearilo. También son útiles sus combinaciones.

Preferiblemente los monómeros de acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superior, comprenden en el intervalo de 10 por ciento a 60 por ciento en peso de los monómeros en el poliol acrílico, más preferiblemente, los monómeros de acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superior, comprenden en el intervalo de 26 por ciento a 55 por ciento en peso de los monómeros en el poliol acrílico, lo más preferiblemente, los monómeros de acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superior, comprenden en el intervalo de 39 por ciento a 50 por ciento en peso de los monómeros en el poliol acrílico. Por ejemplo, si se usa 10 por ciento en peso del monómero de acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superior, entonces el monómero de acrilato extendido con poliéster debe comprender al menos 30 por ciento en peso del poliol acrílico.

El poliol acrílico también comprende al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster de la fórmula;



donde cada X se selecciona independientemente del grupo C(O)O y OC(O); R es H o CH<sub>3</sub>; R<sup>1</sup> es alquilo, arilo, compuesto aromático alquílico o alquilo aromático; R<sup>2</sup> es alquilo terminado en hidroxilo, arilo, compuesto aromático alquílico o alquilo aromático; n es un número entero de 1 a 20. El monómero de acrilato extendido con poliéster puede ser el producto de una reacción entre un acrilato de hidroxialquilo y caprolactona. Preferiblemente, el monómero acrílico extendido con poliéster es el producto de reacción de acrilato de 2-hidroxietilo o metacrilato de 2-hidroxietilo y caprolactona. Un producto tal se encuentra disponible comercialmente en Dow Carbide como TONE M-100®.

El poliol acrílico comprende al menos 40 por ciento en peso de al menos un acrilato de alquilo C<sub>8</sub> o superior lineal o ramificado, y al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster. La porción restante del poliol acrílico puede comprender adicionalmente monómeros que no tienen grupos funcionales reticulables y/o monómeros que tienen grupos funcionales reticulables tal como grupos amino, carbamato, alcoxi silano tal como trimetoxi silano, epoxi, grupos carboxi, grupos anhídrido o una combinación adecuada de los mismos, para conferir funcionalidad reticulante adicional al polímero y potenciar la integridad del revestimiento curado. El número de grupos funcionales puede variar, dependiendo de las propiedades finales deseadas. Estos grupos funcionales se pueden introducir empleando un monómero funcional que comprende el grupo deseado en el proceso de polimerización o mediante reacción posterior del poliol acrílico para introducir la funcionalidad adicional deseada, como quedará claro para los expertos en la técnica.

Ejemplos de monómeros que contienen amina útiles son metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo, acrilato de N,N-dimetilaminoetilo, metacrilato de N-t-butilaminoetilo, acrilato de N-t-butilaminoetilo, metacrilato de 2-aminoetilo, acrilato de 2-aminoetilo.

## ES 2 347 197 T3

Ejemplos de monómeros que contienen carbamato útiles incluyen aductos de alcoholes alifáticos con metacrilatos o acrilatos que contienen isocianato. Los métodos para la preparación de compuestos acrílicos con funcionalidad carbamato son bien conocidos en la técnica, y se describen, por ejemplo, en EP 0 594 142 B1 y EP 0 719 795 B1.

- 5 Ejemplos de tales monómeros funcionales son monómeros que contienen silano, particularmente alcoxi silanos tal como gamma-acriloxipropil trimetoxisilano, gamma-metacriloxipropil trimetoxisilano (SILQUES® A-174 de Crompton), y gamma-metacriloxipropiltris(2-metoxietoxi) silano.

- 10 Ejemplos de monómeros que contienen epoxi útiles son metacrilato de glicidilo y acrilato de glicidilo y cualquier monómero acrílico con un grupo hidroxilo que se puede hacer reaccionar con epiclorohidrina para producir los monómeros que contienen el grupo epoxi.

- 15 Ejemplos de monómeros que contienen anhídrido o carboxi son ácido acrílico, ácido metacrílico, anhídrido maleico y anhídrido fumárico.

- 20 Ejemplos de monómeros que no tienen funcionalidad reticulable, incluyen acrilatos de alquilo tales como acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de propilo, acrilato de isopropilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de hexilo, acrilato de ciclohexilo, acrilato de propilo, acrilato de fenilo, acrilato de isobornilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de butilo, metacrilato de t-butilo, metacrilato de hexilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de propilo, metacrilato de fenilo, metacrilato de isobornilo; estirenos o estirenos sustituidos, tal como 4-metil estireno, alfa-metil estireno; acrilonitrilo y metacrilonitrilo, acrilamida, metacrilamida o una combinación de los mismos.

- 25 Un poliol acrílico preferido comprende estireno, metacrilato de butilo, TONE M-100®, metacrilato de isotridecilo y ácido acrílico. Otro poliol acrílico preferido comprende estireno, metacrilato de isodecilo, TONE M-100®, metacrilato de isotridecilo y ácido acrílico.

- 30 En una realización, el poliol acrílico comprende además al menos un monómero seleccionado del grupo de estireno, alfa-metil estireno, acrilato de cicloalquilo C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico o una combinación de los mismos.

- 35 Los monómeros usados para producir el poliol acrílico se pueden polimerizar usando métodos conocidos por los expertos en la técnica. Preferiblemente, el poliol acrílico se prepara mediante un método de polimerización en disolución, en el que los monómeros se mezclan con un medio de reacción líquido, un iniciador de polimerización por radicales libres, opcionalmente monómero modificado con caprolactona, opcionalmente un catalizador de polimerización para la caprolactona, y opcionalmente un agente de transferencia de cadena, y se calienta a 75°C. a 165°C. durante un tiempo suficiente, típicamente durante 2 a 8 horas, para formar un polímero.

- 40 Como se ha indicado anteriormente, la porción de polimerización por radicales libres del proceso usado en esta memoria para formar la cadena principal de poliol acrílico, se lleva a cabo preferiblemente usando técnicas convencionales, tales como calentar los monómeros en presencia de un iniciador de polimerización por radicales libres, típicamente se emplea perbenzoato de butilo terciario, peroctoato de butilo terciario, hidroperóxido de cumeno, peróxido de benzoilo, diperoxido de butilo terciario, diperoxido de cumeno, peróxido de metil etil cetona o compuestos peroxi similares, o un azo compuesto tal como azobisisobutironitrilo. La cantidad de iniciador de polimerización por radicales libres se puede variar dependiendo del peso molecular deseado pero es típico 0,05-8 por ciento en peso referido al peso de los monómeros polimerizables totales. Un intervalo preferido es de 0,05 a 4 por ciento en peso. Se puede usar una mezcla de dos o más iniciadores.

- 50 Se usa preferiblemente un disolvente como el medio de reacción líquido. El disolvente se puede usar a 0 por ciento a 95 por ciento de la mezcla de reacción total. Los disolventes típicos que se usan para preparar el poliol acrílico son los siguientes: se usan convenientemente acetato de amilo, tolueno, acetato de etilo, acetona, metil isobutil cetona, metil etil cetona, metil amil cetona, alcoholes minerales, etilenglicol monoéter acetatos y otros hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos, tales como xileno, ésteres, éteres, cetonas y otros disolventes compatibles.

- 55 Opcionalmente, se usa un agente de transferencia de cadena para controlar la longitud del poliol acrílico. Los agentes de transferencia de cadena más típicos son los compuestos de azufre tal como: dodecilmercaptano, 2-mercaptoetanol, butilmercaptano y n-octilmercaptano. El agente de transferencia de cadena se usa a 0,5 a 6 por ciento en peso referido al monómero polimerizable total.

- 60 En cualquiera de los procesos descritos anteriormente, preferiblemente se continúa la polimerización hasta que el poliol acrílico resultante tiene el peso molecular deseado para conferir la resistencia a la penetración de líquido y entremezclado, pero viscosidad aún suficientemente baja para usar en la composición de revestimiento de la presente invención.

- 65 Además del poliol acrílico que forma películas, anterior, la composición de revestimiento también comprende, como parte del aglutinante que forma películas, un componente reticulante, que comprende un agente reticulante. El agente reticulante usado en la composición de revestimiento es una resina de aminoplasto, melamina, poliisocianato, poliisocianato bloqueado o una combinación de los mismos. Se prefieren generalmente resinas de aminoplastos tales

como condensados de formaldehído y melamina. En general, las resinas de amiplasto son productos de condensación de aldehído de melamina, urea, benzoguanamina o un compuesto similar. Usualmente, el aldehído empleado es formaldehído, aunque se pueden obtener productos útiles a partir de otros aldehídos, tales como acetaldehído, crotonaldehído, acroleína, benzaldehído, furfural y otros. Los productos de condensación de melamina o urea son los más comunes y se prefieren, pero también se pueden emplear los productos de otras aminas y amidas en los que al menos está presente un grupo amino.

De los condensados de melamina, se prefieren generalmente las resinas de condensados poliméricos de melamina y formaldehído, que están parcialmente o completamente alquiladas. Estas resinas preferidas son solubles en disolventes orgánicos y se encuentran disponibles comercialmente bajo el nombre comercial CYMEL® de Cytec Industries, Inc., West Patterson, New Jersey. Un agente reticulante preferido es una resina de melamina y formaldehído butilada o isobutilada que tiene un grado de polimerización de 1-3. Generalmente, esta resina de melamina y formaldehído contiene 50 por ciento de grupos butilados o grupos isobutilados y 50 por ciento de grupos metilados. Otra melamina preferida, para un buen equilibrio de propiedades es, una resina completamente metilada conocida como CYMEL 303®.

El agente(s) reticulante(s) de resina de aminoplasto descrito(s) anteriormente se puede(n) sustituir en lugar de o combinarse opcionalmente con cualquiera de los agentes reticulantes de poliisocianato bloqueado convencionales para potenciar las propiedades de la película. Agentes de bloqueo típico son alcoholes, cetiminas, oximas y pirazoles.

También se pueden usar otros agentes reticulantes, tal como urea formaldehído, benzoguanamina formaldehído y poliisocianatos bloqueados o no bloqueados o mezclas compatibles de cualquiera de los reticulantes anteriores. Para los fines de esta solicitud, los poliisocianatos no bloqueados son poliisocianatos que están sustancialmente exentos de grupos bloqueantes, es decir "poliisocianatos libres".

Son ejemplos típicos de poliisocianatos, compuestos isocianato que tienen 2 a 4 grupos isocianato por molécula, tales como 1,6-hexametilen diisocianato, isofozona diisocianato, 2,4-toluen diisocianato, difenilmetano-4,4'-diisocianato, dicitclohexilmetano-4,4'-diisocianato y tetrametilxiliden diisocianato. También se pueden usar productos de condensación de poliisocianato. Los poliisocianatos que tienen unidades estructurales de isocianurato, biuret, iminooxadiazina y/o uretidiona son adecuados. Algunos ejemplos incluyen DESMODUR N-3300® de Bayer Corporation de Pittsburgh, Pennsylvania y el isocianurato de isofozona diisocianato (isocianurato) que se encuentra disponible con el nombre comercial DESMODUR Z-4470® en Bayer Corporation.

También se pueden usar los aductos con funcionalidad poliisocianato, que se forman a partir de cualquiera de los anteriores poliol y poliisocianato orgánico. Se pueden usar polioles tales como trimetilolpropano o etano. Un aducto útil es el producto de reacción de tetrametilxiliden diisocianato y trimetilolpropano y se encuentra disponible bajo el nombre comercial CYTHANE® 3160. Cuando la resina reticulable de la presente invención se usa en revestimientos exteriores, se prefiere el uso de un isocianato cicloalifático o alifático al uso de un isocianato aromático, desde el punto de vista de la resistencia al amarilleamiento y a los fenómenos atmosféricos. Un ejemplo de un isocianato bloqueado adecuado que se puede usar en el presente sistema es un poliisocianato bloqueado con pirazol de 1,6-hexametilen diisocianato, que se encuentra disponible en Bayer Corporation.

Para aumentar la velocidad de reticulación de la composición en el curado, se puede añadir a la composición un catalizador. Generalmente, se usa 0,1-8% en peso, referido al peso del aglutinante, de catalizador. Típico de tal catalizador, son los catalizadores ácidos bloqueados. Los catalizadores ácidos bloqueados útiles son ácidos sulfónicos aromáticos bloqueados con amino metil propanol o dimetil oxazolina. Típicamente, los ácidos sulfónicos aromáticos útiles son ácido para toluen sulfónico, ácido dodecil benceno sulfónico, ácido decil benceno sulfónico. Un catalizador preferido es ácido dodecil benceno sulfónico bloqueado con amino metil propanol.

La composición incluye típicamente uno o más disolventes tal como disolvente orgánico seleccionado entre hidrocarburos aromáticos, tal como nafta de petróleo o xilenos; cetonas, tales como metil amil cetona, metil isobutil cetona, metil etil cetona o acetona; ésteres, tales como acetato de butilo o acetato de hexilo; ésteres de éteres de glicol, tales como acetato de éter monometílico de propilenglicol; y sus combinaciones. La composición de revestimiento incluye generalmente en el intervalo de 10 por ciento a 60 por ciento, preferiblemente 20 por ciento a 50 por ciento, más preferiblemente 30 por ciento a 40 por ciento de los disolventes descritos anteriormente, siendo todos los porcentajes en porcentaje en peso referido al peso total de la composición de revestimiento.

Los pigmentos típicos que se pueden usar en la composición de revestimiento son pigmentos de carga tales como talco, arcilla de China, baritas, carbonatos, silicatos, y pigmento de color tales como óxidos metálicos tales como dióxido de titanio, óxido de zinc y óxido de hierro y negro de carbón y pigmentos coloreados orgánicos y colorantes. También útiles como pigmentos que se pueden añadir a la composición, se incluyen los siguientes: óxidos metálicos, tales como dióxido de titanio, óxido de zinc, óxidos de hierro de diversos colores, negro de carbón; pigmentos de carga, tales como talco, arcilla de china, baritas, carbonatos, silicatos; y una amplia variedad de pigmentos coloreados orgánicos, tales como quinacridonas, ftalocianinas de cobre, perilenos, azo pigmentos, azules de indantrona, carbazoles, tal como violeta de carbozol, isoindolinonas, isoindolonas, rojos de tioíndigo, bencimidazolinonas; pigmentos en copos metálicos, tales como copos de aluminio, copos de mica, copos perlados o una combinación de los mismos. La composición de revestimiento resultante tiene una razón en peso de pigmento a aglutinante de 1:100-150:100.



Para mejorar la resistencia a la intemperie en el exterior, de la composición y proteger el sustrato revestido de una degradación prematura, la composición contiene típicamente 0,01 a 2 por ciento en peso, referido al peso del aglutinante, de estabilizantes de luz ultravioleta, término que incluye inhibidores de fluorescencia, pantallas y absorbentes de luz ultravioleta. Los estabilizantes de luz ultravioleta típicos, incluyen benzofenonas, triazinas, triazoles, benzoatos, aminas impedidas y sus mezclas.

La composición de revestimiento de la presente invención se puede usar como la capa de acabado, en un proceso mojado sobre mojado de capa base/pintura transparente. En este proceso, se aplica una capa de la presente composición de revestimiento como una capa base a un sustrato previamente revestido o no revestido, mediante pulverización, pulverización electrostática, revestimiento con rodillos, inmersión o con pincel. La composición de revestimiento se evapora, opcionalmente, para eliminar una porción del disolvente. Opcionalmente, se aplica otra capa de la composición de capa base, seguido de una etapa de evaporación opcional. La capa o capas de composición de capa base, después se vuelve a revestir con una capa de composición de pintura transparente. Opcionalmente, la capa de pintura transparente se evapora. Opcionalmente, se puede aplicar más de una capa de la pintura transparente a la capa base, estando seguida cada aplicación de una etapa de evaporación opcional. Las capas de capa base y pintura transparente se calientan a 60°C a 200°C durante 60 segundos a 60 minutos para secar y curar las capas aplicadas. Por “seco y curado” o “curado” se entiende que una mayoría (más de 50 por ciento) del disolvente se ha eliminado y que los componentes reticulable y reticulante están sustancialmente reticulados, aunque se entiende que puede tener lugar algo de reticulación adicional tras el proceso de curado.

En una realización preferida, la composición de revestimiento de la presente invención se usa en un proceso de aplicación 3-mojado. En este proceso, se aplica una capa de una composición de imprimación a un sustrato previamente revestido o no revestido, mediante pulverización, pulverización electrostática, revestimiento con rodillos, inmersión o con pincel, seguido de una etapa opcional de evaporación. Se aplica una capa de la presente composición de revestimiento sobre la capa de composición de imprimación como la capa base, donde el componente reticulable de la capa base comprende el poliol acrílico descrito. La capa base aplicada se evapora opcionalmente. Opcionalmente, se pueden aplicar múltiples capas de la composición de la capa base a la primera capa de capa base, seguida cada una opcionalmente por una etapa de evaporación. Se aplica una sola capa o múltiples capas de composición de pintura transparente al sustrato, opcionalmente evaporando entre capas. Las capas aplicadas del sustrato multirevestido después se secan y se curan. La etapa de secado y curado se lleva a cabo calentando el sustrato hasta una temperatura en el intervalo de 60°C a 200°C durante 60 segundos a 60 minutos.

Es posible usar la composición de revestimiento de esta descripción para permitir que un fabricante de automóviles aplique un solo revestimiento espeso (hasta 0,038mm) en lugar de los tradicionales dos revestimientos delgados mientras se consigue un índice de cambio de reflexión muy alto. Aplicar un solo revestimiento en lugar de dos revestimientos relativamente delgados puede disminuir significativamente el coste de pintar un sustrato, pues solamente se necesita la mitad de la cantidad de equipos para pintar la capa base.

Es importante que la composición de imprimación mojada y la composición de capa base subyacente tenga la adecuada resistencia a la penetración de un líquido. En el método 3-mojado, se describen a continuación composiciones de imprimación 3-mojado particularmente útiles.

Una composición de imprimación 3-mojado útil, comprende un componente reticulable y un componente reticulante, donde el componente reticulable comprende 40 a 95 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de un polímero acrílico ramificado extendido con poliéster, que tiene un contenido en monómero carboxilo y/o hidroxilo, todo o parte del cual se ha hecho reaccionar con una lactona cíclica de 1 a 65 por ciento en peso y un peso molecular medio ponderal de 10.000 a 150.000; y donde el componente reticulante que comprende 5 a 60 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de una resina de aminoplasto, una resina de poliisocianato bloqueado o una combinación de los mismos.

Otra composición de imprimación 3-mojado útil, comprende un componente reticulable y un componente reticulante, donde el componente reticulable comprende 40 a 95 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de un polímero acrílico ramificado, que tiene un contenido en hidroxilo, carboxilo y otro monómero con grupo funcional reticulable de 1 a 65 por ciento en peso y un peso molecular medio ponderal de 10.000 a 150.000; y donde el componente reticulante comprende 5 a 60 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de una resina de aminoplasto, una resina de poliisocianato bloqueado o una combinación de los mismos.

Otra composición de imprimación 3-mojado útil, comprende un componente reticulable y un componente reticulante, donde el componente reticulable comprende 40 a 95 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de un polímero acrílico lineal extendido con poliéster, que tiene un contenido en monómero carboxilo y/o hidroxilo, todo o parte del cual se hace reaccionar con una lactona cíclica de 1 a 90 por ciento en peso y un peso molecular medio ponderal de 10.000 a 150.000; y donde el componente reticulante comprende 5 a 60 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de una resina de aminoplasto, una resina de poliisocianato bloqueado o una combinación de los mismos.

Otra composición de imprimación 3-mojado útil comprende un componente reticulable y un componente reticulante donde el componente reticulable comprende 40 a 95 por ciento en peso, referido al peso total del componente

reticulable y el componente reticulante, de un componente de polímero acrílico que forma películas, que comprende dos polímeros acrílicos, siendo el primero un polímero acrílico ramificado extendido con poliéster y siendo el segundo un polímero acrílico lineal extendido con poliéster, proporcionándose los polímeros en una razón en peso relativa de 5:95 a 95:5; y donde el componente reticulante comprende 5 a 60 por ciento en peso, referido al peso total del componente reticulable y el componente reticulante, de una resina de aminoplasto, una resina de poliisocianato bloqueado o una combinación de los mismos.

En las composiciones de imprimación 3-mojado mencionadas anteriormente, los polímeros acrílicos ramificados y los polímeros acrílicos ramificados extendidos con poliéster, se forman mediante un proceso de polimerización a temperatura elevada. Este proceso comprende,

- (a) formar una mezcla de reacción de:
  - (i) al menos un monómero monoacrílico;
  - (ii) al menos un monómero diacrílico o dimetacrílico; y,
  - (iii) opcionalmente al menos un monómero monometacrílico, con la condición de que el monómero monometacrílico comprenda no más de 40% en peso de la mezcla monomérica total;
  - (iv) al menos un iniciador de polimerización por radicales libres; y
  - (v) opcionalmente, al menos un disolvente; y,
- (b) mantener la mezcla de reacción, en condiciones de polimerización, a una temperatura de reacción elevada de al menos 130°C hasta que se forma el polímero acrílico ramificado.

El polímero acrílico ramificado extendido con poliéster se forma extendiendo la cadena del polímero acrílico ramificado con una lactona cíclica o un monómero extendido con lactona cíclica, durante o después de la polimerización iniciada por radicales libres, o una combinación de los mismos.

En el proceso de aplicación 3-mojado, la selección de la composición de pintura transparente no es particularmente importante, y se puede elegir cualquiera de las pinturas transparentes disponibles comercialmente. Las composiciones de pinturas transparentes preferidas son las pinturas transparentes GEN IV ES®, pinturas transparentes IMRON®, pinturas transparentes CHROMACLEAR® y pinturas transparentes CHROMAPREMIER®, todas disponibles en DuPont, Wilmington, DE.

Los sustratos preferidos son las carrocerías de automóviles, todos y cada uno de los artículos fabricados y pintados por subdistribuidores de automóviles, raíles de carcasas, camiones comerciales y carrocerías de camiones, incluyendo botellas para bebidas, carrocerías de uso general, carrocerías para camiones hormigonera, carrocerías para vehículos que transportan desechos, y carrocerías para vehículos de bomberos y de emergencia, así como cualquier accesorio o componente potencial de tales carrocerías de camiones, autobuses, equipamiento para granjas y construcción, techos y cubiertas de camiones, remolques comerciales, remolques de consumo, vehículos de recreo, incluyendo, autocaravanas, caravanas, furgonetas convertibles, furgonetas, vehículos de ocio, vehículos para desplazarse por la nieve, vehículos todoterreno, vehículos acuáticos personales, motocicletas, barcas y aviones. El sustrato incluye además la construcción comercial e industrial y su mantenimiento; cemento y suelos de madera; paredes de estructuras comerciales y residenciales, tales como edificios de oficinas y casas; equipamiento para parques de atracciones; superficies de hormigón, tales como aparcamientos y calzadas para coches; superficies de carreteras de asfalto y hormigón, sustratos de madera, superficies en contacto con agua de mar; estructuras exteriores, tales como puentes, torres; revestimiento de bobina; vagones de ferrocarril; tarjetas de circuitos impresos; maquinaria; herramientas OEM; señalización; estructuras de fibra de vidrio; artículos deportivos; y equipamiento deportivo.

### Ejemplos

La presente invención se define, adicionalmente, en los siguientes Ejemplos. Debe entenderse que estos ejemplos se dan únicamente a modo de ilustración. A partir de la discusión anterior y de estos Ejemplos, el experto en la técnica puede adivinar las características esenciales de esta invención, y puede introducir diversos cambios y modificaciones con el fin de adaptarlo a diferentes usos y condiciones.

A no ser que se especifique de otra manera, todos los productos químicos se encuentran disponibles en Aldrich Company, Milwaukee, WI.

CYMEL® 1168, resina de melamina y formaldehído monomérica, completamente alquilada (50% de metilo, 50% de isobutilo) se encuentra disponible en Cytec Industries Inc., West Patterson, New Jersey.

TINUVIN® 079L (41% en xileno) se encuentra disponible en Ciba Specialty Chemicals Corp, Tarrytown, New York.

## ES 2 347 197 T3

NACURE® XP-221 (ácido sulfónico aromático) se encuentra disponible en King Industries, Norwalk, Connecticut.

GARAMITE® 2578 (7% en polímero acrílico) se encuentra disponible en Southern Clay Products, Gonzales, Texas.

Silberline TUFFLAKE® 4615 (33% de pasta de aluminio en resina acrílica) se encuentra disponible en Silberline MFG CO INC, Tamaqua, Pennsylvania.

ATA TCR 2040A Pasta de aluminio se encuentra disponible en Toyal America, Inc., Naperville, IL.

El número CF es la determinación de si el aspecto era de calidad para automóvil, es decir, si el revestimiento tenía un aspecto estético que satisface el estándar de los acabados de automóviles, se determinó mediante medidas tomadas de un instrumento WaveScan DOI de BYK Gardner. Este instrumento mide el aspecto visual de un acabado a longitudes de onda más largas que son indicativas de un estado conocido como piel de naranja, así como a las longitudes de onda más bajas, que ayuda a cuantificar la “nitidez de imagen” o DOI (del inglés Distinctness Of Image). Estos parámetros tomados en combinación (por lecturas de CF mediante WaveScan) se pueden usar para cuantificar el aspecto visual general de un acabado de un vehículo. Un valor mínimo de 60 en una superficie horizontal y un valor mínimo de 50 en una superficie vertical es deseable para uso en automóviles.

### *Polímero acrílico n°1*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 701,8 gramos de acetato de amilo primario y 82,6 gramo de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 232,4 gramos de estireno, 232,4 gramos de metacrilato de isobutilo, 907 gramos de acrilato de isodecilo, 930,2 gramos de monómero TONE® M100, 23,2 gramos de ácido acrílico, 62,9 gramos de VAZO® 67, 60,3 gramos de xilenos y 567,5 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 112,9 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 59,0% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B + 1/2. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 11190 y la polidispersidad fue 2,91, determinada por GPC.

### *Polímero acrílico n°2*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 478,4 gramos de metacrilato de n-butilo, 540,7 gramos de metacrilato de tridecilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 59,3% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B + 1/2. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 9228 y la polidispersidad fue 3,07, determinada por GPC.

### *Polímero acrílico n°3*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 207,9 gramos de metacrilato de n-butilo, 811,2 gramos de metacrilato de tridecilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 59,5% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B-1/4. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 7506 y la polidispersidad fue 2,75, determinada por GPC.

### *Polímero acrílico n°4*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 207,9 gramos de metacrilato de n-butilo, 811,2 gramos de metacrilato de isodecilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue

## ES 2 347 197 T3

59,0% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 7026 y la polidispersidad fue 2,21, determinada por GPC.

### 5 *Polímero acrílico n°5*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 478,4 gramos de metacrilato de n-butilo, 540,7 gramos de metacrilato de isodecilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 58,9% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 7155 y la polidispersidad fue 2,28, determinada por GPC.

### *Polímero acrílico n°6*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 478,4 gramos de metacrilato de n-butilo, 540,7 gramos de acrilato de isooctilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 57,5% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 10209 y la polidispersidad fue 2,77, determinada por GPC.

### 30 *Polímero acrílico n°7*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 207,9 gramos de metacrilato de n-butilo, 811,2 gramos de acrilato de isooctilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 59,1% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 10119 y la polidispersidad fue 2,79, determinada por GPC.

### 45 *Polímero acrílico n°8*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 207,9 gramos de metacrilato de n-butilo, 811,2 gramos de acrilato de octilo/decilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 58,8% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B - 1/3. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 10473 y la polidispersidad fue 2,81, determinada por GPC.

### 55 *Polímero acrílico n°9*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 478,4 gramos de metacrilato de n-butilo, 540,7 gramos de acrilato de octilo/decilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 59,3% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B + 1/4. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 9108 y la polidispersidad fue 2,60, determinada por GPC.

## ES 2 347 197 T3

### *Polímero acrílico n°10*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 627,7 gramos de acetato de amilo primario y 73,9 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 207,9 gramos de estireno, 478,4 gramos de metacrilato de n-butilo, 540,7 gramos de acrilato de isodecilo, 832,0 gramos de monómero TONE® M100, 20,8 gramos de ácido acrílico, 56,3 gramos de VAZO® 67, 53,9 gramos de xilenos y 507,6 gramos de acetato de amilo primario, durante un periodo de 270 minutos. Tras haberse completado esta adición se añadieron 101,0 gramos adicionales de acetato de amilo primario. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 59,5% y la viscosidad de Gardner-Holdt medida a 25 C fue B + 1/2. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 9106 y la polidispersidad fue 2,57, determinada por GPC.

### *Polímero acrílico n°11*

A un matraz de vidrio provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 1347 gramos de acetato de amilo y 147,5 gramos de xilenos. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Se añadió una mezcla de 240 gramos de estireno, 240 gramos de metacrilato de butilo, 960 gramos de TONE® M-1 00, 936 gramos de metacrilato de isotridecilo, 24 gramos de ácido acrílico, y 36 gramos de VAZO® 67 durante un periodo de 4 horas. Tras completarse esta adición, se agitó la mezcla durante 30 minutos y se añadió una mezcla de 12 gramos de VAZO® 67 en 96 gramos de acetato de amilo durante un periodo de 20 minutos. Después se mantuvo la reacción a reflujo durante 2 horas adicionales y después se enfrió a temperatura ambiente.

El peso molecular se determinó por GPC que era 13.854, la viscosidad fue 126 centipoise a 26°C, y los sólidos totales fueron 60%.

### *Polímero acrílico n°12*

A un matraz provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 1758,6 gramos de SOLVESSO® 100. El disolvente se calentó a reflujo. Se añadió una mezcla de 703,4 gramos de diacrilato de 1,6-hexanodiol, 3033,6 gramos de acrilato de isobornilo, 659,5 de metacrilato de 2-hidroxietilo, y 44 gramos de peroxiacetato de terc-butilo en 703,4 gramos de SOLVESSO® 100 durante un periodo de 300 minutos. Cuando se completó la adición, la reacción se mantuvo a reflujo durante 30 minutos adicionales, y después se una mezcla de 885,3 gramos de epsilon-caprolactona, 412,2 gramos de SOLVESSO® 100, y 3,0 gramos de dilaurato de dibutilestano añadió durante un periodo de 30 minutos. La reacción se mantuvo después a reflujo durante 3 horas adicionales. Después, la mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se completó. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 65,8% y la viscosidad de Gardner-Holdt (ASTM D1545-98) medida a 25 C fue X. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 37,690 y la polidispersidad fue 11, determinada por GPC.

### *Polímero acrílico n°13*

A un matraz provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 2963 gramos de acetato de amilo y 324,5 gramos de xileno. La mezcla se calentó a reflujo. Se añadió una mezcla de 792 gramos de estireno, 528 gramos de metacrilato de butilo, 2640 gramos de TONE® M-100, 1214,4 gramos de acrilato de butilo, 105,6 gramos de ácido acrílico, y 55 gramos de VAZO® 67 durante un periodo de 4 horas. Cuando se completó la adición, la reacción se mantuvo a reflujo durante 30 minutos adicionales. Se añadió una mezcla de 17,6 gramos de VAZO® 67 en 211,12 gramos de acetato de amilo durante un periodo de 20 minutos. Cuando se completó la adición, la reacción se mantuvo a reflujo durante 2 horas adicionales. La mezcla se enfrió hasta temperatura ambiente y se completó. La disolución polimérica resultante fue una disolución polimérica transparente, y tenía un contenido en sólidos de 60% y una viscosidad Brookfield de 454 centipoise a 25°C. El polímero tenía un Mw (peso molecular medio ponderal) de 49.173 y un Mn (peso molecular promedio en número) de 5.866.

### *Polímero acrílico n°14*

A un matraz de vidrio de 5 litros provisto con un agitador, termómetro, condensador de agua, entrada de nitrógeno y manta calefactora se añadieron 666 gramos de SOLVESSO® 100. Esta mezcla se agitó y se calentó a reflujo. Mientras se mantiene todo a reflujo, se añadió una mezcla de 1473,8 gramos de metacrilato de n-butilo, 982,5 gramos de acrilato de hidroxipropilo, en 31 gramos SOLVESSO® 100 durante un periodo de 180 minutos. Se añadió simultáneamente una adición separada de 15,9 gramos de peroxiacetato de t-butilo en 89,5 gramos de SOLVESSO® 100 durante un periodo de 195 minutos. Tras completarse las adiciones, se añadieron a la mezcla de reacción 220,5 gramos de SOLVESSO® 100. Después, la mezcla de reacción se mantuvo a reflujo durante 40 minutos adicionales. El peso en sólidos de la disolución polimérica resultante fue 69,4% y la viscosidad Gardner-Holdt medida a 25 C fue Z. El peso molecular medio ponderal del polímero fue 6.485 y la polidispersidad fue 1,99, determinada por GPC usando estándares de poliestireno.

# ES 2 347 197 T3

TABLA 1

	Porcentaje en peso monómero de acrilato C8 o superior	Porcentaje en peso monómero extendido con poliéster	Porcentaje en peso monómero C8 o superior y monómero extendido con poliéster
Polímero acrílico nº1	39	40	79
Polímero acrílico nº2	26	40	66
Polímero acrílico nº3	39	40	79
Polímero acrílico nº4	39	40	79
Polímero acrílico nº5	26	40	66
Polímero acrílico nº6	26	40	66
Polímero acrílico nº7	39	40	79
Polímero acrílico nº8	39	40	79
Polímero acrílico nº9	26	40	66
Polímero acrílico nº10	26	40	66
Polímero acrílico nº11	39	40	79

## 40 Preparación de dispersión de diurea nº1

Se añadieron 53 gramos de bencilamina a 3.000 gramos de polímero acrílico nº11. La mezcla se agitó durante 5 minutos. Se añadieron a esta mezcla a la vez 41,7 gramos de hexametileno diisocianato. Después de completarse la adición, se agitó la mezcla durante 8 minutos y se usó como está.

45

## Preparación de dispersión de diurea nº2

Se añadieron 53 gramos de bencilamina a 3.000 gramos de polímero acrílico nº1. La mezcla se agitó durante 5 minutos. Se añadieron a esta mezcla a la vez 41,7 gramos de hexametileno diisocianato. Después de completarse la adición, se agitó la mezcla durante 8 minutos y se usó como está.

## 55 Dispersión de GARAMITE®

Se añadieron 54,4 partes de propionato de N-butilo a un mezclador de cilindros en atmósfera de nitrógeno. Se añadieron con agitación 7,60 partes de GARAMITE®. Tras agitar durante 20 minutos, se añadieron 38,0 partes de polímero acrílico nº14. Tras agitar durante 60 minutos, la mezcla se pasó a través del mezclador de cilindros tres veces usando un medio de circona (0,8-1,0 mm).

60

## Composición de imprimación 3-mojado

Se añadieron los siguientes ingredientes a un recipiente de mezcla adecuado en el orden dado. Todas las cantidades son partes en peso.

65

## ES 2 347 197 T3

	Dispersión de pigmento negro de carbón	0,46
	Dispersión de pigmento blanco	18,62
5	Acetato de butilo	1,96
	Isopropanol	8,61
	Nacure® XP-221	1,47
10	CYMEL® 1168	9,01
	Dispersión de diurea nº2	12,27
15	Polímero acrílico nº12	23,03
	Dispersión de pigmento de sulfato de bario	3,50
	Polímero acrílico nº13	12,78
20	Dispersión de GARAMITE®	4,12
	TINUVIN® 123	0,48
25	TINUVIN® 328	3,69

### *Composiciones de capa base 1-11*

Se produjeron composiciones de capa base metálica de plata, mezclando juntos los ingredientes de la tabla 2 en un recipiente de mezcla adecuado en el orden dado. Todas las cantidades son partes en peso.

(Tabla pasa a página siguiente)

## ES 2 347 197 T3

	Composiciones de capa base										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Polímero acrílico nº1	7,71										
Polímero acrílico nº2		7,71									
Polímero acrílico nº3			7,71								
Polímero acrílico nº4				7,71							
Polímero acrílico nº5					7,71						
Polímero acrílico nº6						7,71					
Polímero acrílico nº7							7,71				
Polímero acrílico nº8								7,71			
Polímero acrílico nº9									7,71		
Polímero acrílico nº10										7,71	
Polímero acrílico nº11											7,71
CAMEL® 1168	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68	16,68
Xileno	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01	11,01
TINUVIN® 079L	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65	0,65
TINUVIN® 328	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74	1,74
Nacure® XP-221	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04
Dispersión de GARAMITE®	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51	5,51
Dispersión	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53	27,53



## ES 2 347 197 T3

	de diurea nº1										
5	Alcohol metílico	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42	1,42
10	N-Metil-2 Pirrolidona	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05
	Alcohol isobutílico	1,43	1,43	1,43	1,43	1,43	1,43	1,43	1,43	1,43	1,43
15	Dispersión de aluminio	24,23	24,23	24,23	24,23	24,23	24,23	24,23	24,23	24,23	24,23

### Ejemplos de revestimiento 1-10

Para preparar paneles para revestir con las composiciones de capa base 1-10, se revistieron paneles de acero fosfatado con un electrorevestimiento catódico basado en resina epoxídica (CORMAX® 6 ED de DuPont Company, Wilmington, DE). El electrorevestimiento resultante se curó para dar una película de 23 micrómetros. Cada panel se revistió después con una composición de imprimación 3-mojado y se evaporó a temperatura ambiente durante 90 segundos para eliminar una porción del disolvente.

Las composiciones de capa base 1-10 se aplicaron a dos paneles en dos capas con una evaporación a temperatura ambiente de 1 minuto entre cada revestimiento. Tras revestir con las composiciones de capa base, los paneles se evaporaron a temperatura ambiente durante 3 minutos. Se aplicaron dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES® disponible en DuPont, Wilmington, DE) a cada uno de los paneles con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. Para cada capa base, se evaporó un panel durante 5 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición horizontal en un horno de secado a 140°C durante 30 minutos. El otro panel se secó por evaporación durante 5 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición vertical en un horno de secado a 140°C durante 30 minutos.

### Ejemplo de revestimiento 11

Se revistieron paneles de acero fosfatado con un electrorevestimiento catódico basado en resina epoxídica (CORMAX® 6 ED de DuPont Company, Wilmington, DE). El electrorevestimiento resultante se curó para dar una película de 23 micrómetros. Cada panel se revistió después con una composición de imprimación 3-mojado y se evaporó a temperatura ambiente durante 3 minutos para eliminar una porción del disolvente.

La composición de capa base 11 se aplicó a un panel en dos capas con una evaporación a temperatura ambiente de 1 minuto entre cada revestimiento. Tras revestir con la composición de capa base, el panel se evaporó a temperatura ambiente durante 3 minutos. Se aplicaron dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES® disponible en DuPont, Wilmington, DE) al panel con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 5 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición horizontal en un horno de secado a 140°C durante 30 minutos.

# ES 2 347 197 T3

TABLA 3

Ejemplo de revestimiento	Posición de cocción <sup>1</sup>	Cambio de reflexión	número CF
1	V	13,0	55,0
	H	13,0	56,0
2	V	10,0	46,0
	H	11,0	48,0
3	V	13,0	49,0
	H	13,0	52,0
4	V	12,7	51,0
	H	13,0	54,0
5	V	12,9	50,0
	H	12,7	52,0
6	V	12,0	51,0
	H	12,0	53,0
7	V	12,8	48,0
	H	12,9	51,0
8	V	13,0	53,0
	H	13,0	55,1
9	V	12,9	49,0
	H	12,9	54,0
10	V	12,7	48,0
	H	12,5	50,0
11	H	16,3	61

1. "V" denota cocción en una posición vertical. "H" denota cocción en una posición horizontal.

## Composición de capa base 12

Se produjo una composición de capa base metálica de plata, mezclando juntos los ingredientes en un recipiente de mezcla adecuado en el orden dado. Todas las cantidades son partes en peso.

## ES 2 347 197 T3

	CYMEL <sup>®</sup> 1168	15,20
	SOLVESSO <sup>®</sup> 100	7,09
5	Acetato de butilo	6,13
	Polímero acrílico nº1	7,37
	N-Metil-2 Pirrolidona	0,96
10	TINUVIN <sup>®</sup> 079L	0,24
	TINUVIN <sup>®</sup> 328	1,59
15	Nacure <sup>®</sup> XP-221	0,95
	Dispersión de GARAMITE <sup>®</sup>	5,51
	Alcohol metílico	2,61
20	Dispersión de aluminio	7,33
	Pasta de aluminio ATA TCR 2040A	14,72
	Propanol	4,00
25	Dispersión de diurea nº2	26,30

### 30 *Ejemplos de revestimiento 12-15*

#### *Preparación de paneles imprimados usando una imprimación por cocción convencional*

35 Se revistieron paneles de acero fosfatado con un electrorevestimiento catódico basado en resina epoxídica (CORMAX<sup>®</sup> 6 ED de DuPont Company, Wilmington, DE). El electrorevestimiento resultante se curó para dar una película de 23 micrómetros.

40 Estos paneles se revistieron después con una capa de composición de imprimación, Imprimación de titanio 708A01244, disponible en DuPont, Wilmington, DE. Cada panel imprimado se evaporó después durante 10 minutos a temperatura ambiente y se curó en un horno de secado a 140°C durante 30 minutos. Después se enfriaron los paneles a temperatura ambiente.

#### *Revestimiento 12 (Comparativo)*

45 Se aplicó mediante pulverización una sola capa de capa base Silver Birch (una composición de capa base, basada en poliéster disponible en DuPont como 647A 0111) en un panel de acero previamente imprimado (preparado anteriormente). Tras revestir, el panel se evaporó durante 3 minutos a temperatura ambiente. Se aplicaron dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES<sup>®</sup> disponible en DuPont, Wilmington, DE) al panel con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 10 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición vertical en un horno de secado a 140°C durante 20 minutos.

#### 55 *Revestimiento 13 (Control)*

60 Se aplicó una composición de capa base Silver Birch en un panel de acero previamente imprimado (preparado anteriormente). Se evaporó el panel durante 3 minutos a temperatura ambiente y se aplicó un segundo revestimiento de capa base Silver Birch. Tras una evaporación de 3 minutos a temperatura ambiente, se aplicaron al panel dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES<sup>®</sup> disponible en DuPont, Wilmington, DE) con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 10 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición vertical en un horno de secado a 140°C durante 20 minutos.

#### 65 *Revestimiento 14*

Se aplicó la composición de capa base 12 en un panel de acero imprimado preparado previamente (preparado anteriormente). El panel se evaporó durante 3 minutos a temperatura ambiente. Se aplicaron dos capas de composición

## ES 2 347 197 T3

de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES® disponible en DuPont, Wilmington, DE) al panel con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 10 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición vertical en un horno de secado a 140°C durante 20 minutos.

5

### *Revestimiento 15*

Se aplicó la composición de capa base 12 en un panel de acero imprimado preparado previamente (preparado anteriormente). Se evaporó el panel durante 3 minutos a temperatura ambiente y se aplicó un segundo revestimiento de la composición de capa base 12. Tras una evaporación de 3 minutos a temperatura ambiente, se aplicaron al panel dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES® disponible en DuPont, Wilmington, DE) con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 10 minutos a temperatura ambiente y se curó en una posición vertical en un horno de secado a 140°C durante 20 minutos.

15

### *Preparación de paneles imprimados 3-mojado*

Se revistieron paneles de acero fosfatado con un electrorevestimiento catódico basado en resina epoxídica (CORMAX® 6 ED de DuPont Company, Wilmington, DE). El electrorevestimiento resultante se curó para dar una película de 23 micrómetros. Cada panel se revistió después con una composición de imprimación 3-mojado y se evaporó a temperatura ambiente durante 3 minutos para eliminar una porción del disolvente.

### *Revestimiento 16*

Un panel imprimado por el método 3-mojado (preparado anteriormente) se revistió con 1 revestimiento de composición de capa base 12 y se evaporó durante 3 minutos a temperatura ambiente. Se aplicaron dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES® disponible en DuPont, Wilmington, DE) al panel con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 2 minutos a temperatura ambiente y se puso en un horno de secado a 93°C en una posición vertical. La temperatura en el horno de secado se aumentó a 140°C durante un periodo de 8 minutos. Después se mantuvo el panel a 140°C durante 12 minutos.

35

### *Revestimiento 17*

Se revistió un panel imprimado mediante el método 3-mojado (preparado anteriormente) con dos capas de composición de capa base 12, con una evaporación de 3 minutos a temperatura ambiente entre las aplicaciones. Después se evaporó el panel durante 3 minutos y se aplicaron al panel dos capas de composición de pintura transparente (pintura transparente GEN 4 ES® disponible en DuPont, Wilmington, DE) con un periodo de evaporación de un minuto entre revestimientos a temperatura ambiente. El panel se evaporó durante 2 minutos a temperatura ambiente y se puso en un horno de secado a 93°C en una posición vertical. La temperatura en el horno de secado se aumentó a 140°C durante un periodo de 8 minutos. Después se mantuvo el panel a 140°C durante 12 minutos.

45

Los resultados de estos paneles se recogen en la Tabla 4.

TABLA 4

50

55

60

65

Ejemplo de revestimiento	Cambio de reflexión	número CF
12 (comparativo)	9,48	51,0
13 (control)	12,05	50,5
14	11,21	53,2
15	13,19	50,1
16	10,65	50,2
17	12,81	51,1

# REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento que comprende un componente reticulable y un componente reticulante, en la que;

(a) el componente reticulable comprende un poliol acrílico, donde el poliol acrílico comprende al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, lineal o ramificado, y al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster, y

(b) el componente reticulante comprende al menos uno del grupo seleccionado entre melamina, resina de aminoplasto, poliisocianato, poliisocianato bloqueado, o una combinación de los mismos; y

donde el porcentaje en peso total de los monómeros de acrilato de alquilo C8 o superior lineales o ramificados y los monómeros de acrilato extendidos con poliéster es al menos 40.

2. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que dicho poliol acrílico comprende al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior en una cantidad de 10 por ciento a 60 por ciento en peso del poliol acrílico.

3. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que dicho al menos un monómero de acrilato C8 o superior, lineal o ramificado se selecciona del grupo que consiste en acrilato de octilo, metacrilato de octilo, acrilato de nonilo, metacrilato de nonilo, acrilato de decilo, metacrilato de decilo, acrilato de undecilo, metacrilato de undecilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de isodecilo, metacrilato de isodecilo, acrilato de isotridecilo, metacrilato de isotridecilo, acrilato de tridecilo, metacrilato de tridecilo, acrilato de estearilo, metacrilato de estearilo, acrilato de laurilo, metacrilato de laurilo o una combinación de los mismos.

4. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el componente reticulante comprende una melamina.

5. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el poliol acrílico comprende además al menos un monómero seleccionado del grupo de estireno, alfa-metil estireno, acrilato de (ciclo)alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico o una combinación de los mismos.

6. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que dicho al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster es el producto de una reacción entre un acrilato de hidroxialquilo y caprolactona.

7. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que dicha composición de revestimiento es una capa base.

8. Un proceso para formar un revestimiento multicapas que comprende aplicar secuencialmente una capa de una composición de imprimación, una capa de una composición de capa base y una capa de una composición de pintura transparente en un sustrato; y curar simultáneamente las capas aplicadas calentando;

en el que la composición de capa base es una composición de revestimiento según la reivindicación 1, y comprende un vehículo líquido orgánico y opcionalmente pigmento.

9. El proceso de la reivindicación 8, en el que el proceso comprende además una etapa de evaporación entre la aplicación de la capa de composición de capa base y la capa de composición de pintura transparente.

10. El proceso de la reivindicación 9, en el que el proceso comprende además una etapa de evaporación entre la aplicación de la capa de la composición de imprimación y la capa de composición de capa base.

11. El proceso de la reivindicación 8, en el que dicho al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, lineal o ramificado, comprende en el intervalo de 10 por ciento a 60 por ciento en peso del poliol acrílico.

12. El proceso de la reivindicación 8, en el que dicho al menos un monómero de acrilato de alquilo C8 o superior, lineal o ramificado se elige del grupo que consiste en acrilato de octilo, metacrilato de octilo, acrilato de nonilo, metacrilato de nonilo, acrilato de decilo, metacrilato de decilo, acrilato de undecilo, metacrilato de undecilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de isodecilo, metacrilato de isodecilo, acrilato de isotridecilo, metacrilato de isotridecilo, acrilato de tridecilo, metacrilato de tridecilo, acrilato de estearilo, metacrilato de estearilo, acrilato de laurilo, metacrilato de laurilo o una combinación de los mismos.

13. El proceso de la reivindicación 8, en el que el componente reticulable comprende una melamina.

14. El proceso de la reivindicación 8, en el que dicho al menos un monómero de acrilato extendido con poliéster es el producto de la reacción entre un acrilato de hidroxialquilo y caprolactona.