

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 930 250**

51 Int. Cl.:

C08L 33/04 (2006.01)
C08L 33/12 (2006.01)
C08L 83/08 (2006.01)
C09D 133/12 (2006.01)
C09D 183/08 (2006.01)
C08L 83/12 (2006.01)
C09D 183/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.10.2019** **PCT/US2019/053931**
87 Fecha y número de publicación internacional: **16.04.2020** **WO20076545**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.10.2019** **E 19790986 (4)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.09.2022** **EP 3864086**

54 Título: **Composición a base de agua**

30 Prioridad:

10.10.2018 US 201862743703 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.12.2022

73 Titular/es:

DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (50.0%)
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US y
ROHM AND HAAS COMPANY (50.0%)

72 Inventor/es:

CONNER, DAVID M.;
WESTMEYER, MARK D. y
BAUMANN, ROBERT

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 930 250 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 a base de agua

5 **Campo**

La presente invención se refiere a una composición a base de agua y, más específicamente, a la presente invención se refiere a una composición a base de agua de una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente y un copolímero de poliaminosiloxano.

10 **Antecedentes**

Hasta ahora, las formulaciones que utilizan silanos y/o aditivos de silicona que se han usado, por ejemplo, para fabricar dispersiones, recubrimientos, selladores, acabados de mampostería y señalizaciones de tráfico. Por ejemplo, la

solicitud de patente provisional estadounidense n.º 62/525851, titulada "STORAGE STABLE QUICKSETTING COATING SYSTEM THAT IS FREE OF VOLATILE-BASE", presentada el 28 de junio de 2017, por Katherine A. Faber *et al.*, describe, en el ejemplo 5, un producto de condensación por hidrólisis de aminoetil aminopropil trimetoxisilano en una formulación de dispersión que contiene una dispersión acrílica estabilizada aniónica. La formulación tiene un pH neutro y está libre de base volátil. La formulación da buen resultado en lograr un ajuste rápido con un 0,22 por ciento (%) de una poliamina polimérica.

Sin embargo, la formulación descrita en la referencia de solicitud de patente provisional anterior consiste en un homopolímero de aminoetil aminopropil trimetoxisilano que no funciona para proporcionar una dispersión estabilizada porque el polímero de aminosiloxano descrito en la referencia anterior es un floculante altamente eficaz y se coagulará inmediatamente después de la adición a una formulación. Por lo tanto, para evitar la aparición de coagulación, el pH de la formulación que contiene dicho polímero de siloxano debe aumentarse sustancialmente, es decir, a un pH de alrededor de 11, lo que es indeseable porque, para obtener una formulación a un pH de 11, requiere diluir la formulación hasta un nivel inaceptable donde la viscosidad de la formulación se vuelve menor que (<) 15 megapascals (MPa) (15.000 centipoise [cps]). En cambio, la viscosidad de la formulación descrita en la referencia anterior debe ser superior a (>) 15 MPa (15.000 cps) para proporcionar una formulación de tipo masilla muy espesa, de modo que la formulación pueda lograr una estabilidad de almacenamiento extendida y un endurecimiento rápido sin la necesidad de una base volátil. Por debajo de la viscosidad de <15 MPa (15.000 cps), la formulación descrita en la referencia anterior falla.

Sería ventajoso proporcionar una formulación que no dependa de una propiedad de viscosidad para que la formulación funcione en las aplicaciones mencionadas anteriormente. Sin la limitación de la viscosidad, tales formulaciones con una viscosidad inferior a 15 MPa (15.000 cps) se pueden usar en un número más amplio de aplicaciones, incluyendo pinturas, barnices, sistemas de acabado exterior, recubrimientos tales como recubrimientos de tejado y señalizaciones de tráfico.

La patente estadounidense n.º 5.672.379 describe un método para producir una señalización de tráfico resistente al desgaste en una superficie de carretera aplicando sobre dicha superficie de carretera una capa de una composición de revestimiento de pintura de tráfico que contiene un aminosilano añadido a un portador evaporable acuoso mantenido a un pH en el intervalo de 7,5 a 11,0. La composición de revestimiento incluye partículas dispersas de un aglutinante de látex que porta una fracción pendiente funcional ácida y una fracción pendiente funcional de enamina. La patente anterior describe varias moléculas y estructuras de aminosilano; y se refiere a tales aminosilanos como "moléculas pequeñas". Y, aunque la patente anterior también menciona "aminoalquilsilanos oligoméricos", por las enseñanzas de la patente anterior, los oligómeros serían difíciles de producir porque se requiere que los monómeros de aminosilano descritos en la patente se mezclen en la composición con otros monómeros de aminosilano solamente y no con otros monómeros de no aminosilano. Nada en la patente anterior enseña añadir un monómero no aminosilano a la composición.

Otras formulaciones que utilizan silanos y/o aditivos de silicona se han descrito en la técnica anterior, incluidas las patentes estadounidenses n.ºs 5.616.764A; 6.011.109; y 4.246.029; y las publicaciones de solicitud de patente estadounidense n.ºs US20130129648A1, US20170119632A1, US20150159036A1 y US20040053810A1. Sin embargo, ninguna de las formulaciones o composiciones conocidas incluye un aminosilano que, cuando se añade a materiales no aminosilano, proporciona una formulación que muestra un aumento en las propiedades beneficiosas tales como propiedades de endurecimiento rápido. Además, ninguna de las referencias anteriores proporciona una composición que se pueda usar en un amplio alcance de diferentes aplicaciones, por ejemplo, dispersiones, recubrimientos, selladores, acabados de mampostería y señalizaciones de tráfico.

El documento US 2013/143990 A1 describe composiciones de recubrimiento protector basadas en una resina acrílica y una resina de silicona modificada con amino. Estas composiciones están destinadas a usarse como recubrimientos protectores sobre una variedad de superficies, particularmente sobre superficies metálicas de vehículos de motor.

Resumen

La presente invención se dirige a una formulación o composición acrílica a base de agua que incluye un látex estabilizado o productos formulados del mismo; y un copolímero de poliaminosiloxano estabilizado estéricamente con hidrófilos, que contiene grupos estabilizadores estéricos útiles para impartir propiedades de endurecimiento rápido al látex estabilizado aniónicamente o los productos formulados del mismo. La composición de la presente invención puede ser útil, por ejemplo, para proporcionar dispersiones, recubrimientos, acabados de mampostería, señalizaciones de tráfico y similares. Ventajosamente, la composición de la presente invención endurece más rápido que las partes contrarias a base de agua convencionales similares; y, por lo tanto, proporciona un recubrimiento que: (1) muestra un endurecimiento rápido, (2) se vuelve a revestir en menos tiempo, y (3) desarrolla antes resistencia a daños y deterioros superficiales. Y, para recubrimientos o selladores en particular, la composición de la presente invención proporciona un desarrollo precoz de resistencia contra el lavado con agua; por ejemplo, el lavado con agua de lluvia.

En una realización general, la presente invención está dirigida a una formulación o composición que incluye: (a) al menos un polímero acrílico, donde el al menos un polímero acrílico comprende una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente y donde el al menos un polímero acrílico contiene unidades de monómero de ácido; y (b) al menos un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos.

En otra realización, la presente invención incluye una composición que comprende: (a) al menos una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente donde el polímero acrílico contiene unidades de monómero de ácido; y (b) al menos un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos, donde el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos se caracteriza por: (i) un cierto porcentaje de átomos de silicio en el copolímero que tiene un grupo pendiente con una funcionalidad de amina secundaria y/o una primaria; y (ii) un cierto porcentaje de átomos de silicio en el copolímero que tiene una cadena pendiente de alquilo-poli(óxido de alquileo, tal como óxido de etileno) con un número de unidades de óxido de etileno.

La composición de la presente invención que contiene grupos estabilizadores estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano es ventajosa sobre composiciones y métodos conocidos que usan aminosilanos para lograr un endurecimiento rápido porque incluye en la cadena principal polimérica un grupo poliéter glicol imparte estabilización estérica al compuesto acelerante de endurecimiento resultante. Esta estabilidad impartida permite el uso de tal endurecimiento acelerante a una concentración mayor en la composición que facilita un tiempo de secado más corto para la composición. Además, puede obtenerse una formulación más deseable porque se puede reducir el pH al uso de la formulación y, por lo tanto, se pueden preparar formulaciones que tienen menos olor y un contenido de sólidos más alto. Además, algunas realizaciones de la presente invención permiten que estos aditivos de aminosiloxano estabilizados estéricamente se usen como acelerantes de endurecimiento a pH neutro que inducirá el endurecimiento sin que un pH desencadene la volatilización de la base, por ejemplo, la evaporación de amoníaco después de la aplicación de la composición.

En una realización preferida, la presente invención incluye, por ejemplo, una formulación o composición que incluye siloxanos que contienen un aminosilano copolimerizado con un monómero de silano que no contiene grupos amino, por ejemplo, dimetildimetoxisilano. Los grupos estabilizadores tales como poli(etilenglicoles) son parte del polímero usado en la composición; y dichos grupos estabilizadores reducen la densidad de carga del aminosiloxano y aumentan la estabilización. Por lo tanto, cuando la composición se usa como acelerador de endurecimiento, la composición de la presente invención puede ser mucho menos susceptible a iniciar una floculación no deseada cuando se añade a látices estabilizados aniónicamente o productos formulados de los mismos. Los coaminosilanos de la presente invención pueden ser útiles a un pH más bajo, por lo que la dispersión o formulación de los mismos requiere menos base que, a su vez, disminuye el olor de la composición y aumenta el contenido de sólidos de la composición.

Descripción detallada

Definiciones

“Estable”, “estabilidad”, “estabilizador” o “estabilidad del producto”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere a la capacidad de mezclar un acelerante de endurecimiento en una dispersión o producto formulado del mismo; y de mantener una trabajabilidad adecuada de la mezcla durante el tiempo requerido para la aplicación de la mezcla. La mezcla que contiene tanto el acelerante de endurecimiento como el producto de dispersión o formulación del mismo deberían mantener el flujo y la viscosidad; y no deberían coagular en un sólido, formar grandes aglomeraciones, formar aglomeraciones de grano o microaglomeraciones durante el tiempo requerido para la aplicación de la mezcla. Típicamente, se requiere al menos 5 minutos (min) a varias horas (h) para la aplicación de la mezcla. Grandes aglomeraciones coaguladas en la mezcla pueden ser visibles durante el mezclado; y las microaglomeraciones de grano o micrómetros pueden detectarse al emplear un procedimiento de ensayo de finura tal como el procedimiento de ensayo de finura descrito en la prueba ASTM D-

1316. La finura de la mezcla, como se describe en la prueba ASTM D-1316, no debería aumentar de >5 micrómetros (μm).

“Tiempo de secado”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere al tiempo necesario para alcanzar el “tiempo de secado de etapa D” como se describe en la prueba ASTM D 5895-13. Los expertos en la materia reconocerán que muchos factores tales como temperatura, humedad, composición de formulación, sólidos y grosor de aplicación de composición, pueden afectar al secado de dispersiones a base de agua o productos de formulación de las mismas. Sin embargo, como se ha mencionado anteriormente, el “tiempo de secado” de la composición a base de agua de la presente invención sigue la descripción de la prueba ASTM D 5895-13.

“Endurecimiento”, o “tiempo de endurecimiento” o “tiempo para el endurecimiento”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere al tiempo requerido para una dispersión o producto formulado de la misma para proporcionar resistencia a la deformación mecánica o lavado con agua.

“Lavado de agua”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere a la resistencia de la composición a la disipación, pérdida de cohesión o adhesión al sustrato por lluvia o por otra precipitación natural o simulada.

“Endurecimiento rápido”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere a una reducción en el tiempo requerido para una dispersión o producto formulado de la misma que contiene un acelerante de endurecimiento para proporcionar resistencia a la deformación mecánica o lavado con agua frente al tiempo comparativo requerido para una dispersión o producto formulado de la misma sin contener un acelerante de endurecimiento para proporcionar resistencia a deformación mecánica o lavado con agua; donde la reducción en el tiempo es al menos >25 % en una realización, y >35 % en otra realización; donde el endurecimiento se mide como el tiempo para lograr el tiempo de secado en la etapa D como se describe en la prueba ASTM D 5895-13; y donde la prueba tanto de la composición a base de agua que contiene un acelerante de endurecimiento como de la composición de agua comparativa que no contiene un acelerante de endurecimiento se lleva a cabo en las mismas condiciones de secado y el mismo espesor de película.

“Floculación”, con referencia a la composición a base de agua, en la presente memoria significa un proceso mediante el cual las partículas o coloides dispersos en un líquido o una dispersión salen de la suspensión de dicho líquido o dispersión y se adhieren entre sí; y forman espontáneamente grupos de partículas irregulares de tamaño más grande, flóculos, agregados o aglomeraciones. La floculación es un resultado de una estabilización insuficiente de una composición y no es deseable antes de la aplicación de la composición. La floculación es sinónimo de aglomeración y coagulación.

“Microfloculación” o “microaglomeración”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere a aglomeraciones de empaquetamiento duras o blandas que ocurren después de la adición de un acelerante de endurecimiento a la composición y antes de la aplicación de la composición. Las microaglomeraciones conducirán a defectos en un producto que contiene dichas microaglomeraciones. Y, aunque las microaglomeraciones son <50 μm de tamaño y no obstaculizarán el mezclado o flujo del producto, la presencia de dichas microaglomeraciones da como resultado imperfecciones visuales en el producto o reducen la integridad mecánica final de un producto. Además, dichas microaglomeraciones podrían afectar negativamente a la aplicación del producto en, por ejemplo, aplicaciones de pulverización.

“Gel” o “gelificación”, con referencia a una composición a base de agua, en la presente memoria se refiere a un estado, donde tras la adición de un acelerante de endurecimiento a una dispersión o producto formulado de la misma, una fracción de volumen significativa de la dispersión o producto formulado de la misma se ha coagulado en un empaquetamiento duro o blando; y la dispersión o producto formulado de la misma no puede mezclarse fácilmente. Los geles o la gelificación que se producen antes de la aplicación de la dispersión o producto formulado de la misma harán que la dispersión o producto formulado de la misma sea inutilizable.

Generalmente, la presente invención está dirigida a una composición estable a base de agua que incluye: (a) al menos un polímero acrílico, donde el al menos un polímero acrílico comprende una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente y donde el al menos un polímero acrílico contiene unidades de monómero de ácido; y (b) al menos un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos. La composición de la presente invención muestra propiedades y beneficios ventajosos que incluyen, por ejemplo, estabilidad aumentada, endurecimiento rápido, ausencia de floculación, pH bajo, uso mínimo de una base, poco olor y alto contenido en sólidos.

Como componente (a), la formulación o composición de la presente invención contiene al menos una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente y se usa en agua como medio. La dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente útil en la presente invención puede incluir, por ejemplo, polímeros tales como polímeros (met)acrílicos, copolímeros de estireno-acrílico y mezclas o combinaciones de los mismos.

Ejemplos de polímeros (met)acrílicos presentes en la dispersión de polímero acrílico incluyen polímeros que comprenden monómeros polimerizados seleccionados de un grupo que consiste en acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilato de etilo, metacrilato de etilo, acrilato de butilo, metacrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo, 2-

propilacrilato de bencilo, acrilato de terc-butilo, 2-propilacrilato de etilo, acrilato de isobornilo, acrilato de isodecilo, acrilato de laurilo, acrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo, acrilato de éter etílico de di(etilenglicol), triacrilato de trimetilolpropano, diacrilato de 1,3-butanodiol, diacrilato de 1,6-hexanodiol, estireno, estireno sustituido, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, metacrilato de isobutilo, (met)acrilato de n-hidroxilo, (met)acrilato de etilhexilo, (met)acrilato de n-heptilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de 2-metilheptilo, (metil)acrilato de octilo, (met)acrilato de isooctilo, (met)acrilato de n-nonilo, (met)acrilato de isononilo, (met)acrilato de n-decilo, (met)acrilato de isodecilo, (met)acrilato de dodecilo, (met)acrilato de laurilo, (met)acrilato de tridecilo, (met)acrilato de estearilo, metacrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo, (met)acrilato de glicidilo, crotonatos de alquilo, maleato de di-n-butilo, maleato de dioctilo, (met)acrilato de acetoacetoxietilo, (met)acrilato de acetoacetoxipropilo, (met)acrilato de hidroxietilo (met)acrilato, (met)acrilato de alilo, (met)acrilato de tetrahidrofurfurilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de 2-etoxietilo, (met)acrilato de 2-metoxi, (met)acrilato de 2-(2-etoxi-etoxi)etilo, (met)acrilato de 2-propilheptilo, (met)acrilato de 2-fenoxietilo, mono(met)acrilato de polipropilenglicol, (met)acrilato de polietilenglicol, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de 2,3-epoxiciclohexilmetilo, (met)acrilato de hidroxipropilo, (met)acrilato de metilpropilglicol, (met)acrilato de 3,4-epoxiciclohexilmetilo, di(met)acrilato de 1,6 hexanodiol, di(met)acrilato de 1,4 butanodiol y para copolímero, y combinaciones de los mismos.

Ejemplos de polímeros (met)acrílicos presentes en la dispersión de polímero acrílico también pueden incluir polímeros que comprenden monómeros (met)acrílicos polimerizados copolimerizados con ésteres de vinilo de haluros de vinilo tales como cloruro de vinilo, un ácido alcanoico con átomos C 1 a C 12 con ejemplos no limitativos que incluyen acetato de vinilo, propionato de vinilo, valerato de vinilo, 2-etilhexanoato de vinilo, laurato de vinilo, versatatos de vinilo, y mezclas de los mismos. Los versatatos de vinilo pueden incluir ésteres de vinilo de ácidos monocarboxílicos alfa-ramificados, por ejemplo, VeoVa 9® o VeoVa 10® (nombres comerciales de la empresa Momentive), que tienen átomos de C 9 y C 10, respectivamente, en la fracción de ácido carboxílico. Un monómero de éster vinílico preferido puede ser acetato de vinilo. El monómero de éster vinílico (a) puede copolimerizarse en general en una cantidad del 0 por ciento en peso (o porcentaje en peso [% en peso]) al 20 % en peso en una realización, y del 0 % en peso al 10 % en peso en otra realización, basado en el peso total de los monómeros.

La dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente útil en la presente invención puede tener una concentración de unidades monoméricas de ácido polimerizadas. Las unidades monoméricas de ácido ilustrativas de polímeros (met)acrílicos presentes en la dispersión de polímero acrílico pueden incluir: ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido fosfórico, éster de metacrilato de 2-hidroxietilo, y mezclas de los mismos. Por ejemplo, en una realización general, la dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente útil en la presente invención puede tener una concentración de unidades monoméricas de ácido polimerizadas en el intervalo del 0,1 % en peso o más al 5,0 % en peso o menos del monómero de ácido polimerizado, basado en el peso total de todos los monómeros en el polímero; y del 0,5 % en peso al 3,0 % en peso o menos de los monómeros de ácido polimerizado en otra realización. Una dispersión que contiene <0,1 % en peso de monómero ácido no puede estar suficientemente estabilizado; y una dispersión que contiene >5,0 % en peso de monómero ácido tendrá una sensibilidad al agua indeseable y requiere una concentración excesiva de copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos (es decir, el acelerante de endurecimiento) para ser rentable.

La dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente útil en la presente invención también puede tener generalmente un tamaño de partícula promedio de la forma de 65 nanómetros (nm) o más de 500 nm o menos según lo determinado por dispersión de luz de 90 grados usando un Malvern Zetasizer Nano ZS90 en una realización; y formar 100 nm o más a 350 nm o menos en otra realización. Una dispersión polimérica que tiene un tamaño de partícula promedio fuera de los intervalos anteriores puede no funcionar para estabilizar la dispersión porque las partículas mayores de 500 nm son difíciles de estabilizar adecuadamente y las partículas menores de 65 nm son difíciles de producir en sólidos de polímero que son prácticas para aplicaciones. La dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente puede consistir en tamaños de partículas bimodales, trimodales y multimodales.

Además, la dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente útil en la presente invención puede tener generalmente una temperatura promedio de transición vítrea de -55 grados Celsius (°C) o más a 35 °C o menos según se determina de acuerdo con ASTM E-1356-08 2014 en una realización, y de -40 °C a 20 °C en otra realización. En los intervalos anteriores, se puede formular una composición de dispersión de polímero para formar una composición que pueda experimentar formación de película para transformar la composición en un material continuo después de la aplicación.

Además, la dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente útil en la presente invención puede tener generalmente una concentración del copolímero de siloxano del 0,1 % en peso o más al < 5,0 % en peso en una realización, del 0,3 % en peso al 2,5 % en peso en otra realización, y del 0,5 % en peso al 1,5 % en peso en aún otra realización, basado en el peso total de polímeros en la composición. A una concentración del copolímero de siloxano de >5,0 % en peso, no hay una ventaja adicional significativa de usar más copolímero de siloxano para proporcionar un silano útil, estable y rentable. Por debajo de una concentración del copolímero de siloxano de <0,1 % en peso, un endurecimiento acelerado puede no ser detectable.

En general, la cantidad del polímero acrílico estabilizado aniónicamente usado en la composición puede estar en el intervalo de 3 % en peso a 65 % en peso en una realización; del 5 % en peso al 60 % en peso en otra realización; y del 7 % en peso al 55 % en peso en aún otra realización, basado en el peso total de los componentes en la composición. La cantidad preferida de polímero usado en la formulación también puede depender del número y tipo de otros ingredientes opcionales utilizados en la formulación.

La composición de la presente invención contiene al menos un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos como componente (b) que es útil como acelerante de endurecimiento. Los copolímeros de poliaminosiloxano que contienen grupos estabilizadores estéricos pueden incluir, por ejemplo, copolímeros que comprenden monómeros polimerizados seleccionados de un grupo que consiste en mezclas de monómeros de aminosilano. Ejemplos de monómeros de aminosilano presentes en la mezcla pueden incluir n-metilaminopropiltrimetoxisilano, aminoetilaminopropilmetildimetoxisilano, aminoetilaminopropiltrimetoxisilano, aminopropilmetildimetoxisilano, aminopropiltrimetoxisilano, aminoetilaminoetilaminopropiltrimetoxisilano, N-metilaminopropiltrimetoxisilano, aminopropilmetildimetoxisilano, aminopropiltriethoxisilano, 4-aminobutiltriethoxisilano y mezclas de los mismos. Ejemplos de realizaciones comerciales de algunos de los compuestos anteriores, y mezclas de los mismos, que pueden usarse en la presente invención pueden incluir uno o más de los monómeros de aminosilano descritos en la tabla I como sigue:

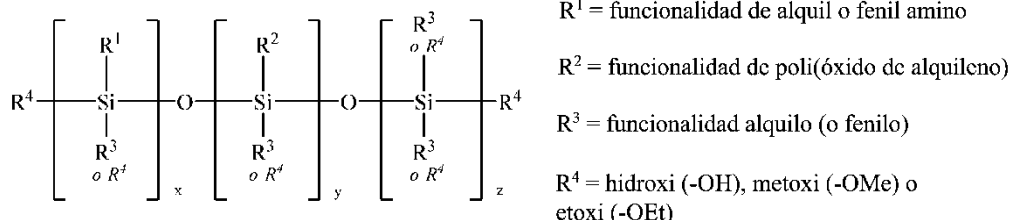
Tabla I

Monómero de aminosilano	Ejemplos de materiales comerciales	Proveedor
N-metilaminopropiltrimetoxisilano	-----	-----
Aminoetilaminopropilmetildimetoxisilano	Dow Corning® 1-6436	Dow Corning
	KBM-602	Shin-Etsu
	Silquest® A-2120	Momentive
	Dyanasytan® 1411	Evonik
	Geniosil® GF 95	Wacker Chemie AG
Aminoetilaminopropiltrimetoxisilano	Dow Corning® Z-6020	Dow Corning
	Xiameter® OFS-6020	Dow Corning
	KBM-603	Shin-Etsu
	Silquest® A-1120	Momentive
Aminoetilaminopropiltriethoxisilano	Dow Corning® Z-6021	Dow Corning
	KBE-603	Shin-Etsu
Aminopropilmetildimetoxisilano	-----	-----
Aminopropiltrimetoxisilano	Dow Corning® Z-6610	Dow Corning
	KBM-903	Shin-Etsu
	Silquest® A-1110	Momentive Performance Materials
Aminoetilaminoetilaminopropiltrimetoxisilano (o trimetoxisililpropildietilentríamina)	Dow Corning® AY43-009	Dow Corning
	Silquest® A-1130	Momentive Performance Materials
N-metilaminopropiltriethoxisilano	-----	-----
Aminopropilmetildimetoxisilano	-----	-----
Aminopropilmetildietoxisilano	Dow Corning® Z-6015	Dow Corning
Fenilaminopropiltrimetoxisilano	Dow Corning® SZ-6083	Dow Corning
	KBM-573	Shin-Etsu
	Silquest® Y-9669	Momentive Performance Materials
Aminopropiltriethoxisilano	Xiameter® OFS-6611	Dow Corning
	KBE-903	Shin-Etsu
	Silquest® A-1100	Momentive Performance Materials
Bis(trimetoxisililpropil)amina	Silquest® Y-9627	Momentive Performance Materials
	Dyanasytan® 1124	Evonik
4-aminobutiltriethoxisilano	—	—
Aminoetilaminoisobutilmetildimetoxisilano	Xiameter® 8038	Dow Corning
Etilaminoisobutiltrimetoxisilano	Silquest® A-Link 15	Momentive Performance Materials
Aminoalquilsilicona polimérica	Dow Corning® 2-8795	Dow Corning

En una realización preferida, la composición de la presente invención comprende, consiste esencialmente en, o consiste en: una dispersión estabilizada aniónica de polímeros acrílicos que contienen un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos tales como un copolímero de aminosilano-poli(óxido de

alquileo) silano; y el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos puede ser el producto de la polimerización por condensación por hidrólisis de: (i) un silano aminofuncional; (ii) un polialquilenglicolsilano; (iii) opcionalmente un alquil (o fenil) silano; o sus mezclas. Por ejemplo, en una realización general, el copolímero de poliaminosiloxano útil en la presente invención puede incluir los compuestos de la siguiente estructura (I):

Estructura (I)



en la estructura (I) anterior, R^1 puede ser, por ejemplo, aminopropilo, aminometilo, aminoetilo, aminoisobutilo, aminoetilaminopropilo, etilaminoisobutilo, metilaminopropilo, dietilendiamina propilo, fenilaminopropilo, aminobutilo, aminoetilaminoisobutilo; R^2 puede ser, por ejemplo, metoxil poli(óxido de etileno) propilo, hidroxil poli(óxido de etileno) propilo, o acetoxil poli(óxido de etileno) propilo; R^3 puede ser, por ejemplo, metilo o fenilo; y R^4 puede ser, por ejemplo, hidroxil, metoxil o etoxil.

Generalmente, el silano aminofuncional presente en la polimerización por condensación por hidrólisis puede ser del 97 por ciento en moles (% en moles) al 66 % en moles en una realización, y del 93 % en moles al 70 % en moles en otra realización.

En una realización, el grupo amino (R^1) del silano aminofuncional puede ser o bien una amina primaria ($-NH_2$); o una amina secundaria ($-NH-R$), donde R puede ser una alquilamina C1 a C8 tal como una metilamina, etilamina o propilamina, etilendiamina ($-NH-CH_2-CH_2-NH_2$) o dietiltriaina, y mezclas de las mismas; o una alquilarilamina C3, tal como fenilamina ($-NH$ -fenilo), y mezclas de las mismas.

Las unidades amino primarias de la funcionalidad amino pueden incluir, por ejemplo, aminopropilo, aminometilo, aminoetilo o aminoisobutilo y mezclas de los mismos. Las unidades amino secundarias de la funcionalidad amino pueden incluir, por ejemplo, aminoetilaminopropilo, metilaminopropilo, etilaminoisobutilo, triaminodietilenpropilo, fenilaminopropilo, metilaminometilo, etilaminometilo, fenilaminometilo, aminoetilaminoisobutilo y mezclas de los mismos.

El peso equivalente del monómero de silano de la composición puede ser, por ejemplo, <250 gramos por mol (g/mol) en una realización, de 80 g/mol a 240 g/mol en otra realización, y de 100 g/mol a 230 g/mol en aún otra realización.

Generalmente, el polialquilenglicol silano presente en la polimerización por condensación por hidrólisis puede ser del 3 % en moles al 15 % en moles en una realización, y del 6 % en moles al 12 % en moles en otra realización.

El peso molecular promedio del polialquilenglicol silano de la composición puede ser, por ejemplo, de 200 daltons (Da) a 2000 Da en una realización, de 250 Da a 1750 Da en otra realización, y de 300 Da a 1500 Da en aún otra realización.

El alquileo del óxido de polialquileo silano puede incluir unidades de óxido de etileno, óxido de propileno y mezclas de los mismos. El polialquileo del óxido de polialquileo silano puede estar no terminado con OH o terminado con un alcohol tal como metanol, etanol, propanol, butanol y mezclas de los mismos; o terminado con un grupo alquilo C1 a C4 tal como metilo, etilo, propilo, butilo, y mezclas de los mismos; o terminado con un grupo terminal acetoxil o acetato.

Generalmente, la composición de la presente invención puede incluir opcionalmente un alquil-silano C1 a C8, fenil silano, alquil fenil-silano C1 a C8 o mezclas de los mismos. Por ejemplo, los compuestos anteriores pueden incluir dimetoxidimetilsilano, dietoxidimetilsilano, trimetoximetilsilano, trietoximetilsilano, dimetoxil(metil)fenilsilano, dietoxil(metil)fenilsilano, trimetoxifenilsilano, trietoxifenilsilano, octiltrimetoxisilano y mezclas de los mismos. En una realización, la cantidad de los compuestos anteriores, cuando se usan, puede ser del 0 % en moles al 20 % en moles, del 0,01 % en moles al 15 % en moles en otra realización, y del 0,1 % en moles al 10 % en moles en aún otra realización.

En una realización general, el componente de grupo estabilizador estérico que contiene el componente de estabilización estérica (b) puede caracterizarse de la siguiente manera: (α) al menos una parte de los átomos de silicio en el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos tienen un grupo pendiente con una funcionalidad de amina primaria o secundaria; y (β) al menos una parte de los átomos de

silicio en el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos tienen una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) con un número de unidades de óxido de etileno.

5 Por ejemplo, al menos el 70 % en moles, basado en los moles de los polímeros totales en la composición, de los átomos de silicio en el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos puede tener un grupo pendiente con una funcionalidad de amina primaria o secundaria en una realización, del 70 % en moles al 95 % en moles en otra realización y del 85 % en moles al 90 % en moles en aún otra realización.

10 Por ejemplo, del 5 % en moles al 20 % en moles, basado en el peso de los polímeros totales en la composición, de los átomos de silicio en el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos puede tener una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) en una realización, del 5 % en moles al 15 % en moles en otra realización, y del 5 % en moles al 10 % en moles en aún otra realización. La cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) puede tener de 5 unidades de óxido de etileno a 30 unidades de óxido de etileno en una realización, de 6 unidades de óxido de etileno a 20 unidades de óxido de etileno en otra realización, y de 7 unidades de óxido de etileno a 15 unidades de óxido de etileno en aún otra realización.

15 En una realización preferida, el copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos puede estar caracterizado por: (α) al menos el 70 % en moles de los átomos de silicio en el copolímero tienen un grupo pendiente con una funcionalidad de amina tanto secundaria como primaria; y (β) del 5 % en moles al 20 % en moles de los átomos de silicio en el copolímero tienen una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) con 5 unidades de óxido de etileno a 20 unidades de óxido de etileno.

20 El grupo o grupos pendiente(s) primario(s) en los átomos de silicio del copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos pueden incluir, por ejemplo, 2-aminoetilo, 3-aminopropilo, 4-aminodimetilbutilo, 3-(2-aminoetilamino)propilo, propil(dietilentriamina), y mezclas de los mismos.

25 El grupo o grupos pendiente(s) secundario(s) en los átomos de silicio de los copolímeros de poliaminosiloxano que contienen grupos estabilizadores estéricos pueden incluir, por ejemplo, 3-(2-aminoetilamino)propilo, propil(dietilentriamina), N-etil-gamma-aminoisobutilo, metilo, etilo, propilo, fenilo y mezclas de los mismos.

30 El grupo o grupos de alquil-poli(etóxido) de cadena pendiente en los átomos de silicio del copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos pueden incluir, por ejemplo, óxido de polietileno, óxido de polipropileno, óxido de polibutileno terminados con hidroxilo, metilo o alquilo y mezclas de los mismos.

35 El grupo o grupos de alquil-poli(óxido de etileno) de cadena pendiente en los átomos de silicio del copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos pueden incluir una cadena con de 5 unidades de óxido de etileno a 20 unidades de óxido de etileno en una realización, de 5 unidades de óxido de etileno a 35 unidades de óxido de etileno en otra realización, y de 4 unidades de óxido de etileno a 100 unidades de óxido de etileno en aún otra realización.

40 Un experto en la materia reconocerá que la concentración de las unidades de óxido de etileno influirá en la concentración deseada del grupo o grupos de alquil-poli(óxido de etileno) de cadena pendiente en los átomos de silicio del copolímero de poliaminosiloxano para proporcionar un equilibrio de las propiedades relacionadas con la estabilidad de la dispersión y el endurecimiento de la película.

45 Los copolímeros de poliaminosiloxano que contienen grupos estabilizadores estéricos pueden estar presentes en la composición en una cantidad generalmente en el intervalo del 0,01 % en peso al 5 % en peso en una realización; del 0,025 % en peso al 4 % en peso en otra realización; y del 0,08 % en peso al 3 % en peso en aún otra realización.

50 Opcionalmente, la composición de la presente invención puede formularse con una amplia variedad de uno o más aditivos para permitir el rendimiento de funciones específicas mientras se mantienen los excelentes beneficios/propiedades de la presente composición de la invención. Por ejemplo, los componentes opcionales útiles en la composición de revestimiento acuosa de la presente invención pueden incluir pigmentos, cargas, dispersantes, coalescedores, agentes modificadores del pH, plastificantes, antiespumantes, tensioactivos, espesantes, biocidas, codisolventes y combinaciones de los mismos. La elección de aditivos en la composición se verá afectada por varios factores, incluyendo la naturaleza de la dispersión de polímero acrílico y el uso previsto de la composición de revestimiento.

55 En una realización, la formulación puede incluir una carga inorgánica, a veces denominada pigmento o extensor. La carga inorgánica se dispersa típicamente en forma de partículas en la formulación. Las cargas adecuadas incluyen, por ejemplo, cualquiera o una combinación de más de uno seleccionado de un grupo que consiste en óxidos metálicos (tales como óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de hierro y similares), carbonato de calcio, nefelina sienita, aluminosilicatos, feldespato, tierra de diatomeas, tierra de diatomeas calcinada, talco, arena, sílice, óxido de aluminio, arcilla, caolín, mica, pirofilita, perlita, barita, silicatos de alúmina de sodio-potasio y silicato de metal de calcio. En una realización preferida, la carga inorgánica puede ser una o cualquier combinación de más de uno

seleccionado de un grupo que consiste en óxidos metálicos, carbonato de calcio y silicatos de alúmina de sodio-potasio.

5 La concentración de carga inorgánica puede ser, por ejemplo, el 0 % en volumen (% en volumen) o >0 % en volumen, tal como mayor o igual que (>) 0,1 % en volumen en una realización general, el 10 % en volumen o más en otra realización, el 30 % en volumen o más en otra realización, el 50 % en volumen o más en aún otra realización, y el 75 % en volumen o más en incluso aún otra realización, donde % en volumen es relativo al volumen total de la formulación.

10 En otra realización, la formulación puede comprender opcionalmente un, o más de un, modificador de la reología. Los modificadores de la reología son útiles para ajustar la viscosidad de la formulación. Ejemplos de agentes espesantes adecuados útiles en la presente invención pueden incluir polímeros de uretano de óxido de etileno modificados hidrofóbicamente (HEUR, por sus siglas en inglés), polímeros de emulsión soluble en álcali modificados hidrofóbicamente (HASE, por sus siglas en inglés), celulosas de hidroxietilo modificadas hidrofóbicamente (HMHEC, por sus siglas en inglés), poliacrilamida modificada hidrofóbicamente, y mezclas de los mismos. Otros modificadores de la reología pueden incluir espesantes no iónicos de exclusión de volumen que incluyen uno cualquiera, o cualquier combinación de más de uno, espesantes seleccionados de un grupo que consiste en hidroxietilcelulosa, hidroxietil metil celulosa, poli(alcohol vinílico), polivinilpirrolidona y combinaciones de los mismos. Los polímeros HEUR son productos de reacción lineal de diisocianatos con un extremo terminado con óxido de polietileno con grupos hidrocarburo hidrófobos. Los polímeros HASE son homopolímeros de ácido (met)acrílico, o copolímeros de ácido (met)acrílico, ésteres de (met)acrilato, o ácido maleico modificado con monómeros de vinilo hidrófobos.

25 El modificador de la reología puede estar presente en la formulación a una concentración de, por ejemplo, realizaciones que incluyen el cero (0) en peso o más, el 0,1 % en peso o más, el 0,2 % en peso o más, el 0,3 % en peso o más, el 0,4 % en peso o más, el 0,5 % en peso o más, el 0,6 % en peso o más, el 0,7 % en peso o más, el 0,8 % en peso o más, y el 0,9 % en peso o más; mientras que, al mismo tiempo, el modificador de reología puede estar presente en la formulación a una concentración del 1,0 % en peso o menos, el 0,9 % en peso o menos, el 0,8 % en peso o menos, el 0,7 % en peso o menos, el 0,6 % en peso o menos, el 0,5 % en peso o menos, el 0,4 % en peso o menos, el 0,3 % en peso o menos, el 0,2 % en peso o menos y el 0,1 % en peso o menos, con respecto al peso total de la formulación. En una realización preferida, el % en peso del modificador de reología puede determinarse a partir de la composición de formulación a partir de la concentración de los componentes añadidos a una formulación.

35 En aún otra realización, la composición puede contener opcionalmente una o más bases volátiles y/o una o más bases no volátiles. Las bases volátiles ejemplares incluyen, pero no se limitan a, amoníaco; alquilaminas inferiores, tales como dimetilamina y dietilamina; etanolamina; morfolina; aminopropanol; 2-amino-2-metil-1-propanol; 2- dimetilaminoetanol; y combinaciones de los mismos. En otras modalidades preferidas, la base volátil puede ser amoníaco. Las bases no volátiles ejemplares incluyen, pero no se limitan a, hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido de sodio.

40 Generalmente, una o más bases volátiles y/o bases no volátiles pueden incorporarse en la composición en una cantidad eficaz para mantener el pH del portador evaporable acuoso de la composición en el intervalo de 7,2 a 10,5 o en el intervalo de 7,5 a 10,5. En algunas realizaciones, una o más bases volátiles y/o bases no volátiles pueden incorporarse en la composición a concentraciones de entre el 0 % en peso y el 5,0 % en peso. En ciertas realizaciones, una o más bases volátiles y/o bases no volátiles pueden incorporarse en la composición a concentraciones de entre el 0,1 % en peso y el 2,5 % en peso.

50 En una realización preferida, el pH deseado del portador evaporable acuoso de la formulación de la presente invención puede obtenerse añadiendo una base volátil tal como amoníaco; una base no volátil, tal como hidróxido de sodio; o una mezcla de bases volátiles y bases no volátiles.

55 En aún otra realización, pueden añadirse dispersantes adecuados a la composición incluyendo, por ejemplo, dispersantes de poliácidos y dispersantes de copolímero hidrófobo. Los dispersantes poliácidos pueden incluir típicamente, por ejemplo, ácidos policarboxílicos, tales como ácido poliacrílico o ácido polimetacrílico, que están parcial o completamente en forma de su amonio; metal alcalino; metal alcalinotérreo; amonio; o sales de amonio cuaternario de alquilo inferior; y combinaciones de los mismos. Los dispersantes de copolímero hidrófobos pueden incluir, por ejemplo, copolímeros de ácido acrílico, ácido metacrílico o ácido maleico con monómeros hidrófobos.

60 Incluso en aún otra realización, los coalescedores adecuados, que ayudan en la formación de película durante el secado, se pueden añadir a la composición que incluye, por ejemplo, éter monometílico de etilenglicol, éter monobutílico de etilenglicol, acetato de éter monoetilico de etilenglicol, acetato de éter monobutílico de etilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, acetato de éter monoetilico de dietilenglicol, éter monometílico de dipropilenglicol, monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol y combinaciones de los mismos.

65 En aún otra realización, otros aditivos adecuados que pueden incorporarse opcionalmente en la composición pueden incluir, por ejemplo, agentes humectantes y de propagación, agentes niveladores, aditivos de conductividad,

promotores de adhesión, agentes antibloqueo, agentes anticraterización y agentes antideslizamiento, agentes anticongelantes, inhibidores de la corrosión, agentes antiestáticos, retardantes de llama e aditivos intumescentes, colorantes, abrillantadores ópticos y aditivos fluorescentes, absorbentes de UV y estabilizadores de luz, agentes quelantes, aditivos de capacidad de limpieza, agentes de reticulación, agentes amortiguadores, floculantes, humectantes, insecticidas, lubricantes, odorantes, aceites, ceras y coadyuvantes de deslizamiento, repelentes de suciedad, agentes resistentes a las manchas y combinaciones de los mismos.

Los compuestos opcionales, cuando se usan en la composición de la presente invención, pueden estar presentes en una cantidad generalmente en el intervalo del 0 % en peso al 0,2 % en peso en una realización; del 0 % en peso al 0,5 % en peso en otra realización; y del 0 % en peso al 1,5 % en peso en aún otra realización.

En aún otra realización, la composición puede incluir opcionalmente combinaciones de otra dispersión polimérica acuosa que incluye dispersiones de poliuretano, dispersiones mecánicas de poliolefinas, dispersiones de resina epoxi, dispersiones de polisiloxano y combinaciones de las mismas.

Los compuestos opcionales, cuando se usan en la composición de la presente invención, pueden estar presentes en una cantidad generalmente en el intervalo del 0 % en peso al 1 % en peso en una realización; del 0 % en peso al 2,5 % en peso en otra realización; y del 0 % en peso al 5,0 % en peso en aún otra realización.

En una amplia realización, el proceso para preparar la composición o formulación de la presente invención incluye mezclar, unir o combinar (a) al menos una dispersión estabilizada aniónica de polímeros acrílicos; y (b) al menos un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos. Se pueden añadir uno o más componentes opcionales adicionales a la formulación según se desee. Por ejemplo, los componentes (a) y (b) pueden mezclarse entre sí en las concentraciones deseadas descritas anteriormente y a una temperatura de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 50 °C en una realización; y de aproximadamente 15 °C a aproximadamente 25 °C en otra realización. El orden de mezcla de los componentes no es crítico y se pueden mezclar dos o más componentes entre sí, seguido de la adición de los componentes restantes. Los componentes de formulación pueden mezclarse entre sí mediante cualquier proceso y equipo de mezclado conocidos.

En otra realización, el proceso para preparar la composición o formulación de la presente invención incluye mezclar, unir o combinar (a) al menos una dispersión estabilizada aniónica de polímeros acrílicos con los componentes opcionales adicionales tales como pigmentos, extensores, dispersantes, modificadores de la reología pueden mezclarse previamente en una formulación a la que se puede añadir el (b) al menos un copolímero de poliaminosiloxano que contiene grupos estabilizadores estéricos a los componentes de la formulación y puede mezclarse entre sí mediante cualquier proceso y equipo de mezclado conocidos.

La composición de la presente invención producida por el procedimiento de la presente invención tiene varias propiedades y beneficios ventajosos en comparación con las formulaciones conocidas. Por ejemplo, algunas de las propiedades/beneficios mostrados por la presente composición de la invención pueden incluir, por ejemplo, estabilidad aumentada, endurecimiento rápido, ausencia de floculación, pH bajo, bajo requisito de una base, poco olor y alto contenido de sólidos.

Por ejemplo, la viscosidad de la composición de la presente invención puede estar generalmente en el intervalo de 1 milipascascales-segundos (mPa-s) a 5000 mPa-s en una realización; de 5 mPa-s a 4000 mPa-s en otra realización; y de 50 mPa-s a 3000 mPa-s en aún otra realización. La viscosidad de la composición se puede medir mediante cualquiera de los métodos de medición de viscosidad convencionales conocidos en la técnica.

En general, la “estabilidad del producto” es un requisito para la aplicación exitosa del producto a un sustrato. Un producto que no tiene estabilidad puede ser demasiado grueso para aplicar mediante cualquiera de los diversos métodos de aplicación convencionales que pueden utilizarse en una aplicación particular. Además, un producto que no tiene estabilidad puede contener aglomeraciones que pueden conducir a defectos visuales y/o mecánicos dentro del producto aplicado final. Los expertos en la técnica reconocerán que la estabilidad requerida para una composición de endurecimiento rápido puede variar en gran medida dependiendo del tipo de formulación, el uso previsto, así como el método de aplicación. Por ejemplo, la aplicación del producto con un pulverizador puede requerir que la formulación mantenga la viscosidad y el flujo para la bombeabilidad; y estar libre de grano o aglomeración que podrían obstruir boquillas de pulverizador. Las aplicaciones de pulverización pueden aplicarse rápidamente y pueden diseñarse con un tiempo de residencia mínimo entre el acelerante de endurecimiento y el recubrimiento. La estabilidad de una composición se puede medir (1) al combinar el acelerante de endurecimiento y el producto mediante un método de mezclado, (2) después del mezclado, permitiendo el tiempo para la composición se equilibre y desespume, y (3) probando luego el producto en cuanto a grano y floculación. Se puede usar un instrumento de calibre de molienda convencional para verificar la estabilidad de la mezcla combinada y equilibrada a medida que tales calibres se usan típicamente para indicar la finura de la molienda o para detectar la presencia de partículas gruesas o aglomerados. La floculación, la coagulación o el grano se forman habitualmente inmediatamente tras el mezclado y un tiempo de equilibrado de 5 minutos es suficiente antes de analizar la finura de la mezcla usando un calibrador de partículas de la molienda tal como un medidor de finura de molido NPIRI y usando un método de ensayo, por ejemplo, como se

describe en ASTM D-1316. Una mezcla estable no debe aumentar de >5 micrómetros (μm) de tamaño con respecto a la formulación sin aminosiloxano.

La estabilidad de la composición de la presente invención puede estar generalmente en el intervalo de una diferencia de finura de NPIRI de 0 a 2 en una realización; de 0 a 1 en otra realización; y 0 (sin cambio en la finura) en aún otra realización.

Los productos convencionales, de endurecimiento no rápido, a base de agua que utilizan dispersiones de polímeros aniónicos, tales como emulsiones acrílicas, coalescen a través de las interacciones partícula-partícula y/o partículas-carga para construir las propiedades mecánicas del producto final. Las propiedades se obtienen después de que se haya producido suficiente evaporación de agua para concentrar y desestabilizar la dispersión que colapsa las partículas de polímero.

“Endurecimiento rápido”, con referencia a un producto, es la capacidad del producto para lograr resistencia a defectos mecánicos y/o resistencia al lavado con agua antes de que ocurra de otro modo si el producto debiera endurecerse por evaporación de agua. La capacidad de reducir este tiempo de endurecimiento es valiosa para los formuladores y aplicadores. Por ejemplo, un endurecimiento más rápido permite el uso de productos basados en agua en condiciones más frías y/o más húmedas que permite la aplicación en estaciones con clima menos favorable o la aplicación si se espera lluvia. El endurecimiento rápido también puede reducir el tiempo para lograr la resistencia a los defectos mecánicos. Tal rendimiento es valioso para los formuladores y aplicadores porque tales productos de endurecimiento rápido: (1) pueden desarrollar más rápidamente resistencia a deterioros superficiales de suciedad o residuos que podrían encontrarse, por ejemplo, durante la aplicación exterior del producto; (2) pueden proporcionar una resistencia precoz al bloqueo o de apilamiento; y/o

(3) pueden recubrirse con revestimientos finales adicionales antes.

Los expertos en la técnica reconocerán que el tiempo de endurecimiento para los productos puede variar mucho, y muchos factores tales como temperatura, humedad, concentración de volumen de pigmento de formulación, sólidos del producto, grosor del producto o las condiciones del sustrato tendrán un impacto en el tiempo de endurecimiento de productos. Por ejemplo, es deseable que las composiciones utilizadas para las señalizaciones de tráfico o pavimento tengan tiempos de endurecimiento más cortos para permitir una interrupción mínima del tráfico. Otros productos pueden necesitar un mayor grado de trabajabilidad después de las aplicaciones iniciales. Por ejemplo, los sistemas de acabado exterior desean aproximadamente 1 hora para permitir el fratasado o el reacabado antes del endurecimiento. Por lo tanto, el endurecimiento rápido es un tiempo comparativo entre formulaciones comparables con y sin el acelerador de endurecimiento; es decir, el tiempo requerido para que un producto se endurezca por un método particular y logre resistencia a defectos mecánicos y/o resistencia al lavado con agua en comparación con el tiempo requerido para que un producto se endurezca por evaporación de agua y logre una resistencia similar a los defectos mecánicos y/o resistencia al lavado con agua.

Los expertos en la técnica reconocerán también que el endurecimiento rápido puede medirse mediante pruebas de lavado con agua de resultados satisfactorios/no satisfactorios comparativa, tales como las pruebas descritas en la patente estadounidense n.º 7.897.669B2 o la patente estadounidense n.º 4.571.415A. Alternativamente, se pueden emplear instrumentos más cuantitativos, tales como un dispositivo de grabación de tiempo de secado mecánico de línea recta o circular para medir el tiempo de endurecimiento. El endurecimiento rápido de la composición de la presente invención se puede medir usando dicho dispositivo de grabación mediante el método descrito en ASTM D- 5895-13. La prueba determina las diversas etapas de secado extrayendo un lápiz óptico de bolas de teflón a través de una composición mientras que la composición es seca. La prueba se completa en el “tiempo de secado” cuando el lápiz óptico se eleva de un recubrimiento (formado por la composición) sin rasgar o estampar en la superficie del recubrimiento. Cuando se mide el tiempo de endurecimiento con un dispositivo de grabación de tiempo de secado mecánico circular, el tiempo de endurecimiento se indica como “etapa D”.

Generalmente, la propiedad “de endurecimiento rápido” de la composición de la presente invención puede definirse en el presente documento como una reducción del “tiempo de secado” relativo de la composición en una base porcentual relativa. Basándose en una reducción del 100 % del tiempo de secado relativo con el secado instantáneo, la reducción del tiempo de secado relativo, en una realización, puede ser superior al 25 %; más del 35 % en otra realización; y más del 40 % en aún otra realización. En otra realización, la reducción del tiempo de secado relativo puede ser inferior al 90 %. Otras realizaciones de la reducción del tiempo de secado relativo pueden incluir intervalos de, por ejemplo, del 25 % al 90 %, del 35 % al 90 %, y del 40 % al 90 %.

El pH de la composición de la presente invención puede estar generalmente en el intervalo de 7 a 10,5 en una realización; de 7,2 a 10 en otra realización, y de 8 a 9,5 en aún otra realización. El pH de la composición se puede medir mediante el método descrito en ASTM E70. En general, no se debe requerir una base para ajustar el pH de la composición y, si se usa una base, la cantidad de base usada debe minimizarse. Si se usa una base para ajustar el pH de la composición, la cantidad de base usada puede estar generalmente en cantidad suficiente para proporcionar un pH de composición en el intervalo de 7 a 10,5 en una realización; de 7,2 a 10 en otra realización, y de 8 a 9,5 en aún otra realización. Si se usa una base para ajustar el pH de la composición, la cantidad de base

puede ser, por ejemplo, del 0 % en peso al 2 % en peso en una realización; del 0,01 % en peso al 1,0 % en peso en otra realización, y del 0,01 % en peso al 0,5 % en peso en aún otra realización.

El contenido de sólidos de la formulación de la presente invención puede depender de la función de la aplicación deseada en la que se usará la formulación de la presente invención. Por ejemplo, para un uso final de revestimiento de barniz transparente, el barniz puede incluir sólidos muy bajos y puede contener pocos, si los hay, extensores. Para otras aplicaciones, tales como para un sellador o un acabado exterior que típicamente contienen extensores y cargas, puede usarse un alto contenido de sólidos para maximizar la construcción tras la aplicación, así como minimizar el tiempo de secado y la contracción tras el secado. Como una ilustración de la presente invención, y no se limita por ello, el contenido de sólidos de la composición de la presente invención puede estar generalmente en el intervalo del 20 % al 80 % en una realización; del 30 % al 75 % en otra realización; y del 35 % al 70 % en aún otra realización. Generalmente, el contenido de sólidos se define como el porcentaje en peso de contenido volátil de la composición. El contenido de sólidos se puede medir, por ejemplo, mediante diversas pruebas, tales como la prueba descrita en ASTM D 2369-10 (2015).

En otra realización, el olor de la composición de la presente invención se minimiza deseablemente y se mantiene lo más bajo posible. Los expertos en la materia saben que el olor está directamente correlacionado con la concentración de base volátil presente en una formulación y el pH de la formulación. Cuanto mayor sea el pH de una formulación, más fuerte será el olor que tenga una formulación comparado con una formulación que tiene un pH más bajo con una concentración de base volátil equivalente.

La presente invención puede contrastarse frente a aminosilanos o aminosiloxanos conocidos en la técnica que se usan como acelerantes de endurecimiento y que no tienen un grupo poliéter glicol para mejorar la estabilidad y aumentar la latitud de la formulación. Por "latitud de formulación aumentada" en la presente memoria significa una formulación que contiene la composición de aminosiloxano de la presente invención que tiene menos limitaciones para lograr una mezcla de endurecimiento rápido y estable de manera que la mezcla mantenga su capacidad para aplicarse a un sustrato. Por ejemplo, el intervalo de pH de uso de la formulación de la presente invención es menor que otros aminosilanos/siloxanos conocidos y la viscosidad de la formulación de la presente invención no necesita ser alta (por ejemplo, >15 MPa [15.000 cps]). Por ejemplo, se conoce en la técnica añadir un silano o siloxano aminofuncional tal como aminopropil trimetoxisilano (por ejemplo, Silquest™ A-1110 disponible de la emoreasa Momentive) o un producto de condensación de tal silano a una formulación de manera que la floculación activada por el pH se induce tras la aplicación. Los materiales de aminosilano conocidos también se usan para proporcionar adhesión como parte de una mezcla de poliamina para la aceleración del endurecimiento; y para lograr un endurecimiento acelerado. Típicamente, los materiales de aminosilano conocidos se usan en una formulación a una concentración requerida del 0,5 % en peso al 2,0 % en peso basado en el peso de los sólidos de polímero de la formulación. Sin embargo, la adición de una concentración suficiente de aminosilano para lograr el endurecimiento también requiere un exceso significativo de neutralizador de pH para evitar que la formulación se coagule.

También se ha descubierto, por ejemplo, que cuando se usa un producto de condensación por hidrólisis de aminopropil trimetoxisilano en una formulación, se debe añadir amoníaco (o una mezcla de base no volátil de amoníaco alcalino) a la formulación para proporcionar un pH de $\geq 11,0$ con el fin de evitar que la formulación se coagule de manera que la formulación tenga una consistencia que varíe del grano a la gelificación. La cantidad de solución de base que debe añadirse a la formulación para lograr un pH de $\geq 11,0$ puede exceder el 10 % del peso total de la formulación. Esta cantidad de base en la formulación reduce indeseablemente el contenido de sólidos de la formulación. Además, si se usa una base volátil en la formulación, la base volátil puede impartir una contribución muy fuerte al olor de la formulación.

Usando la composición de la presente invención, se ha encontrado sorprendentemente que las composiciones de aminosiloxano, que presentan estabilización estérica impartida por una funcionalidad de poliéter glicol, reducen el pH requerido para lograr una mezcla estable con una dispersión o productos aniónicos formulados con una dispersión aniónica. Además, se ha encontrado inesperadamente que la funcionalidad de poliéter glicol de la composición que incluye acelerantes de endurecimiento de aminosiloxano proporciona ventajosamente un endurecimiento rápido con un pH, olor y contenido de sólidos más deseables. Por ejemplo, una composición que tiene un contenido de sólidos más alto no necesita diluirse a un nivel inaceptable. La composición también tiene ventajosamente un menor olor a amina/amoníaco. Y la composición con un pH menor es ventajosa porque la composición puede ser menos cáustica. Además, incluir más silano funcional poliéter glicol en la composición de aminosiloxano facilita una adición estable de la composición a recubrimientos a un pH de tan solo 7.

En una realización preferida, por ejemplo, copolímeros de aminosiloxano que incluyen aproximadamente el 3 % en moles de silano etoxilado, 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano, estabiliza la composición contra el grano y la gelificación cuando la composición de recubrimiento de la dispersión o formulación estabilizada aniómicamente acrílica está a un pH de aproximadamente 9,5 (frente a 11,0 con el aminosilano o aminosiloxano sin silano etoxilado en el copolímero; esto es la diferencia entre la adición del 1 % de amoníaco o el 10 % de amoníaco a una composición de recubrimiento). En otra realización, una composición que incluye aproximadamente el 7 % en moles del silano etoxilado en el aminosiloxano proporciona una formulación con un pH de aproximadamente 9,0; y una composición que incluye aproximadamente el 10 % en moles del silano etoxilado proporciona una formulación con

un pH de aproximadamente 7 en aún otra realización. Los copolímeros de aminosiloxano que contienen el 10 % en moles de silano etoxilado pueden lograr un endurecimiento rápido en dispersiones o formulaciones que están libres de amoníaco u otra base volátil. Por lo tanto, las formulaciones de la presente invención logran el endurecimiento sin una volatilización de la base activada por el pH. Por otro lado, una composición que incluye aproximadamente el 18 % en moles del silano etoxilado proporciona a la composición un rendimiento de estabilidad suficiente, pero se niega cualquier efecto de endurecimiento rápido (es decir, el tiempo de endurecimiento es igual a un control).

Sin estar limitado por ninguna teoría particular, se cree que los aditivos de aminosiloxano estabilizados estéricamente intercambian la estabilidad de las partículas aniónicas electrostáticas durante una estabilización estérica más débil que se colapsa antes de lo que se produciría de otro modo a medida que las partículas se empaquetan más densamente en un proceso de secado.

La composición de la presente invención puede usarse en una amplia variedad de aplicaciones que incluyen, por ejemplo, dispersiones, recubrimientos, selladores y acabados de mampostería. Por ejemplo, los recubrimientos pueden ser recubrimientos exteriores tales como recubrimientos de techo, señalizaciones de tráfico a base de agua, sistemas de acabado exterior, evaporación de líquido aplicado, y selladores.

En una realización preferida, la composición de la presente invención puede usarse, por ejemplo, como una composición de recubrimiento para formar un recubrimiento sobre un sustrato. El sustrato útil en la presente invención puede incluir, por ejemplo, metales tales como aluminio, cobre, acero, cinc, estaño y mezclas de los mismos. El sustrato también puede incluir materiales de construcción y mampostería, por ejemplo, madera, ladrillo, hormigón, cartón de yeso, pizarra, mármol, granito, piedra moldeada, bloque de vidrio, y mezclas de los mismos. El sustrato también puede incluir materiales de techo tales como asfalto, betún modificado, siliconas, caucho de monómero de etileno propileno dieno, poliolefina termoplástica y combinaciones de los mismos. El sustrato también puede incluir materiales de carretera y de calzada tales como asfalto, hormigón, grava, guijarro, adoquines tales como ladrillo y bloque fundido, césped y combinaciones de los mismos. El sustrato también puede incluir artículos recubiertos con recubrimientos orgánicos o de silicona.

La composición de revestimiento se puede producir mezclando los componentes en una primera etapa. La mezcla se homogeneiza mezclando mediante cualquiera de los métodos conocidos para un experto en la técnica y se puede hacer a una temperatura y consistencia de producto apropiadas para las aplicaciones del producto. A continuación, el recubrimiento se puede aplicar como una segunda etapa utilizando métodos tales como pulverización, cepillado, laminación, fratasado, inmersión y con escobilla de goma. Después de la segunda etapa de aplicación, el recubrimiento se puede secar; y la etapa de secado a menudo se puede producir en condiciones ambientales que varían, por ejemplo, de 5 °C a 45 °C. Alternativamente, la etapa de secado puede realizarse en una configuración aplicada en fábrica donde el artículo puede hornearse a temperaturas elevadas de 30 °C a 95 °C.

El espesor del recubrimiento usado puede depender de la función de la composición de revestimiento en las diversas aplicaciones. Por ejemplo, en una realización, se puede producir un recubrimiento que tenga un espesor de 25 micrómetros (μm) a 13 milímetros (mm) para aplicaciones de recubrimiento. En otra realización, se puede producir un acabado de mampostería que tenga un grosor de, por ejemplo, de 50 μm a 26 mm para aplicaciones de mampostería. En aún otra realización, se puede producir un sellador que tenga un espesor de, por ejemplo, de 0,5 mm a 1 centímetro (cm) para aplicaciones de sellador.

El recubrimiento fabricado por el proceso descrito anteriormente tiene varias propiedades beneficiosas que incluyen, por ejemplo, los siguientes beneficios: una resistencia más rápida al lavado con agua, un menor tiempo a la resistencia contra deterioros superficiales, un menor tiempo para volver a recubrir, una ventana de aplicación más larga con respecto a condiciones de secado deficientes tales como a una temperatura baja (por ejemplo, 5 °C) o a una humedad relativa alta (por ejemplo, el 85 %).

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar adicionalmente la presente invención en detalle, pero no deben interpretarse como limitantes del alcance de las reivindicaciones. Salvo que se indique lo contrario, todas las partes y porcentajes son en peso.

Varios materiales utilizados en los ejemplos se explican en la tabla II de la siguiente manera:

Tabla II - Materias primas

Componente	Descripción	Proveedor
Bruggolite™ FF6 M	Agente reductor: una sal de sodio de un derivado de ácido sulfínico orgánico.	Brugemann, KG
DEE FO™ 1015	Un desespumante de destilados de petróleo, parafínico pesado	Munzing Group

	desparafinado con disolvente CAS#64742-65-0 > 50 %.	
Disponil™ FES-99312	Un tensioactivo aniónico, 12 EO de sulfato de éter de alcohol graso.	BASF Corporation
Dow Corning IE-6683 Emulsion	Una emulsión basada en silano-silano no iónico activo al 40 %.	Dow Corning
Michem® Emulsion 62330	Una coemulsión de parafina/polietileno aniónico con el 30 % de sólidos.	Michelman, Inc.
SNO WHITE™ 12	Un carbonato de calcio de tamaño de partícula de 12 micrómetros.	Omya Group
TAMOL™ 851 dispersant	Un dispersante de pigmento poliácido que es el 30 % de sólidos en agua y está libre de amoníaco y formaldehído.	Rohm and Haas Company
Ti-Pure™ R-960;	Pigmento de dióxido de titanio de rutilo de tamaño de partícula promedio, µm 0,50.	The Chemours Company, TT, LLC
UCAR™ Filmer IBT;	2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol monoisobutirato.	Union Carbide
WALOCEL™ MT 30000 PV;	Una hidroxietilmetilcelulosa de alto peso molecular.	The Dow Chemical Company
Witcobond™ 418-49	Una dispersión de poliuretano de poliéster del 60 % sólido, acuosa alifática con estabilización aniónica.	Chemtura Corporation

Métodos de prueba

Endurecimiento usando la medición de registrador de tiempo de secado

5 El endurecimiento de una muestra de dispersión o recubrimiento se prueba según ASTM D- 5895-13 (2013) y la prueba se lleva a cabo usando un registrador de tiempo de secado de Gardner Instruments DG 9300. Generalmente, las etapas del procedimiento para analizar el endurecimiento de la dispersión o recubrimiento son las siguientes: Se proporciona un panel de prueba del gráfico de prueba de restregado Leneta P 121-10N. Se aplica una película de la muestra al panel de ensayo utilizando un aplicador de película húmeda de 15,2 centímetros BYK 20 MIL. El registrador de tiempo de secado anterior se coloca entonces sobre el panel de ensayo de manera que el radio del lápiz óptico utilizado en el registrador esté centrado dentro de la película de la muestra a analizar; y, posteriormente, se inicia la prueba. El tiempo de endurecimiento medido de la muestra de película se registra como el intervalo de tiempo desde cuando el lápiz óptico se eleva de la muestra de película y se desplaza sobre la superficie de la muestra de película y no desgarrar o estampa la superficie de la muestra.

Medición de aglomeraciones

20 La inestabilidad (es decir, la producción de floculación) debido a la adición de los aminosiloxano se prueba según ASTM D 1316-06 (2011) midiendo la finura de la dispersión o el recubrimiento usando un medidor de finura de molido G-2 NPIRI. "NPIRI" son las siglas en inglés para "National Printing Inks Research Institute" (Instituto Nacional de Investigación de Tintas de Impresión). Una puntuación más baja del valor NPIRI indica un mayor grado de finura. En ejemplos comparativos, un aumento en el valor NPIRI indica sustancialmente la formación de un gel (es decir, la composición es inestable) resultante de la floculación no deseada.

25 La inestabilidad de la muestra de dispersión o recubrimiento se prueba utilizando el siguiente procedimiento general: Una muestra de composición libre de burbujas se coloca en el extremo profundo de un canal del medidor de finura de molido de manera que el nivel de la muestra sobrepase el canal ligeramente. A continuación, un raspador se introduce en paralelo al canal (o ranura). A continuación, la superficie del patrón de medidor de finura de molido se observa visualmente de inmediato. El punto final de la prueba se registra como la ubicación donde las rayaduras en las muestras de película son >10 milímetros (mm) de longitud.

30 La inestabilidad también puede ser evidente sin la necesidad de probar por un medidor de finura de molido de calibre de finura. Si una muestra donde la adición de aminosiloxano a la composición da como resultado aglomeraciones visualmente aparentes de grano o de tamaño más grande, o si la adición de aminosiloxano coagula la muestra.

Procedimientos generales para producir dispersiones

40 Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DA

45 Se prepara una dispersión aniónica de un pH 7 libre de amoníaco de dispersión de polímero acrílico estabilizado aniónicamente (denominada en el presente documento "polímero acrílico DA") mediante polimerización en emulsión en un matraz de reacción de fondo redondo de un litro y cuatro bocas equipado con un condensador, un agitador mecánico, un termopar, una línea de alimentación de monómero y una entrada de nitrógeno.

También se prepara una emulsión de monómero en un segundo recipiente separado del matraz de reacción mezclando 75,0 gramos (g) de agua desionizada y 13,0 g de una solución al 23,0 % de dodecibencenosulfonato de sodio en agua seguido de la adición de 148,5 g de acrilato de butilo, seguido de 148,5 g de metacrilato de metilo y 3,0 g de ácido metacrílico.

Al matraz de reacción se añaden 155,0 g de agua desionizada y el matraz se calienta a 83 °C en un barrido de nitrógeno mientras se agita el contenido en el matraz. A continuación, se añadieron los siguientes componentes al matraz: 0,68 g de una solución al 23,0 % de dodecibencenosulfonato de sodio en agua; una solución que contiene 0,09 g de carbonato de sodio disuelto en 10,0 g de agua desionizada; y una solución que contiene 1,5 g de persulfato de sodio disuelto en 10,0 g de agua desionizada. La emulsión de monómero se alimentó al matraz de reacción a una velocidad de 6,5 gramos por minuto (g/min) y la temperatura del matraz se mantiene a 83 °C durante la alimentación de emulsión de monómero.

Después de completar la adición de emulsión de monómero, la temperatura del matraz de reacción se mantuvo a 83 °C durante 10 min. El matraz de reacción se enfrió a continuación a 70 °C y se añadieron 0,5 g de solución de sulfato ferroso al 0,15 % en peso al matraz. Capturar monómeros residuales mediante la adición de 0,14 g de una solución al 70 % de hidroperóxido de terc-butilo en agua disuelto en 6,3 g de agua desionizada seguido de una solución de 0,22 g de agente reductor (Bruggolite™ FF6 M; Bruggolite es una marca registrada de Bruggemann, kG) en 6,3 g de agua desionizada. Enfriar el matraz de reacción a 35 °C y añadir 0,42 g de hidróxido de potasio disuelto en 8,1 g de agua desionizada. Enfriar la dispersión resultante a temperatura ambiente (aproximadamente 22 °C) y filtrar la dispersión enfriada resultante a través de una retícula de acero inoxidable de malla 325.

La dispersión resultante contiene un contenido de sólidos del 51,1 % en peso y partículas con un tamaño de partícula promedio de 152 nm. La dispersión tiene una Tg de 13 °C y un pH de 7,2. Y la dispersión no contiene base volátil. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 49,5 % en peso de acrilato de butilo, el 49,5 % en peso de metacrilato de metilo y el 1,0 % en peso de ácido metacrílico. La dispersión contiene el 0,51 % en peso de dodecibencenosulfonato de sodio.

Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DB

Una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente que contiene amoníaco que tiene un pH de 9 (denominado en el presente documento "polímero acrílico DB") se prepara según el procedimiento utilizado para preparar polímero acrílico DA anterior, excepto en que el persulfato de sodio se reemplaza por 1,5 g de persulfato de amonio, hidróxido de potasio y el agua de dilución se reemplaza por 2,3 g de solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua.

La dispersión resultante tiene un contenido de sólidos del 51,3 % en peso, un tamaño de partícula promedio de 154 nm, una Tg de 15 °C, un pH de 9,0, y contiene el 0,11 % de base volátil basado en el peso total de la dispersión. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 49,5 % en peso de acrilato de butilo, el 49,5 % en peso de metacrilato de metilo y el 1,0 % en peso de ácido metacrílico. La dispersión contiene el 0,51 % en peso de dodecibencenosulfonato de sodio.

Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DC

Una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente que contiene amoníaco que tiene un pH de 9 y donde el polímero no contiene monómeros ácidos (en el presente documento designado como "polímero acrílico DC") se prepara según el procedimiento utilizado para preparar el polímero acrílico DB anterior, excepto en que todo el monómero de ácido metacrílico se reemplaza con 3,0 g de metacrilato de metilo, la cantidad de dodecibencenosulfonato de sodio en la emulsión de monómero se reduce a 2,0 g, y el amoníaco añadido a la composición es de 1,1 g en total.

La dispersión resultante tiene un contenido de sólidos del 52,0 % en peso, un tamaño de partícula promedio de 175 nm, una Tg de 11 °C, un pH de 9,0, y contiene el 0,06 % de base volátil basado en el peso total de la dispersión. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 49,5 % en peso de acrilato de butilo y el 50,5 % en peso de metacrilato de metilo. La dispersión contiene el 0,11 % en peso de dodecibencenosulfonato de sodio.

Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DD

Una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente que contiene amoníaco que tiene un pH de 9 donde, en relación con el polímero acrílico DA, el tamaño de partícula aumenta y la temperatura de transición vítrea disminuye (en el presente documento se designa como "polímero acrílico DD") se prepara según el procedimiento utilizado para preparar el polímero acrílico DB anterior con los siguientes cambios: no se añade dodecibencenosulfonato sódico al reactor; se añaden 58,0 g de semilla de polímero acrílico de polímero acrílico DB al reactor después de la adición de persulfato de amonio, y la composición de la emulsión monomérica se cambia a: 75,0 g de agua desionizada, 1,5 g de una solución al 23,0 % de dodecibencenosulfonato de sodio en

agua, 249,0 g de acrilato de butilo, 46,5 g de metacrilato de metilo y 4,5 g de ácido metacrílico. El amoníaco añadido al polímero acrílico DD se aumenta a 2,7 g de una solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua.

La dispersión resultante tiene un contenido de sólidos del 53,0 % en peso, un tamaño de partícula promedio de 332 nm, una Tg de -32 °C, un pH de 9,0, y contiene el 0,14 % de base volátil basado en el peso total de la dispersión. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 83,0 % en peso de acrilato de butilo, el 15,5 % en peso de metacrilato de metilo y el 1,5 % en peso de ácido metacrílico. La dispersión contiene el 0,10 % en peso de dodecibencenosulfonato de sodio.

Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DE

Se prepara una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente que contiene amoníaco que tiene un pH de 9 que contiene tensioactivo de éter sulfato de alcohol graso (denominado en el presente documento "polímero acrílico DE") según el procedimiento utilizado para preparar el polímero acrílico DB anterior con los siguientes cambios: el dodecibencenosulfonato de sodio añadido al reactor se reemplaza con 0,1 g de una solución al 30 % de un éter sulfato de alcohol graso de 12 EO (Disponil™ FES-993; Disponil es una marca registrada de la empresa BASF corporation) en agua, la composición de la emulsión monomérica se cambia a: 75,0 g de agua desionizada, 2,1 g de una solución al 30 % de 12 EO de éter sulfato de alcohol graso en agua, 249,0 g de acrilato de butilo, 46,5 g de metacrilato de metilo y 4,5 g de ácido metacrílico. El amoníaco añadido al polímero acrílico DE se aumenta a 2,3 g de una solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua.

La dispersión resultante tiene un contenido de sólidos del 52,2 % en peso, un tamaño de partícula promedio de 262 nm, una Tg de -32 °C, un pH de 9,0, y contiene el 0,12 % de base volátil basado en el peso total de la dispersión. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 83,0 % en peso de acrilato de butilo, el 15,5 % en peso de metacrilato de metilo y el 1,5 % en peso de ácido metacrílico. La dispersión contiene el 0,11 % en peso de 12 EO de éter sulfato de alcohol graso.

Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DF

Una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente que contiene amoníaco que tiene un pH de 9, donde el polímero contiene el monómero de ácido alternativo de éster de 2-hidroxietil metacrilato de ácido fosfórico (en el presente documento, denominado "polímero acrílico DF") se prepara según el procedimiento utilizado para preparar el polímero acrílico DB anterior con los siguientes cambios: todo el ácido metacrílico se reemplaza por 0,9 g de éster de 2-hidroxietil metacrilato de ácido fosfórico y 2,1 g de metacrilato de metilo. El amoníaco añadido al polímero acrílico DF se disminuye a 0,05 g de una solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua.

La dispersión resultante tiene un contenido de sólidos del 49,8 % en peso, un tamaño de partícula promedio de 160 nm, una Tg de 13 °C, un pH de 9,1, y contiene el 0,14 % de base volátil basado en el peso total de la dispersión. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 49,5 % en peso de acrilato de butilo, el 50,2 % en peso de metacrilato de metilo y el 0,3 % en peso de éster de 2-hidroxietil metacrilato de ácido fosfórico. La dispersión contiene el 0,52 % en peso de dodecibencenosulfonato de sodio.

Procedimiento general para producir una dispersión aniónica de polímero acrílico DG

Una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniónicamente que contiene amoníaco que tiene un pH de 9, donde la temperatura de transición vítrea del polímero aumenta (en la presente memoria, denominado "polímero acrílico DG"), se prepara según el procedimiento utilizado para preparar el polímero acrílico DB anterior con los siguientes cambios: la cantidad total de metacrilato de metilo se aumenta a 177 g y la cantidad total de BA disminuye a 120 g.

La dispersión resultante tiene un contenido de sólidos del 51,2 % en peso, un tamaño de partícula promedio de 158 nm, una Tg de 33,7 °C, un pH de 9,2, y contiene el 0,10 % de base volátil basado en el peso total de la dispersión. La composición de las partículas de polímero en la dispersión es el 40,0 % en peso de acrilato de butilo, el 59,0 % en peso de metacrilato de metilo y el 1,0 % en peso de ácido metacrílico. La dispersión contiene el 0,51 % en peso de dodecibencenosulfonato de sodio.

Procedimientos generales para producir siloxanos

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SA

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SA") mediante polimerización por condensación por hidrólisis en un matraz de reacción de fondo redondo de 200 mililitros (ml) equipado con un agitador magnético. Al matraz de reacción se añaden 3,3 g de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano, 12,8 g de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano, 6,5 g de 2-[metoxi(poli(etileno)9-12propil)]trimetoxisilano y 2,0 g de dimetoxidimetilsilano. Después, el contenido del matraz se agita. Se equipa al matraz con un embudo de adición de 100 ml y se añaden 25,0 g de agua desionizada al matraz a

una velocidad de 0,5 mililitros por minuto (ml/min). Después de completar la adición de agua, la mezcla se mantiene durante una hora. Después, el matraz se transfiere a un evaporador rotatorio y la solución en el matraz se concentra a presión reducida. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 47,7 %. La composición del polímero de siloxano es del 16,5 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano, el 57,1 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano, el 9,8 % en moles de 2-[metoxi(polietilenglicol)-12propil]trimetoxisilano y el 16,5 % de dimetoxidimetilsilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SB

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SB") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que se añaden 0,0 g de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano, 12,5 g de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano y 10,5 g de 2-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano y 10,5 g de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano al matraz. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 47,2 %. La composición del polímero de siloxano es del 63,3 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano, el 18,0 % en moles de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano y el 18,7 % en moles de dimetoxidimetilsilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SC

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SC") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que no se añaden 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano y dimetoxidimetilsilano al matraz. En su lugar, se añaden 22,5 g de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano y 5,0 g de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano al matraz. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 49,3 %. La composición del polímero de siloxano es del 93,0 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano y el 7,0 % en moles de 2-[metoxi(polietilenglicol)9-12propil]trimetoxisilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SD

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SD") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que se usan 25,0 g de aminopropiltriethoxisilano en lugar de todos los demás monómeros de silano. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 49,8 %. La composición del polímero de siloxano es del 100 % en moles de aminopropiltriethoxisilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SE

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SE") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que se reemplazan todos los monómeros de silano con 27,5 g de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano y 27,5 g de aminopropiltriethoxisilano y 50,0 g de agua. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 44,0 %. La composición del polímero de siloxano es del 49,9 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano y el 50,1 % en moles de aminopropiltriethoxisilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SF

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SF") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que se usan 25,0 g de aminopropildimetoximetilsilano en lugar de todos los demás monómeros de silano. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 43,7 %. La composición del polímero de siloxano es del 100 % en moles de aminopropildimetoximetilsilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SG

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SG") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que no se añade 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano y en su lugar se añaden 22,5 g de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano, 2,3 g de dimetoxidimetilsilano y 5,0 g de 2-[metoxi(polietilenglicol)9-12propil]trimetoxisilano. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 48,0 %. La composición del polímero de siloxano es del 82,0 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano, el 3,0 % en moles de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano y el 15,0 % en moles de dimetoxidimetilsilano.

Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SH

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SH") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que todos los monómeros se reemplazan con 39,1 g de 3-aminopropildietoxisilano y 10,1 g de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12 propil]trimetoxisilano y se añaden 50,0 g de

agua. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 43,0 %. La composición del polímero de siloxano es del 93,0 % en moles de 3-aminopropildietoximetilsilano y el 7,0 % en moles de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano.

5 Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SI

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SI") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que se añaden 33,8 g de 3-aminopropildietoximetilsilano y 21,2 g de dimetoxidimetilsilano en lugar de todos los otros monómeros de silano, y se añaden 50,0 g de agua. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 60,0 %. La composición del polímero de siloxano es del 50 % en moles de 3-aminopropildietoximetilsilano y el 50 % en moles de dimetoxidimetilsilano.

15 Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SJ

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SJ") como el ejemplo SA, excepto que se usan 25,0 g de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano en lugar de todos los demás monómeros de silano. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 48,0 %. La composición del polímero de siloxano es del 100 % en moles de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano.

20 Procedimiento general para la producción de un siloxano aminofuncional acuoso SK

Se prepara un siloxano aminofuncional acuoso (denominado en el presente documento "siloxano SK") usando el procedimiento anterior para preparar siloxano SA, excepto que todos los monómeros se reemplazan con 39,1 g de 3-aminopropildietoximetilsilano, 10,1 g de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12 propil]trimetoxisilano y 8,7 g de dimetildimetoxisilano, y se añaden 50,0 g de agua. La solución de siloxano aminofuncional resultante tiene un contenido de sólidos del 48,30 %. La composición del polímero de siloxano es del 73,0 % en moles de 3-aminopropildietoxisilano, el 5,3 % en moles de 2-[metoxi(polietilenglicol)9-12propil]trimetoxisilano y el 24,7 % de dimetildimetoxisilano.

30 Procedimientos generales para producir recubrimientos acrílicos

Procedimiento general para producir un recubrimiento acrílico CA

Se prepara un recubrimiento acrílico que no contiene amoníaco o base volátil (denominado en el presente documento "recubrimiento acrílico CA") añadiendo secuencialmente a un recipiente de 1 litro lo siguiente: 73,2 g de agua desionizada, 3,0 g de dispersante de pigmento poliácido que es el 30 % de sólidos y libre de amoníaco y formaldehído (por ejemplo, TAMOL™ 851 dispersant; TAMOL es una marca registrada de la empresa Rohm and Haas Company), 0,9 g de antiespumante (por ejemplo DEE FO™ 1015; DEE FO es una marca registrada de la empresa Munzing Group), 268,2 g de carga de carbonato de calcio molido que tiene un tamaño de partícula promedio de 12 micrómetros (por ejemplo, SNOWHITE™ 12 calcium carbonate; SNOWHITE es una marca comercial de la empresa Omya) y 45,0 g de pigmento de dióxido de titanio (por ejemplo, Ti-Pure™ R-960; Ti-Pure es una marca registrada de la empresa The Chemours Company, TT, ILC). Los componentes anteriores se mezclan entre sí durante 20 min usando una cuchilla de dispersión de dientes de sierra Cowels de 6,4 cm que funciona a 1500 revoluciones por minuto (RPM). La velocidad de mezclado se reduce a continuación a 350 RPM. Al recipiente se añaden 303,2 g de polímero acrílico DA y 3,6 g de coalescente (por ejemplo 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol monoisobutirato, UCAR™ Filmer IBT; UCAR™ es una marca registrada de la empresa The Dow Chemical Company). En un recipiente separado, se prepara una premezcla de modificador de reología combinando 8,4 g de propilenglicol con 1,1 g de ácido hidroxietil metil celulosa de alto peso molecular CAS n.º 9032-42-2 (por ejemplo WALOCEL™ MT 30000 PV; WALOCEL es una marca registrada de la empresa The Dow Chemical Company). La premezcla de modificador de reología se añade a continuación al recipiente y el contenido del recipiente se mezcla a 350 RPM durante 10 min. La formulación resultante tiene un contenido de sólidos del 65,7 % en peso y un pH de 7,9. La formulación está libre de amoníaco y aminas volátiles.

55 Procedimiento general para producir un recubrimiento acrílico CB

Se prepara un recubrimiento acrílico que tiene un pH más alto que el recubrimiento acrílico CA preparado como se ha descrito anteriormente y que contiene amoníaco (en el presente documento denominado "recubrimiento acrílico CB") según el procedimiento anterior usado para preparar recubrimiento acrílico CA, excepto que se añaden 70,8 g de agua desionizada a la formulación y la dispersión se reemplaza con 305,6 g de dispersión aniónica de polímero acrílico DB. La formulación resultante tiene un contenido de sólidos del 65,7 % en peso y un pH de 9,0. La formulación contiene amoníaco al 0,05 % basado en el peso total del recubrimiento.

Procedimiento general para producir un recubrimiento acrílico CC

65 Un recubrimiento acrílico que tiene un pH más alto que el recubrimiento acrílico CA, contiene amoníaco, tiene una dispersión polimérica con partículas de un tamaño de partícula más grande, y tiene una temperatura de transición

vítrea más baja (denominado en el presente documento “recubrimiento acrílico CC”) se prepara de acuerdo con el procedimiento anterior usado para preparar recubrimiento acrílico CA, excepto que se añaden 80,6 g de agua desionizada a la formulación y la dispersión del ej. de prep. 1 se reemplaza con 295,8 g de dispersión aniónica de polímero acrílico DD que se añade a la formulación. La formulación resultante tiene un contenido de sólidos del 65,7 % en peso y un pH de 9,0. La formulación contiene amoníaco al 0,06 % basado en el peso total del recubrimiento.

Ejemplos inventivos

Ejemplo inventivo 1

En este ejemplo inventivo (ej. inv.) 1, una composición de la presente invención se prepara usando un aglutinante de pH neutro que no contiene amoníaco o base volátil. No se usan pigmentos, cargas u otros ingredientes de formulación de recubrimiento para preparar la composición en este ej. inv. 1. La composición del ej. inv. 1 se prepara añadiendo 50 g de dispersión de polímero acrílico DA a un recipiente de 100 ml. A continuación, usando una pipeta, se añaden 1,09 g de siloxano SA aminofuncional acuoso al recipiente. El siloxano (siloxano SA) se homogeneiza en la dispersión (polímero acrílico DA) usando un depresor lingual de 15,2 cm mezclando los ingredientes en el recipiente durante aproximadamente 30 segundos (s). El depresor lingual se retira y la mezcla se desespuma permitiendo que el recipiente descansa durante aproximadamente 5 min. El ej. inv. 1 contiene el 2,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 1 tiene un tiempo de endurecimiento de 113 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo inventivo 2

En este ej. inv. 2, una composición de la presente invención se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto en que la cantidad de siloxano SA del ej. inv. 1 se aumenta hasta un total de 2,15 g para acelerar aún más el tiempo de endurecimiento. El ej. inv. 2 contiene el 4,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 2 tiene un tiempo de endurecimiento de 43 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo inventivo 3

En este ej. 3, una composición de la presente invención se prepara usando un recubrimiento de pH neutro que no contiene amoníaco o base volátil. El ej. inv. 3 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 añadiendo 50 g de recubrimiento acrílico CA a un recipiente de 100 ml. A continuación, usando una pipeta, se añaden 0,42 g de siloxano SA aminofuncional acuoso al recipiente. El siloxano se homogeneiza en la dispersión usando un depresor lingual de 15,2 cm mezclando el contenido del recipiente durante aproximadamente 30 segundos. El depresor lingual se retira y la mezcla se desespuma permitiendo que el recipiente descansa durante aproximadamente 5 min. El ej. inv. 3 contiene el 1,8 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 3 tiene un tiempo de endurecimiento de 89 min y un valor NPIRI de <7.

Ejemplo inventivo 4

En este ej. inv. 4, una composición de la presente invención se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3, excepto que la cantidad de siloxano SA aminofuncional acuoso aumenta a un total de 0,66 g para acelerar aún más el tiempo de endurecimiento. El ej. inv. 4 contiene el 2,9 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 4 tiene un tiempo de endurecimiento de 72 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 5

En este ej. 5, una composición de la presente invención se prepara usando un recubrimiento de pH 9 que contiene una base volátil. El siloxano aminofuncional acuoso en este ej. inv. 5 requiere menos monómero estéricamente estabilizador con un aumento en el pH. El ej. inv. 5 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CB y el siloxano SA se reemplaza con 0,25 g de siloxano SC. El ej. inv. 5 contiene el 1,1 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 5 tiene un tiempo de endurecimiento de 51 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 60

En este ej. 6, una composición de la presente invención se prepara en una formulación de recubrimiento que contiene una dispersión con un polímero acrílico de transición vítrea inferior y que contiene partículas más grandes. El ej. inv. 6 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y 0,16 g de siloxano SA se añade a la formulación. El ej. inv. 6 contiene el 0,7 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 6 tiene un tiempo de endurecimiento de 128 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 7

En este ej. 7, una composición de la presente invención se prepara en una formulación de recubrimiento con amoníaco donde el aminosiloxano contiene un bajo % en moles de silano etoxilado. El ej. inv. 7 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CB y 0,25 g de una solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua se mezcla en el recubrimiento acrílico CB para aumentar el pH a 9,7 antes de la adición del aminosiloxano. Y el siloxano SA se reemplaza con 0,22 g de siloxano SG. El ej. inv. 7 contiene el 1,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 7 tiene un tiempo de endurecimiento de 39 min y un valor NPIRI de 7. La formulación contiene amoníaco al 0,19 % basado en el peso total del recubrimiento.

Ejemplo inventivo 8

En este ej. 8, una composición de la presente invención se prepara en una dispersión que contiene un tensioactivo sulfato de éter de alcohol graso. El ej. inv. 8 se prepara de acuerdo con el procedimiento usado para preparar el ej. inv. 1 excepto que el polímero acrílico DA se reemplaza con recubrimiento acrílico DE y 0,21 g de siloxano SA se añade a la formulación. El ej. inv. 8 contiene el 0,4 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 8 tiene un tiempo de endurecimiento de 174 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo inventivo 9

En este ej. 9, una composición de la presente invención se prepara usando el grupo amino primario aminopropilo en el monómero de silano. El ej. inv. 9 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y el aminosilano se reemplaza con 0,13 g de siloxano SH que se añade a la formulación. El ej. inv. 9 contiene el 0,6 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 9 tiene un tiempo de endurecimiento de 95 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 10

En este ej. 10, una composición de la presente invención se prepara de acuerdo con el procedimiento usado para preparar el ej. inv. 1 excepto que la dispersión DA se reemplaza por la dispersión DF que contiene éster de 2-hidroxietil metacrilato de ácido fosfórico. En este ej. 10 se mezclan 50,0 g de dispersión DF con un total de 0,64 g de siloxano SA aminofuncional acuoso. Este ej. inv. 10 contiene el 1,3 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 10 tiene un tiempo de endurecimiento de 46 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo inventivo 11

En este ej. 11, una composición de la presente invención se prepara de acuerdo con el procedimiento usado para preparar el ej. inv. 1 excepto que el polímero acrílico DA se reemplaza con polímero acrílico DG que contiene un polímero con mayor temperatura de transición vítrea. Se añade coalescente a la formulación para reducir la temperatura de formación de película a menos de temperatura ambiente. En este ej. inv. 11, 50,0 g de dispersión DG se mezclan con 2,0 g de Texanol y un total de 0,50 g de siloxano SA. El ej. inv. 11 contiene el 0,9 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 11 tiene un tiempo de endurecimiento de 96 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo inventivo 12

En este ej. 12, una composición de la presente invención se prepara usando un grupo amina primaria aminopropilo en un monómero de silano a una concentración más baja. El ej. inv. 12 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y el aminosilano se reemplaza con 0,22 g de siloxano SK añadido a la formulación. El ej. inv. 12 contiene 0,9 de aminosiloxano sobre un aglutinante de peso seco. El ej. inv. 12 tiene un tiempo de endurecimiento de 108 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 13

En este ej. 13, una composición de la presente invención se prepara usando una formulación que contiene y una dispersión polimérica acuosa de partículas de polisiloxano. El ej. inv. 13 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con un recubrimiento acrílico CC, 1,0 g de Dow Corning IE-6683 Emulsion se mezcla en recubrimiento acrílico CC antes de la adición de aminosiloxano y 0,40 g de total de siloxano SA se añade a la formulación. Dow Corning IE-6683 Emulsion es una emulsión basada en silano-siloxano no iónico activa al 40 %. El ej. inv. 13 contiene el 0,6 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 13 tiene un tiempo de endurecimiento de 85 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 14

En este ej. 14, una composición de la presente invención se prepara usando una formulación que contiene y una dispersión polimérica acuosa de partículas de polietileno. El ej. inv. 14 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3, excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con el recubrimiento acrílico CC; 1,0 g de Michem Emulsion 62330 se mezcla en el recubrimiento acrílico CC antes de la adición de aminosiloxano; y se añaden 0,43 g de total de siloxano SA a la formulación. Michem® Emulsion 62330 es una coemulsión de parafina/polietileno aniónica con un 30 % de sólidos. El ej. inv. 14 contiene el 0,6 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco.

El ej. inv. 14 tiene un tiempo de endurecimiento de 82 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo inventivo 15

En este ej. 15, una composición de la presente invención se prepara usando una dispersión que contiene una dispersión acuosa de polímero de poliuretano. El ej. inv. 15 se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto que: la dispersión del ej. inv. 1 se reemplaza con polímero acrílico DB; 5,0 g de Witcobond 418-49 se mezclan en el polímero acrílico DB antes de la adición de aminosiloxano; y se añade 1,0 g de total de siloxano SA a la formulación. Witcobond 418-49 es una dispersión de poliéster de poliuretano al 60 % de sólidos, alifática y con estabilización aniónica. El ej. inv. 15 contiene el 1,8 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. inv. 15 tiene un tiempo de endurecimiento de 120 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplos Comparativos

Ejemplo comparativo A

Este ejemplo comparativo (ej. comp.) A es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura de la dispersión de polímero acrílico DA sin la adición de un aminosiloxano. No se usan pigmentos, cargas u otros ingredientes de formulación de recubrimiento en este ej. comp. A. La composición del ej. comp. A se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1, excepto que no se añade siloxano SA, lo que aumenta el tiempo para endurecer el polímero acrílico DA. El ej. comp. A contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. A tiene un tiempo de endurecimiento de 263 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo comparativo B

Este ej. comp. B es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del recubrimiento acrílico CA sin la adición de un aminosiloxano. El ej. comp. B se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3, excepto que no se añade siloxano SA, lo que aumenta el tiempo para endurecer el recubrimiento acrílico CA. El ej. comp. B contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. B tiene un tiempo de endurecimiento de 157 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo comparativo C

Este ej. comp. C utiliza un aminosiloxano con una composición que no acelera el endurecimiento del polímero acrílico DA. El ej. comp. C se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1, excepto que el siloxano SA se reemplaza con 0,33 g de siloxano SB aminofuncional. El ej. comp. C contiene el 0,6 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. C tiene un tiempo de endurecimiento de 258 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo comparativo D

Este ej. comp. D utiliza un aminosiloxano con una composición que no acelera el endurecimiento del recubrimiento acrílico CA. El ej. comp. D se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3, excepto que el siloxano SA se reemplaza por 0,39 g de siloxano SB. El ej. comp. D contiene el 1,7 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. D tiene un tiempo de endurecimiento de 153 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo comparativo E

Este ej. comp. E es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del recubrimiento acrílico CB sin la adición de un aminosiloxano. El ej. comp. E se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CB y no se añade siloxano SA a la formulación que aumenta el tiempo para endurecer el recubrimiento acrílico CB. El ej. comp. E contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. E tiene un tiempo de endurecimiento de 174 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo comparativo F

Este ej. comp. F es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del polímero acrílico DB sin la adición de un aminosiloxano. No se usan pigmentos, cargas u otros ingredientes de formulación de recubrimiento en este ej. comp. F. El ej. comp. F se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto que: la dispersión del ej. inv. 1 se reemplaza con el polímero acrílico DB y no se añade siloxano SA a la formulación; esto aumenta el tiempo para endurecer el polímero acrílico DB. El ej. comp. F contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. F tiene un tiempo de endurecimiento de 244 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo comparativo G

Este ej. comp. G demuestra la necesidad de un monómero ácido en la composición de una dispersión de polímero acrílico. Sin este monómero ácido, se forma un gel cuando se combina un aminosiloxano con la dispersión. El ej. comp. G se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto que el polímero acrílico DA se reemplaza con 50,0 g de polímero acrílico DC y se añaden 0,53 g de siloxano SA. El ej. comp. G contiene el 1,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. G tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman gel y aglomeraciones significativos cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo H

Este ej. comp. H demuestra además la necesidad de un monómero ácido en la composición de una dispersión de polímero acrílico. Se añade amoníaco adicional a la dispersión para aumentar el pH. Incluso con una dispersión de pH más alta, sin el monómero ácido, se forma gel cuando se combina un aminosiloxano con la dispersión. El ej. comp. H se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. comp. G excepto que se añaden 0,25 g de amoníaco a la dispersión del ej. comp. G para aumentar el pH a 10,3 antes de la adición de un total de 0,33 g de siloxano SA. El ej. comp. H contiene el 0,6 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. H tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman gel y aglomeraciones significativos cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo I

Este ej. comp. I es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del recubrimiento acrílico CC sin la adición de un aminosiloxano. El ej. comp. I se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y no se añade siloxano SA a la formulación que aumenta el tiempo para endurecer el recubrimiento acrílico CC. El ej. comp. I contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. I tiene un tiempo de endurecimiento de 212 min y un valor NPIRI de 7.

Ejemplo comparativo J

Este ej. comp. J prueba un recubrimiento con un homopolímero de aminosiloxano que no contiene un silano etoxilado. El ej. comp. J se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y el siloxano SA se reemplaza con 0,22 g de siloxano SD. El ej. comp. J contiene el 1,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. J tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman aglomeraciones significativas cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo K

Este ej. comp. K prueba un recubrimiento con un copolímero de aminosiloxano que no contiene un silano etoxilado. El ej. comp. K se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y el siloxano SA se reemplaza con 0,30 g de siloxano SE. El ej. comp. K contiene el 1,2 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. K tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman aglomeraciones significativas cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo L

Este ej. comp. L prueba un recubrimiento con un copolímero de aminosiloxano que no contiene un silano etoxilado, y se añade amoníaco para aumentar el pH de la formulación a 10,7. El ej. comp. L se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3, excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con el recubrimiento acrílico CC; Se mezclan 0,45 g de una solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua en el recubrimiento acrílico CC antes de la adición de aminosiloxano para aumentar el pH a 10,7, y el siloxano SA se reemplaza con 0,30 g de siloxano SF. El ej. comp. L contiene el 1,2 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. L tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman aglomeraciones significativas cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo M

- Este ej. comp. M prueba un recubrimiento con una carga añadida grande de amoníaco, pero aún es insuficiente para estabilizar la formulación respecto a la floculación debido a la presencia de un homopolímero de aminosiloxano que no contiene un silano etoxilado. El ej. comp. M se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y 2,1 g de una solución al 29 % de hidróxido de amonio en agua se mezcla en el recubrimiento acrílico CC para aumentar el pH a 11,2 antes de la adición del aminosiloxano. Y el siloxano SA se reemplaza con 0,21 g de siloxano SF. El ej. comp. M contiene el 0,9 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. M tiene un valor NPIRI de 18 que indica que se forman microaglomeraciones cuando se mezclan los aminosiloxano en la dispersión. La formulación contiene amoníaco al 1,27 % basado en el peso total del recubrimiento.

Ejemplo comparativo N

- Este ej. comp. N es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del polímero acrílico DE sin la adición de un aminosiloxano. No se usan pigmentos, cargas u otros ingredientes de formulación de recubrimiento en este ej. comp. N. El ej. comp. N se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto que: la dispersión del ej. inv. 1 se reemplaza con el polímero acrílico DE y no se añade ningún siloxano SA a la formulación que aumenta el tiempo para endurecer el polímero acrílico DE. El ej. comp. N contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. N tiene un tiempo de endurecimiento de 268 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo comparativo O

- Este ej. comp. O prueba un recubrimiento con un homopolímero de aminosiloxano como se describe en la solicitud de patente provisional estadounidense n.º 62/525.851 (Expediente del Apoderado n.º 80618). El ej. comp. O se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3 excepto que el recubrimiento acrílico CA se reemplaza con recubrimiento acrílico CC y el siloxano SA se reemplaza con 0,30 g de siloxano SJ. El ej. comp. O contiene el 1,3 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. O tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman aglomeraciones significativas cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo P

- Este ej. comp. P prueba un recubrimiento con un copolímero de aminosiloxano que no contiene un silano etoxilado y el % en moles de aminosilano se reduce mediante la adición de un silano no funcional.

- El ej. comp. P se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 3, excepto que el siloxano SA se reemplaza por 0,22 g de siloxano SI. El ej. comp. P contiene el 1,2 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. P tiene un tiempo de endurecimiento de 193 min y un valor NPIRI de 15 que indica que se forman microaglomeraciones cuando se mezcla el aminosiloxano en la dispersión.

Ejemplo comparativo Q

- Este ej. comp. Q es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del polímero acrílico DF sin la adición de un aminosiloxano. No se usan pigmentos, cargas u otros ingredientes de formulación de recubrimiento en este ej. comp. Q. El ej. comp. Q se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto que: la dispersión del ej. inv. 1 se reemplaza con el polímero acrílico DF y no se añade ningún siloxano SA a la formulación que aumenta el tiempo para endurecer el polímero acrílico DF. El ej. comp. Q contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. Q tiene un tiempo de endurecimiento de 199 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo comparativo R

- Este ej. comp. R es un experimento de control que prueba el endurecimiento y la finura del polímero acrílico DG sin la adición de un aminosiloxano. No se usan pigmentos ni cargas en el ej. comp. R, pero se añade coalescente para reducir la temperatura de formación de película hasta por debajo del ambiente. El ej. comp. R se prepara usando el procedimiento anterior como se describe en el ej. inv. 1 excepto que: la dispersión del ej. inv. 1 se reemplaza con polímero acrílico DG y 2,0 g de Texanol se mezclan en el aglutinante antes de la aplicación. No se añade siloxano SA a la formulación que aumenta el tiempo para endurecer el polímero acrílico DG. El ej. comp. R contiene el 0,0 % de aminosiloxano sobre aglutinante de peso seco. El ej. comp. R tiene un tiempo de endurecimiento de 168 min y un valor NPIRI de <1.

Ejemplo comparativo S

Este ej. comp. S es un experimento de control que demuestra la necesidad de copolimerizar el monómero de aminosilano con el un monómero de silano etoxilado. Se añade una premezcla de monómeros en la misma proporción molar que el siloxano SC al polímero acrílico DA y el resultado es un polímero acrílico DA de floculación significativa. El ej. comp. S se prepara mezclando 4,5 g de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano y 1,0 g de 2-[metoxi(polietileno)9-12propil]trimetoxisilano en un vial de una onza. En un recipiente separado, 50,0 g de polímero acrílico DA se mezclan con 0,26 g de la mezcla de monómero de silano. Inmediatamente tras la adición se forman aglomeraciones de grano grandes. El ej. comp. S tiene un valor NPIRI de >20 ya que se forman aglomeraciones significativas cuando se mezclan los monómeros de silano siloxano en la dispersión. Los resultados de probar las composiciones descritas anteriormente en los ejemplos inventivos y comparativos usando los métodos de ensayo descritos anteriormente se muestran en la tabla III.

Tabla III - Resultados de la prueba

<u>Ejemplo</u>	<u>Aglutinante o recubrimiento</u>	<u>Siloxano</u>	<u>Valor NPIRI</u>	<u>Tiempo de endurecimiento (min)</u>
Ej. inv. 1	DA	SA	< 1	113
Ej. inv. 2	DA	SA	< 1	43
Ej. comp. A	DA	Ninguno	< 1	263
Ej. comp. C	DA	SB	< 1	258
Ej. inv. 3	CA	SA	7	89
Ej. inv. 4	CA	SA	7	72
Ej. comp. B	CA	Ninguno	7	157
Ej. comp. D	CA	SB	7	153
Ej. inv. 5	CB	SC	7	51
Ej. inv. 7	CB	SG	7	39
Ej. comp. E	CB	Ninguno	7	174
Ej. comp. O	CC	SJ	>20 Fallo de gran coagulación	NA
Ej. inv. 6	CC	SA	7	128
Ej. comp. I	CC	Ninguno	7	222
Ej. inv. 8	DE., EE. UU.	SA	< 1	174
Ej. comp. N	DE., EE. UU.	Ninguno	< 1	268
Ej. inv. 9	CC	SH	7	95
Ej. comp. I	CC	Ninguno	7	222
Ej. inv. 10	DF	SA	< 1	46
Ej. comp. Q	DF	Ninguno	< 1	199
Ej. inv. 11	DG	SA	< 1	96
Ej. comp. R	DG	Ninguno	< 1	168
Ej. inv. 12	CC	SK	7	108
Ej. comp. I	CC	Ninguno	7	222
Ej. inv. 13	CC	SA	7	85
Ej. inv. 14	CC	SA	7	82
Ej. inv. 15	DA	SA	< 1	120
Ej. comp. G	CC	SA	>20 Fallo de coagulación	NA
Ej. comp. H	CC	SA	>20 Fallo de coagulación	NA
Ej. comp. J	CC	SD	>20 Fallo de coagulación	NA
Ej. comp. K	CC	SE	>20 Fallo de coagulación	NA
Ej. comp. L	CC	SF	>20 Fallo de coagulación	NA
Ej. comp. M	CC	SF	18	NA
Ej. comp. P	CA	SI	15	193

Discusión de los resultados

- El Ej. comp. A se compara con el Ej. inv. 1 y el Ej. inv. 2 que usan composiciones similares con diferentes niveles de aminosiloxano. La comparación del Ej. comp. A, el Ej. inv. 1 y el Ej. inv. 2 demuestra que el tiempo de endurecimiento se reduce añadiendo aminosiloxano a las muestras de dispersión. La comparación de una dispersión sin un aditivo de aminosiloxano (Ej. comp. A) y una dispersión con un aditivo de aminosiloxano (Ej. inv. 1) establece que se puede lograr un endurecimiento rápido a medida que se reduce la propiedad de tiempo de endurecimiento de la dispersión. Inv. Ej. 2 demuestra además que se puede lograr un tiempo de endurecimiento aún más rápido para una dispersión aumentando la concentración de aminosiloxano en la dispersión. Inv. Ej. 1 también demuestra un endurecimiento rápido en una composición que está libre de base volátil.
- El Ej. comp. C utiliza una composición de siloxano fuera del intervalo de la presente invención; y, por lo tanto, el Ej. comp. C no es un endurecimiento rápido porque el contenido de amino del siloxano en el Ej. comp. C es bajo.
- El Ej. comp. B se compara con el Ej. inv. 3 y el Ej. inv. 4 que usan composiciones similares con diferentes niveles de aminosiloxano. La comparación del Ej. comp. B, el Ej. inv. 3 y el Ej. inv. 4 demuestra que el tiempo de endurecimiento se reduce añadiendo un aminosiloxano a una dispersión formulada en una composición de recubrimiento. El Ej. comp. B establece el tiempo de endurecimiento para un recubrimiento sin un aditivo de aminosiloxano y el Ej. inv. 3, que es un recubrimiento con un aditivo de aminosiloxano, demuestra que se logra un endurecimiento rápido a medida que se reduce el tiempo de endurecimiento. Inv. Ej. 4 demuestra además que se puede lograr un tiempo de endurecimiento aún más rápido para una dispersión aumentando la concentración de aminosiloxano en la dispersión.
- El Ej. comp. D utiliza un siloxano fuera del intervalo de la presente invención; y, por lo tanto, el Ej. comp. D no es un endurecimiento rápido porque el contenido de amino del siloxano es bajo.
- En el Ej. inv. 6 se usa una dispersión con una temperatura de transición vítrea de -32 °C. El Ej. inv. 6 que se puede lograr un endurecimiento rápido con dispersiones de polímeros más blandos que tienen una temperatura de transición vítrea más baja que la dispersión del Ej. inv. 3.
- La dispersión del Ej. inv. 7 tiene un bajo nivel de óxido de polietileno y puede compararse con el Ej. comp. E y el Ej. comp. O. La comparación del Ej. inv. 7, el Ej. comp. E y el Ej. comp. O demuestra que se requiere una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) para lograr estabilidad y muestra un intervalo inferior para la cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno). El Ej. comp. E muestra el tiempo de endurecimiento para una dispersión sin aminosiloxano. El Ej. inv. 7 demuestra un endurecimiento rápido con una composición que contiene aminosiloxano con un bajo nivel de átomos de silicio que tienen una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno). El Ej. comp. O muestra que la floculación se produce cuando el aminosiloxano no contiene una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno).
- El Ej. inv. 8 usa una dispersión estabilizada con un tensioactivo diferente de dodecylbencenosulfonato de sodio. El Ej. inv. 8 demuestra que una dispersión que contiene tensioactivos distintos de dodecylbencenosulfonato de sodio (es decir, el tensioactivo usado en otro ej. inv.) puede lograr un endurecimiento rápido. La dispersión en el Ej. inv. 8 se estabiliza con un éter sulfato de 12 EO de alcohol graso tal como Disponil FES-993.
- La dispersión del Ej. inv. 9 con siloxano en el intervalo de composición de la presente invención se puede comparar con la dispersión del Ej. comp. I, que es la composición comparable sin aminosiloxano.
- La dispersión del Ej. inv. 10 usa un coácido alternativo en el aglutinante. La dispersión del Ej. inv. 10 demuestra que los monómeros ácidos distintos del ácido metacrílico son adecuados para las composiciones de la presente invención; y que el nivel ácido en la composición polimérica puede ser inferior al ácido metacrílico presente en las composiciones de otro Ej. inv.
- En el Ej. inv. 11, se usa una dispersión con una temperatura de transición vítrea de 33 °C. La dispersión del Ej. inv. 11 demuestra que se puede lograr un endurecimiento rápido con dispersiones de formación de película a mayor temperatura añadiendo un coalescente a la dispersión.
- En el Ej. inv. 12, se usa aminosiloxano SK e ilustra que puede usarse un intervalo inferior de aminosilano en el aminosiloxano. La dispersión del Ej. inv. 12 se puede comparar con la dispersión del Ej. comp. I para ilustrar la diferencia en el tiempo de endurecimiento.
- El Ej. comp. G y el Ej. comp. H ilustran el efecto de combinar aminosiloxano con un aglutinante cuando no hay ácido presente en el aglutinante. Sin un monómero ácido en el aglutinante, se forma una cantidad significativa de coagulación inmediatamente tras combinar un aminosiloxano con las dispersiones del Ej. comp. G y el Ej. comp. H; y las dispersiones son difíciles de mezclar. En el Ej. comp. H, se añade amoníaco a la formulación para aumentar el pH de la formulación que debería mejorar la estabilidad de la formulación reduciendo la carga del

aminosiloxano. Con respecto al Ej. comp. G, la coagulación del Ej. comp. H se reduce; sin embargo, la dispersión del Ej. comp. H aún falla debido a la presencia de coagulaciones y aglomeraciones en la dispersión.

Las composiciones del Ej. comp. J, el Ej. comp. K, y el Ej. comp. L demuestran la necesidad de tener una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) en el aminosiloxano. Cuando el aminosiloxano no contiene una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno), se forma una cantidad significativa de coágulos en la formulación inmediatamente tras combinar un aminosiloxano. Para estabilizar la formulación del Ej. comp. L, la formulación también contiene amoníaco adicional para aumentar el pH de la formulación, que a su vez reduce la carga en el aminosiloxano.

El Ej. comp. M ilustra que, incluso con la adición de una cantidad sustancial de amoníaco a una formulación, la formulación aún tiene demasiada microfloculación. El Ej. comp. M usa una composición comparable al Ej. comp. L excepto que se añade amoníaco a la composición para aumentar el pH >11 antes de la adición de aminosiloxano. A un pH de >11 y dilución, la estabilidad de la formulación (Ej. comp. M) se mejora en relación con el nivel del Ej. comp. L; sin embargo, el Ej. comp. M también demuestra que la formulación del Ej. comp. M necesita tener una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) en aminosiloxano a medida que la floculación aumenta desde el recubrimiento de control, Ej. comp. I.

El Ej. comp. P ilustra la necesidad de una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de etileno) en el aminosiloxano. El nivel de amino silano en el Ej. comp. P se reduce tanto que el tiempo de endurecimiento para la formulación del Ej. comp. P no mejora (véase, por ejemplo, el Ej. comp. D para el tiempo de endurecimiento de CA). Además, se observa la microfloculación en la formulación del Ej. comp. P.

El Ej. inv. 13, el Ej. inv. 14, y el Ej. inv. 15 usan formulaciones de la presente invención con diferentes tipos de dispersiones de polímeros. Por ejemplo, el Ej. inv. 13 se mezcla con un polisiloxano, el Ej. inv. 14 se mezcla con una poliolefina, y el Ej. inv. 15 se mezcla con una dispersión de poliuretano.

REIVINDICACIONES

1. Una composición estable a base de agua que comprende:

(a) al menos una dispersión de polímero acrílico estabilizada aniómicamente, donde el polímero acrílico contiene al menos una parte de unidades de monómero de ácido polimerizado; y
(b) al menos un grupo estabilizante estérico que contiene copolímero de poliaminosiloxano, donde
(i) al menos una parte de los átomos de silicio en el copolímero de poliaminosiloxano contiene un grupo pendiente con una funcionalidad de amina secundaria o una primaria; y (ii) al menos una parte de los átomos de silicio en los grupos estabilizantes estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano tienen una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de alquilenos).

2. La composición de la reivindicación 1, en donde la parte de las unidades monoméricas de ácido polimerizado en el polímero acrílico es del 0,1 por ciento en peso o más al 5,0 por ciento en peso o menos basado en el peso total de todos los monómeros en el polímero; donde la parte de los átomos de silicio en el copolímero de poliaminosiloxano que contiene un grupo pendiente con una funcionalidad amina secundaria o una primaria es del 60 % en moles o más al 97 % en moles o menos basado en el total del copolímero de poliaminosiloxano; y donde la parte de los átomos de silicio en los grupos estabilizantes estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano que tienen una cadena pendiente de alquil-poli(óxido de alquilenos) es del 3 % en moles o más al 17 % en moles o menos basado en el total del copolímero de poliaminosiloxano.

3. La composición de la reivindicación 1, en donde la cadena de alquil-poli(óxido de alquilenos) es una cadena de poli(óxido de etileno).

4. La composición de la reivindicación 1, en donde la concentración de los grupos estabilizantes estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano es del 0,01 por ciento en peso al 5,0 por ciento en peso basado en el peso total de los polímeros en la composición.

5. La composición de la reivindicación 1, en donde (i) al menos el 70 por ciento en moles de los átomos de silicio en los grupos estabilizantes estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano tienen un grupo pendiente con una funcionalidad de amina secundaria o una primaria; y (ii) del 5 por ciento en moles al 20 por ciento en moles de los átomos de silicio en los grupos estabilizantes estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano tienen una cadena de alquilo-poli(etóxido) pendiente con de 5 unidades de óxido de etileno a 20 unidades de óxido de etileno.

6. La composición de la reivindicación 1, en donde la composición tiene un pH en un intervalo de 7 a 10,5, según lo determinado por el procedimiento de ASTM E70.

7. La composición de la reivindicación 1, en donde la composición es una mezcla estable, donde la finura de dicha mezcla estable no aumenta en más de 5 micrómetros, según lo determinado por el procedimiento de la prueba ASTM D-1316, en relación con la composición sin poliaminosiloxano.

8. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición contiene menos del 0,25 por ciento en peso de amoníaco basado en el peso total de polímero en la composición determinado por cromatografía de gases de espacio de cabeza.

9. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero acrílico se selecciona de un grupo que consiste en polímeros (met)acrílicos y copolímeros de estireno-acrílico.

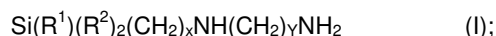
10. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero acrílico es un monómero seleccionado del grupo que consiste en ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico y éster 2-hidroxietil metacrilato de ácido fosfórico.

11. La composición de la reivindicación 10, en donde el monómero está presente en la composición a una concentración del 0,1 por ciento en peso al 5,0 por ciento en peso basado en el peso total de unidades monoméricas en el polímero.

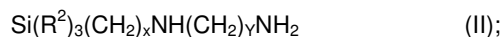
12. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el polímero acrílico tiene una temperatura de transición vítrea en un intervalo de -55 grados Celsius a 35 grados Celsius, según se determina de acuerdo con el procedimiento de ASTM E- 1356-08.

13. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los grupos estabilizantes estéricos que contienen copolímero de poliaminosiloxano son el producto resultante de una reacción de condensación de una mezcla que comprende los siguientes compuestos:

(a) del 0 por ciento en moles al 97 por ciento en moles de un compuesto que tiene la siguiente estructura (I):



(b) del 0 por ciento en moles al 97 por ciento en moles de un compuesto que tiene la siguiente estructura (II):



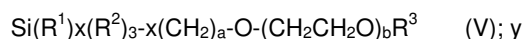
(c) del 0 por ciento en moles al 97 por ciento en moles de un compuesto que tiene la siguiente estructura (III):



(d) del 0 por ciento en moles al 97 por ciento en moles de un compuesto que tiene la siguiente estructura (IV):



(e) del 3 por ciento en moles al 17 por ciento en moles de un compuesto que tiene la siguiente estructura (V):



(f) del 0 por ciento en moles al 20 por ciento en moles de un compuesto que tiene la siguiente estructura (VI):



en donde en las estructuras (I) a (VI) anteriores, R^1 en cada caso se selecciona independientemente de un grupo que consiste en metilo y fenilo; R^2 en cada caso se selecciona independientemente de un grupo que consiste en hidroxilo, metoxi y etoxi; los valores para x, y y a se seleccionan independientemente en cada caso de un número en un intervalo de 0 a 2; y b se selecciona independientemente de un número en un intervalo de 5 a 20; y donde los valores de porcentaje en moles son relativos a los moles totales de compuestos (a) - (f) y la suma de los valores de porcentaje en moles para los compuestos (a) - (f) añaden hasta el 100 por ciento en moles; R^3 es hidrógeno, metilo o acetoxi; y es de 0 a 3; R^4 es un grupo alquilo o grupo fenilo C1 a C8.

14. La composición de la reivindicación 13, en donde el poliaminosiloxano es el producto resultante de una reacción de condensación de una mezcla que comprende los siguientes compuestos:

(a) del 0 por ciento en moles al 95 por ciento en moles de 3-(2-aminoetilamino)propildimetoximetilsilano;

(b) del 0 por ciento en moles al 95 por ciento en moles de 3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoxisilano;

(c) del 0 por ciento en moles al 95 por ciento en moles de aminopropildimetoximetilsilano;

(d) del 0 por ciento en moles al 95 por ciento en moles de aminopropiltrimetoxisilano;

(e) del 3 por ciento en moles al 17 por ciento en moles de 2-[metoxi(polietilenoxi)9-12propil]trimetoxisilano; y

(f) del 0 por ciento en moles al 20 por ciento en moles de dimetoxidimetilsilano, dietoxidimetilsilano, trimetoximetilsilano, trietoximetilsilano; y en donde los valores de porcentaje en moles son relativos a los moles totales de compuestos (a) - (f) y la suma de los valores de porcentaje en moles para los compuestos (a) - (f) añaden hasta el 100 por ciento en moles.

15. Un recubrimiento, sellador o acabado de mampostería que comprende la composición de cualquiera de las reivindicaciones anteriores.