



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0614459-4 B1

(22) Data do Depósito: 11/07/2006

(45) Data de Concessão: 10/10/2017



(54) Título: COMPOSIÇÃO AUTO-OXIDÁVEL PARA REVESTIMENTO EM ARQUITETURA, E, MÉTODO PARA FORMAR UMA COBERTURA SECA DE UMA COMPOSIÇÃO PARA REVESTIMENTO EM ARQUITETURA A UMA SUPERFÍCIE

(51) Int.Cl.: C09D 167/08

(30) Prioridade Unionista: 05/08/2005 GB 0515701.1

(73) Titular(es): AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V.

(72) Inventor(es): PHILIP LOUIS TAYLOR

“COMPOSIÇÃO AUTO-OXIDÁVEL PARA REVESTIMENTO EM ARQUITETURA, E, MÉTODO PARA FORMAR UMA COBERTURA SECA DE UMA COMPOSIÇÃO PARA REVESTIMENTO EM ARQUITETURA A UMA SUPERFÍCIE”

5 Esta invenção refere-se a uma composição auto-oxidável para revestimento em arquitetura adequada para aplicação por usuários não sofisticados que não tenham proteção respiratória especial às superfícies a temperaturas ambientes (digamos 5 a 40 °C) à luz do dia natural cuja composição contém um polímero aglutinante auto- oxidável e um sistema
10 promotor de superfície que contém pouco ou nenhum cobalto para promover a auto-oxidação da superfície do polímero aglutinante.

 A auto-oxidação da composição para revestimento em arquitetura ocorre a temperaturas ambientes e à luz do dia natural e desse modo ocorre lentamente a não ser se for acelerada pela presença tanto de um
15 sistema de promotor de superfície como de um sistema promotor em profundidade. Tais promotores são frequentemente denominados "secadores", porém, neste relatório descritivo eles serão denominados "promotores" para evitar confusão com o conceito mais habitual de secagem que envolve perda de solvente da composição do revestimento depois que esta foi aplicada a uma
20 superfície.

 As composições para revestimento em arquitetura tais como tintas, lacas e vernizes que se auto-oxidam a temperaturas ambientes à luz do dia natural são comumente usadas no local para revestir superfícies encontradas nas ou ao redor de construções. Consequentemente, as composições são habitualmente denominadas
25 "composições auto-oxidáveis para revestimento em arquitetura" e elas precisam ser adequadas para aplicação a temperaturas ambientes à luz do dia natural por usuários não sofisticados que não têm especial proteção respiratória e que usam

ferramentas simples para aplicação tais como pincéis, rolos ou blocos. Uma vez aplicado a uma superfície, o revestimento seca (no sentido de perder solvente por evaporação) e sofre auto-oxidação para formar reticulações entre as cadeias de polímero que compreendem o aglutinante sendo que é formado um revestimento seco sólido coesivo que está colado à superfície. A auto-oxidação envolve a captação de oxigênio do ar circundante que é mediada e promovida por vários íons de metal. Tais revestimentos para arquitetura são capazes de sofrer auto-oxidação a temperaturas ambientes na faixa de desde 0 até 40 °C.

As composições auto-oxidáveis para revestimento em arquitetura podem compreender polímero aglutinante auto-oxidável dissolvido em solvente orgânico tal como solvente mineral ou dispersões de polímero aglutinante auto-oxidável em água. Geralmente, as composições também irão conter componentes que não formem película tais como pigmentos ou opacificantes particulados inorgânicos e/ou orgânicos (por exemplo, dióxido de titânio particulado, especialmente rutilo ou partículas poliméricas orgânicas contendo espaços vazios) ou diluentes (por exemplo, giz, dolomita, argilas ou talco) assim como outros ingredientes opcionais tais como agentes opacificantes (por exemplo, sílica), agentes de estruturação (por exemplo, titânio ou zircônio quelatos ou laponita ou argilas bentonita), agentes antiespumantes e biocidas. As partículas de rutilo do grau pigmento são revestidas com outros óxidos tal como sílica para minimizar a degradação do revestimento pela luz.

O polímero aglutinante formador de película auto-oxidável é um componente essencial de uma composição auto-oxidável para revestimento em arquitetura parcialmente porque ele se auto-oxida para formar o revestimento coesivo que adere à superfície à qual ele foi aplicado e parcialmente porque ele pode estar presente na composição tais como aquelas descritas acima. Durante a auto-oxidação, acredita-se que os grupamentos

auto-oxidáveis no polímero aglutinante formem reticulações entre as cadeias de polímero adjacentes resultando em um aumento significativo no peso molecular médio em peso do polímero aglutinante.

As melhores composições auto-oxidáveis para revestimento em arquitetura conhecidas contêm polímeros aglutinantes auto-oxidáveis que são resinas alquídicas. As resinas alquídicas estão descritas nas páginas 211 a 218 e 228 e 229 do Volume 1 da 2ª Edição do livro "Outlines of Paint Technology" por W M Morgans e publicada em 1988 por Griffin de Londres. Os teores destas páginas de Morgans são aqui incorporados como referência. Morgans explica que, essencialmente, as resinas alquídicas são condensados de ácidos dicarboxílicos com álcoois poliídricos aos quais estão ligados grupamentos de cadeia longa que contêm insaturação etilênica auto-oxidável. Estes grupamentos de cadeia longa são ácidos graxos etilenicamente insaturados, habitualmente obtidos partindo de óleos vegetais. As resinas alquídicas que contêm 60 a 85 % em peso dos grupamentos são freqüentemente denominadas resinas alquídicas "com alto teor de óleo" ao passo que aquelas que contêm 45 a 60 % em peso são denominadas resinas alquídicas "com teor de óleo médio" e aquelas com apenas 25 a 45 % em peso são denominadas aquelas "com baixo teor de óleo". As resinas alquídicas podem ser vulneráveis ao amarelecimento com a idade e assim elas deviam evitar a presença de grupamentos ciclo-alquenila que agravam o problema do amarelecimento. As resinas alquídicas deviam também evitar grupamentos oxidáveis tais como grupos de alil éter que se degradam para fornecer acroleína que é um agente lacrimejante potente e tóxico, doloroso e possivelmente perigoso para os usuários que não tenham proteção respiratória. Exemplos de grupamentos auto-oxidáveis que são adequados incluem aqueles derivados de óleo de linhaça, de óleo de soja, de óleo de açafrão, de óleo de semente de algodão, de óleo de mamona desidrogenado, de talóleo e óleo de tungue.

Exemplos de ácidos dicarboxílicos adequados para uso na obtenção de resinas alquídicas incluem ácidos orto-ftálico, isoftálico, tereftálico, maleico, fumárico, adípico e sebácico ou seus anidridos. Os álcoois poliídricos adequados incluem etileno glicol, glicerol, pentaeritritol, 1,2 propileno glicol, trimetilol propano e neopentil glicol.

Como mencionados acima, os polímeros aglutinantes auto-oxidáveis não promovidos tais como as resinas alquídicas se auto-oxidam lentamente demais a temperaturas ambientes à luz do dia natural para serem de uso prático em tintas para arquitetura porque elas são aplicadas no local em oposição a serem aplicadas em uma oficina onde a auto-oxidação pode ser convenientemente acelerada pelo uso de irradiação de grande energia (por exemplo, irradiação actínia) ou por aquecimento em estufa a temperaturas bem acima da temperatura ambiente. Claramente, não é muito praticável fornecer irradiação de grande energia ou instalações de estufa no local especialmente para uso por usuários não sofisticados e assim as composições para revestimento em arquitetura precisam conter sistemas promotores para acelerar a sua auto-oxidação. São descritos sistemas promotores típicos (usando-se o nome alternativo de "secadores") nas páginas 159 e 160 da 3ª. Edição do livro "Introduction to Paint Chemistry and Principles of Technology" por GPA Turner publicado em 1988 por Chapman and Hall de Londres. Os teores destas páginas 159 e 160 são aqui incorporados como referência.

Como indicado anteriormente há dois tipos de sistemas promotores comumente empregados em tintas para arquitetura, a saber "promotores de superfície" e ou "promotores em profundidade". Os promotores de superfície aceleram a auto-oxidação nas camadas da superfície de um revestimento aplicado provavelmente pela catálise da captação de oxigênio e pela decomposição de peróxidos para formar radicais livres que causam a reticulação. Em contraste, os promotores em profundidade aceleram

o aumento no peso molecular médio em peso do polímero aglutinante nos níveis mais baixos do revestimento. Os promotores de superfície convencionais compreendem carboxilatos, de preferência octoatos, hexanoatos de 2-etila ou naftenatos de cobalto, de manganês, de vanádio, de ferro, de cromo, de cobre, de estanho e de cério. Os promotores em profundidade convencionais compreendem compostos dos carboxilatos acima com um ou mais carboxilatos de zircônio, de cálcio, de bário, de estrôncio, de lítio, de sódio, de potássio, de zinco, de neodímio, de bismuto, de chumbo e de alumínio assim como alcóxidos de alumínio.

Para se conseguir velocidades suficientemente altas de auto-oxidação na superfície, normalmente são usados promotores de superfície convencionais em quantidades tais que a concentração de seus íons de metal de transição baseada no peso de todos os aglutinantes polímeros auto-oxidáveis na composição seja pelo menos 0,001 % em peso até 0,1 % em peso com a faixa preferida sendo de 0,04 até 0,07 % em peso . Para se conseguir taxas suficientemente altas de auto-oxidação nos níveis inferiores de um revestimento, são normalmente usados promotores em profundidade convencionais em quantidades tais que a concentração de todos os íons de metal baseada no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição seja de pelo menos 0,3 % em peso e geralmente até to 2 % em peso com a faixa preferida sendo de 0,5 até 1,5 % em peso.

Diversos íons de metal de transição, especialmente aqueles de cobre, ferro, cromo ou manganês descoram as composições de revestimento a não ser se a composição estiver fortemente pigmentada. A descoloração devida a íons de cobalto é muito menor e assim os carboxilatos de cobalto estabeleceram-se como os promotores de superfície ubiquamente usados em tintas para arquitetura porque o seu uso significa que é mais fácil obter as tonalidades de cor pastel populares. No entanto há agora boatos de que os íons de cobalto possam ser carcinogênicos e assim eles deviam ser usados apenas

em sistemas em que a concentração de íons de cobalto estiver abaixo de 0,01 % em peso baseado no copolímero aglutinante auto-oxidável. Preferivelmente os sistemas promotores não deviam conter íons de cobalto de maneira alguma, isto é eles deviam ser sistemas promotores sem ser de cobalto.

5 Os fotoiniciadores são freqüentemente usados juntamente com irradiações de grande energia (freqüentemente denominada "radiação actínica") par acelerar a reticulação de tintas aplicas sob condições de oficina. As páginas 222 e 223 de Turner, ibid, descrevem composições para revestimento que contêm fotoiniciadores e poliésteres insaturados ou
10 polímeros acrílicos insaturados (inclusive metacrilato). Turner afirma que os artigos planos com as composições podem ser transportados abaixo de lâmpadas de alta potência ultravioleta que irradiam os artigos revestidos com luz artificial de ultravioleta de alta energia que decompõem o fotoiniciador gerando radicais livres que endurecem o revestimento e criam uma camada
15 seca coesiva. Similarmente, o Relatório Descritivo da Patente dos Estados Unidos US 4 387 190 (publicado em 1983) divulga que pode ser usada uma combinação de fotoiniciadores e radiação actínica como uma alternativa à auto-oxidação, para polimerizar revestimentos que contenham metacrilatos de dicitlopentenila ou alcóxi metacrilatos. A radiação actínica é uma radiação de
20 grande energia do tipo convenientemente disponível sob condições de oficina ao passo que somente luz do dia ou iluminação com pouca energia é realisticamente disponível no local em uma construção. Isto significa que aqueles revestimentos da US 4 387 190 que contém fotoiniciadores não são composições para revestimento em arquitetura. Os pedidos de patente dos
25 Estados Unidos, US 2004/0013895 e US 2004/0151931 divulgam composições para revestimento que compreendem um polímero que contém tanto grupamentos auto-oxidáveis derivados de ácidos graxos etilenicamente insaturados como grupamentos não auto-oxidáveis derivados de compostos isocianato funcionais etilenicamente insaturados. Os grupamentos não auto-

oxidáveis sobre uma molécula de polímero formam reticulações com um grupamento similar sobre uma outra molécula de polímero primeiro reagindo com radicais livres gerados por um iniciador de decomposição térmica e/ou por um fotoiniciador depois da exposição à radiação actínica.

5 O Pedido de Patente Internacional PCT/EP2004/008250 publicado como WO 2005/014738 descreve o uso de fotoiniciadores em combinação com promotores de auto-oxidação na superfície tais como cobalto e vanádio. No entanto, os fotoiniciadores usados são ou ineficazes, requerendo altos níveis nas formulações de tinta para serem eficazes ou eles
10 são fabricados por vias sintéticas complexas, de baixo rendimento que os torna impraticavelmente onerosos para uso em tintas para arquitetura.

 É um objetivo desta invenção fornecer uma composição auto-oxidável para revestimento em arquitetura adequado para aplicação a superfícies a temperaturas ambientes e luz do dia natural por usuários não sofisticados que não tenham proteção respiratória cuja composição contém
15 um polímero aglutinante auto-oxidável e um sistema promotor que contém baixas a zero concentrações de íons de cobalto para promover auto-oxidação do polímero aglutinante.

 Conseqüentemente esta invenção fornece uma composição
20 auto-oxidável para revestimento em arquitetura adequada para aplicação a superfícies a temperaturas ambientes e à luz do dia natural cuja composição contém um polímero aglutinante auto-oxidável e um sistema promotor para promover a auto-oxidação do polímero aglutinante auto-oxidável em que o sistema compreende

25 a) menos do que 0,01 % em peso (preferivelmente 0 % em peso) de íons de cobalto baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição para revestimento,

 b) desde 0,001 até 0,06 % em peso (baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição para revestimento) de íons

de metal sem ser os íons de cobalto, sendo os íons de metal que promovem auto-oxidação na superfície,

c) a 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona preferivelmente presente em quantidades de desde 0,3 até 2 % em peso baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição e mais preferivelmente
5 ainda de desde 0,5 até 1.5 % em peso

e em que o polímero aglutinante é isento de grupamentos derivados de compostos isocianato funcionais etilenicamente insaturados.

Preferivelmente o polímero aglutinante é isento de grupamentos derivados de compostos isocianato funcionais etilenicamente insaturados que são não auto-oxidáveis.
10

A 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona é um fotoiniciador que significa que por exposição à luz ocorre uma foto-reação que ativa a mesma fazendo com que esta produza espécies reativas. Acredita-se que estas espécies sejam radicais livres que ajudem a fazer com que os grupamentos auto-oxidáveis sobre as resinas alquídicas que compreendem o aglutinante se reticulem e que a tinta endureça. Também podem ser usadas misturas de 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona e canforquinona.
15

Os revestimentos obtidos não sofrem com o amarelecimento agravado causada pelos grupamentos diciclopentenila. Eles também têm um odor mais fraco do que as tintas para arquitetura auto-oxidáveis convencionais e eles são seguramente não contaminados pela acroleína obtida pela degradação dos grupos alil éter. A composição para revestimento auto-oxidável também pode conter outros componentes convencionais tais como os componentes que não formam película mencionados antes. Em particular, eles
20 podem conter pigmento / opacificantes tal como rutilo (e especialmente rutilo de grau pigmento) até mesmo se pudesse esperar que os pigmentos impeçam o acesso da luz ao fotoiniciador.
25

Os íons de metal sem ser de cobalto que promovem a auto-

oxidação na superfície são de preferência manganês e/ou vanádio porque eles promovem uma velocidade mais alta de auto-oxidação do que outros íons sem ser de cobalto. Destes dois, os manganês é o mais rápido. Os íons de metal podem também ou adicionalmente ser selecionados, por exemplo, entre níquel, ferro, cromo, cobre, estanho e cério. A concentração total preferida de íons de metal que promovem a auto-oxidação na superfície, sem ser íons de cobalto, na composição para revestimento é de 0,001 até 0,04 % em peso, mais preferivelmente desde 0,004 até 0,03 % em peso baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição para revestimento.

Foi verificado que o uso de uma baixa concentração de íons de metal sem ser de cobalto que promovem auto-oxidação em combinação com pelo menos um fotoiniciador alcança velocidades de auto-oxidação que são aceitavelmente similares em velocidade àquela que podem ser alcançada com sistemas promotores de cobalto convencionais. Uma alta velocidade de auto-oxidação na superfície é indicada por um curto período de tempo necessário para que a cobertura se torne seca ao toque. Este período de tempo é denominado “tempo do toque seco” e um procedimento para a sua medida é descrito mais adiante. Similarmente, é indicada uma alta velocidade de auto-oxidação presumida nos níveis inferiores da cobertura por um breve período de tempo necessário para que a cobertura resista à penetração por uma agulha de peso leve. Este período é denominado o “tempo de secagem em profundidade” e um procedimento para a sua medida também é descrito mais adiante.

Foi verificado que são necessárias apenas baixas concentrações de íons de manganês ou de vanádios para um desempenho em sucedido desta invenção e assim o nível de descoloração da camada de tinta seca é pelo menos tolerável e pode até mesmo ser menor do que os níveis causados por sistemas de cobalto convencionais. A descoloração é inversamente proporcional à percentagem de brancura na cor da camada seca

e a percentagem de brancura pode ser convenientemente medida por técnica espectrofotométricas convencionais. Portanto a percentagem de brancura é uma medida inversa conveniente de descoloração.

Os sistemas promotores de superfície de manganês / foto
5 iniciador freqüentemente têm uma outra vantagem quando usados em tintas com brilho pelo fato de que a camada seca de tinta com brilho habitualmente tem um brilho especular mais alto do que as tintas correspondentes que contêm um sistema promotor de superfície de cobalto convencional. O brilho especular é medido de acordo com o Padrão Britânico 3900 Parte D5 de 1995
10 que usa um ângulo de incidência de 60° ou de 20°, porém 60° é usado para as finalidades deste relatório descritivo.

A 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona pode ser ativada por luz do dia natural, de preferência por luz na região visível e do ultravioleta do espectro eletromagnético. A faixa de comprimento de onda correspondente é
15 de desde aproximadamente 200 até 750 nanômetros. Outras fontes de iluminação do tipo encontrado em construções, por exemplo, lâmpadas de filamento de tungstênio de 40 a 250 watt ou tubos fluorescentes também são capazes de ativar o fotoiniciator. As formulas gráficas de 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona juntamente com seu espectro de absorbância são
20 apresentados nas Figuras 1 das ilustrações que acompanham este relatório descritivo.

Preferivelmente os sistemas promotores de superfície de metal/fotoiniciator deviam ser usados em combinação com pelo menos um dos promotores em profundidade convencionais. Os sistemas promotores em
25 profundidade que compreendem combinações de quaisquer dois ou de todos os três de carboxilatos de zircônio, de cálcio e de lítio são especialmente preferidos.

Esta invenção também fornece um método para a aplicação de uma camada seca de uma composição para revestimento em arquitetura a uma

superfície em que o revestimento líquido da composição é aplicado à superfície a temperaturas ambientes em que a composição contém um polímero aglutinante auto-oxidável e um sistema para promover a auto-oxidação da superfície do polímero aglutinante auto-oxidável e em que o sistema compreende

a) menos do que 0,01 % em peso (de preferência 0 % em peso) de íons de cobalto baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição de revestimento,

b) desde 0,001 até 0,06 % em peso (baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição de revestimento) de íons de metal sem ser íons de cobalto que são íons de metal que promovem a auto-oxidação da superfície e

c) a 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona preferivelmente presente em quantidades de desde 0,3 até 2 % em peso baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição e mais preferivelmente ainda de desde 0,5 até 1.5 % em peso

em que o polímero aglutinante é isento de grupamentos derivados de compostos isocianato funcionais etilenicamente insaturados e a composição de revestimento é exposta à iluminação por uma luz (especialmente luz do dia natural) de comprimento de onda na faixa de 200 até 750nm.

O método pode ser usado no local para revestir superfícies encontradas nas ou ao redor de construções e não requer o uso de irradiação de grande energia e de condições cuidadosamente controladas mais adequadas aos métodos realizados em oficinas.

A invenção fornece ainda uma superfície revestida com um revestimento descrito como aqui antes.

Este relatório descritivo é acompanhado de ilustrações pelas quais

As Figuras 1 apresentam formulas gráficas de 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona juntamente com o seu espectro de absorção.

A Figura 2 apresenta uma representação diagramática em perspectiva em uma escala exagerada de aparelhagem usada no procedimento
5 "Medida do Tempo de Secagem em Profundidade".

A Figura 3 apresenta em seção em uma maior escala um detalhe da Figura 2.

A invenção é também ilustrada pelos seguintes Exemplos dos quais os Exemplos A e B são comparativos. Nos Exemplos, a temperatura
10 ambiente estava em torno de 18°C e o tempo de secagem ao toque e o tempo de secagem em profundidade são medidos usando-se os seguintes procedimentos:

Medida do Tempo de Secagem ao Toque:

O tempo considerado para que um revestimento recém
15 aplicado se torne seco ao toque é medido por um procedimento de deposição de areia como a seguir:

Uma superfície plana de vidro foi desengordurada com acetona. O revestimento cujo tempo de secagem precisa ser medido é aplicado por um espalhador de bloco a 20 °C e 50 % de umidade relativa a uma
20 espessura de 50 a 60 µm. Este revestimento é deixado secar a 20 °C e 50 % de umidade relativa que foram mantidos durante todo o procedimento de medida.

Um depósito que tem uma pequena saída em sua base é cheio de areia que então escorre para fora através da saída. O revestimento a ser submetido à secagem é passado debaixo da saída do depósito a uma
25 velocidade de 25,4 mm/hora enquanto a areia escorre sobre o mesmo. Inicialmente a areia adere ao revestimento enquanto este está ainda úmido, porém enquanto passa o tempo, o revestimento seca e se auto-oxida e chega a um ponto em que a areia cessa de aderir ao mesmo. O tempo que é preciso para atingir este ponto é considerado com o "tempo de seco ao toque". O

ponto é facilmente detectado soprando-se a areia solta do revestimento completamente seco de modo a deixar uma trilha de areia grudada de um comprimento do qual é obtido o tempo de seco ao toque dividindo-se o comprimento pela velocidade à qual passa o revestimento debaixo da saída.

5 **Medida do Tempo de Secagem em Profundidade: Método de Beck Koller:**

O Método de Beck Koller mede o tempo de secagem em profundidade pela medida do tempo considerado para que um revestimento recém-aplicado se torne resistente à penetração por uma agulha de peso leve.

10 O método emprega a aparelhagem de Beck Koller apresentada diagramaticamente na Figura. 3. A aparelhagem de Beck Koller é disponível pelo Mickle Laboratory Engineering Company de Gomsall em Surrey, Inglaterra.

A Figura 3 apresenta uma agulha 1 arrastada por um braço 2
15 preso a um bastão horizontal 3 em pino giratório montado entre transportadores verticais paralelos 4. A agulha 1 penetra para baixo em um revestimento 5 da composição de revestimento que foi aplicada a uma placa de vidro 6 que era então depositada sobre a caixa de metal 7. Parte da caixa 7 é apresentada em corte para revelar o orifício 9 e o parafuso 10. As
20 extremidades inferiores dos transportadores 4 estão ligadas pela barra 8 que contém o orifício filetado 9 através do qual passa um parafuso de acionamento filetado giratório 10.

A rotação do parafuso 10 em uma direção apropriada aciona os transportadores 4 e a agulha 1 na direção da seta A. Quando o revestimento 5
25 é recém-aplicado, ele é ainda um líquido viscoso e assim quando a agulha 1 estiver no ponto 11 (ver Figura 4), ela pode penetrar através do revestimento 5 sobre a placa de vidro 6 e criar um entalhe 13. Enquanto a agulha 1 continua a se mover na direção A, a secagem e a auto-oxidação do revestimento 5 se processam e aumenta a sua resistência à penetração pela agulha 1 e entalhe 13

se torna menos profundo até o ponto 12, a resistência se torna total e não ocorre mais penetração. A distância do ponto 11 até o ponto 12 é medida e é usada, juntamente com um conhecimento da velocidade da agulha 1, para calcular o tempo que leva para atingir o ponto 12. Este tempo é considerado como o “tempo de secagem em profundidade”.

O revestimento 5 é aplicado à superfície da placa de vidro 6 como no procedimento do Tempo de Secagem em Profundidade exceto que foi aplicada uma espessura de 100 μm . A agulha 1 é cilíndrica tendo um diâmetro de 1 mm e um comprimento de 40 mm e atravessa o revestimento com uma força de peso de 4g. A agulha 1 trafega a uma velocidade de 12,25 mm/hora. De novo foram mantidas uma temperatura de 20 °C e uma umidade relativa de 50 % durante todo o procedimento.

TINTA BASE

Preparação de uma Tinta Base, porém omitindo um Sistema Protetor de Superfície:

Primeiro foram obtidas uma composição preliminar de bentonita e uma composição preliminar de rutilo. A composição de bentonita foi obtida por agitação de uma mistura de 10 % em peso de argila de bentonita, 35 % em peso de uma resina alquílica com alto teor de óleo auto-oxidável e 55 % em peso de um solvente hidrocarboneto alifático. A composição preliminar de rutilo foi obtida por agitação de uma mistura de 68 % em peso de partículas de rutilo do grau pigmento, 21,5 % em peso de uma resina alquílica com alto teor de óleo auto-oxidável e 10,5 % em peso de um solvente hidrocarboneto alifático.

As composições preliminares juntamente com os outros componentes apresentados na Tabela 1 foram adicionadas uma de cada vez, a um recipiente cilíndrico para misturação de 5 litros dotado e pás de agitação. A agitação foi realizada por rotação das pás a uma velocidade de 400 rpm durante a adição dos componentes e continuou a uma velocidade de

400 rpm durante mais uns 10 minutos. Foi produzida uma tinta homogênea para teste à qual podiam então ser adicionados vários sistemas promotores de superfície.

EXEMPLO 1 e EXEMPLOS COMPARATIVOS A E B

Três quantidades de 100 g da tinta Base foram retiradas e em cada uma foi agitado um dos sistemas promotores de superfície como apresentado na Tabela 2. As quantidades de cada ingrediente dos sistemas promotores usados também são apresentadas na Tabela 2 expressas como uma percentagem em peso baseada no peso total de polímero aglutinante alquídico auto-oxidável na

TABELA 1

FORMULATION DA TINTA DE TESTE ADEQUADA PARA ADIÇÃO SUBSEQUENTE DE UM PROMOTOR DE SUPERFÍCIE

Componente	% em peso usado
* Resina alquídica com alto teor de óleo auto-oxidável (nv 75 %)	37,70
Composição preliminar de bentonita (teor nv de resina 35 %)	2,03
Solvente hidrocarboneto alifático	5,39
Composição preliminar de rutilo (nv de resina) 16,3 %)	44,92
** Tixotrópico alquídico auto-oxidável modificado com poliamida (nv 51,5 %)	7,33
Promotor de secagem em profundidade octoato de zircônio (teor de metal 18 %)	0,55
Promotor de secagem em profundidade octoato de cálcio (teor de metal 10 %)	1,60
Óleo dimetil silicone: auxiliar de escoamento	0,10

* Um alquídico com alto teor de óleo entre pentaeritritol, anidrido ftálico e ácido graxo de talóleo.

** Um alquídico com teor de óleo médio.

Quantidade de 300g. Cada uma das quantidades de tinta contendo agora sistemas promotores de superfície foi sujeita a medidas de tempo de secura na superfície realizadas com luz proveniente de lâmpadas fluorescentes domésticas de 60 watt ou na escuridão e ou a temperaturas ambientes ou a 8 °C como indicado na Tabela 3 que também apresenta os tempos de secagem na superfície que foram atingidos. Os resultados obtidos são fornecidos na Tabela 3.

TABLE 2 PROMOTORES DE SUPERFÍCIE USADOS

Exemplo	Promotor de metal g	Íons de metal % em peso	"Irgacure" 819 % em peso	"Irgacure" 651 % em peso
1	0,13	0,022 % em peso de *Mn	-	1,02
A	0,13	0,022 % em peso de *Mn	1,02	-
B	0,21	0,052 % em peso #Co	-	-

"Irgacure" 819 é o óxido de dibenzoil fenil fosfina e é fornecido por CIBA Geigy da

Basileia, Suíça.

"Irgacure" 651 é a 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona e é também fornecido por CIBA Geigy da Basileia, Suíça.

* De "Dapro" 5005 fornecido por Elementis Plc of Staines, Inglaterra.

De "Octa Soligen Cobalt 10" fornecido por Borchers

Além disso, revestimentos de 100 µm de espessura das tintas foram aplicados, cada um, a um painel de vidro como no procedimento Touch Dry Time (Tempo do Toque Seco) e as coberturas foram deixadas secar durante 24 horas a 20 °C e a uma umidade relativa de 50 %. O brilho especular de cada tinta foi determinado usando-se British Standard 3900: Parte D5 de 1995 e um ângulo de 60°. Os resultados são apresentados na Tabela 3.

As coberturas finalmente secas das tintas aplicadas para as medidas de brilho descritas acima foram sujeitas a medidas de brancura depois de 1 hora e depois de 1 mês depois da aplicação dos revestimentos. As medidas foram feitas por técnica espectrofotométricas convencionais e os resultados obtidos são apresentados na Tabela 3.

A Tabela 3 demonstra que a superfície e os tempos de secagem em profundidade do sistema promotor que contém íons de manganês e 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona são aceitáveis, ao passo que a brancura é melhor do que aquela alcançada usando-se uma tinta isenta de fotoiniciador baseada em um secante de superfície de cobalto, exemplo comparativo B e melhor do que o exemplo comparativo A que usa Irgacure 819 como o fotoiniciador. O Exemplo 1 é notavelmente melhor para brancura do que o exemplo comparativo A depois de envelhecimento durante um mês. Evidentemente melhor brancura significa menor amarelecimento.

TABELA 3 RESULTADOS DO TESTE

Exemplo	Tempo de Secagem na Superfície Horas *				% de Brilho	% de Brancura	
	A temperatura ambiente		A 8 °C			Depois de 1 hora	Depois de 1 mês
	Na luz	No escuro	Na luz	No escuro			
1	4.0	NA	6.5	>12	80	80.6	67.5
A	4.0	NA	5.5	>12	80	79.1	62.0
B	3.5	NA	6.0	6.5	81	79.4	74.8

* Os tempos de secagem em profundidade foram aceitáveis
NA significa dados não disponíveis

Em uma aplicação mais generalizada desta invenção, especialmente quando o descoramento for menos significativo como com as tintas de cor escura e/ou de alto croma, então o fotoiniciador pode ser usado com mais altas concentrações de íons de manganês, por exemplo, de até 0,1 %
5 em peso baseado no peso de polímero aglutinante auto-oxidável na composição. Isto permite boas velocidades de auto-oxidação até mesmo em tintas de fortes cores absorventes claras e de novo podem ser conseguidos bons níveis de brilho. Tipicamente, as tintas de cor escura e/ou de alto croma têm um fator de claridade / escuridão acima de 60 e um fator de croma acima
10 de 70 de acordo com NCS ou com o Swedish Standard Colour Atlas identificado como Swedish Standard 01 91 02.

Agora é muito desejável que se os íons de cobalto precisarem ser usados como promotores então eles são usados em traços de concentrações abaixo de 0,01 % em peso baseado no peso de polímero
15 aglutinante auto-oxidável na composição. Isto, evidentemente, resulta em um grande retardamento da promoção da auto-oxidação, porém o retardamento pode ser pelo menos destacado por utilização de íons de cobalto em combinação com o fotoiniciador, de preferência a concentração de íons de cobalto devia ser pelo menos de 0,001 % em peso. Portanto, em uma
20 modificação desta invenção, o sistema promotor de superfície compreende desde 0,001 até 0,01 % em peso de íons de cobalto e nenhum outro íon de metal.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição auto-oxidável para revestimento em arquitetura adequada para aplicação a superfícies a temperaturas ambientes e à luz do dia natural, caracterizada pelo fato de que contém um polímero aglutinante auto-oxidável e um sistema promotor para promover a auto-oxidação do polímero aglutinante auto-oxidável, em que o sistema compreende

a) menos do que 0,01 % em peso de íons de cobalto baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição para revestimento,

b) desde 0,001 até 0,06 % em peso (baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição para revestimento) de íons de metal sem ser os íons de cobalto, sendo os íons de metal que promovem auto-oxidação na superfície,

c) a 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona preferivelmente presente em quantidades de desde 0,3 até 2 % em peso baseado no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição

e em que o polímero aglutinante é isento de grupamentos derivados de compostos isocianato funcionais etilenicamente insaturados, que são não auto-oxidáveis.

2. Composição para revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero aglutinante é isento de grupamentos derivados de compostos isocianato funcionais etilenicamente insaturados.

3. Composição para revestimento de acordo com a reivindicação 1 ou com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que a composição é isenta de íons de cobalto.

4. Composição para revestimento de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizada pelo fato de que a composição contém suficiente promotor em profundidade para que o promotor em profundidade forneça à composição para revestimento desde 0,5 até 2 % em peso de íons de metal baseados no peso do polímero aglutinante auto-oxidável na composição.

5. Composição para revestimento de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizada pelo fato de que a composição compreende um fotoiniciador adicional em combinação com a 2,2-dimetóxi-1,2-difeniletan-1-ona.

5 6. Composição para revestimento de acordo com a reivindicação 5, caracterizada pelo fato de que o fotoiniciador adicional é a canforquinona.

7. Composição para revestimento de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizada pelo fato de que os íons de metal sem ser de cobalto são de manganês e/ou de vanádio.

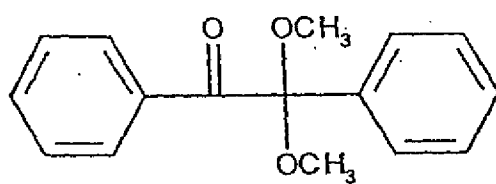
10 8. Composição para revestimento como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 7 caracterizada pelo fato de que a composição promotora de superfície contém desde 0,001 até 0,007 % em peso de íons de cobalto (baseado no peso de polímero aglutinante auto-oxidável na composição para revestimento) como seus únicos íons de metal promotores de auto-oxidação na superfície.

15 9. Método para formar uma cobertura seca de uma composição para revestimento em arquitetura a uma superfície, caracterizado pelo fato de que uma cobertura líquida da composição é aplicada à superfície a temperaturas ambientes, em que a composição contém um polímero aglutinante auto-oxidável e um sistema para promover a auto-oxidação na superfície do polímero aglutinante
20 auto-oxidável e em que o sistema é como descrito em qualquer uma das reivindicações anteriores e a composição para revestimento é exposta a irradiação de baixa energia por luz de comprimento de onda na faixa de 200 a 750nm.

10. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a luz é luz do dia natural.

25 11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a luz é proveniente de uma fonte de 40 a 250 watt.

Fig. 1



2,2-dimetoxi-1,2-difeniletan-1-ona

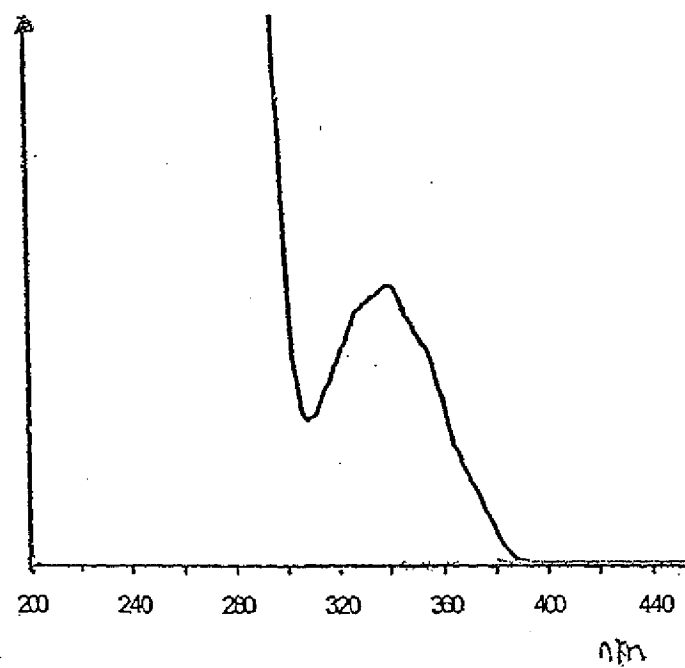


Fig. 2

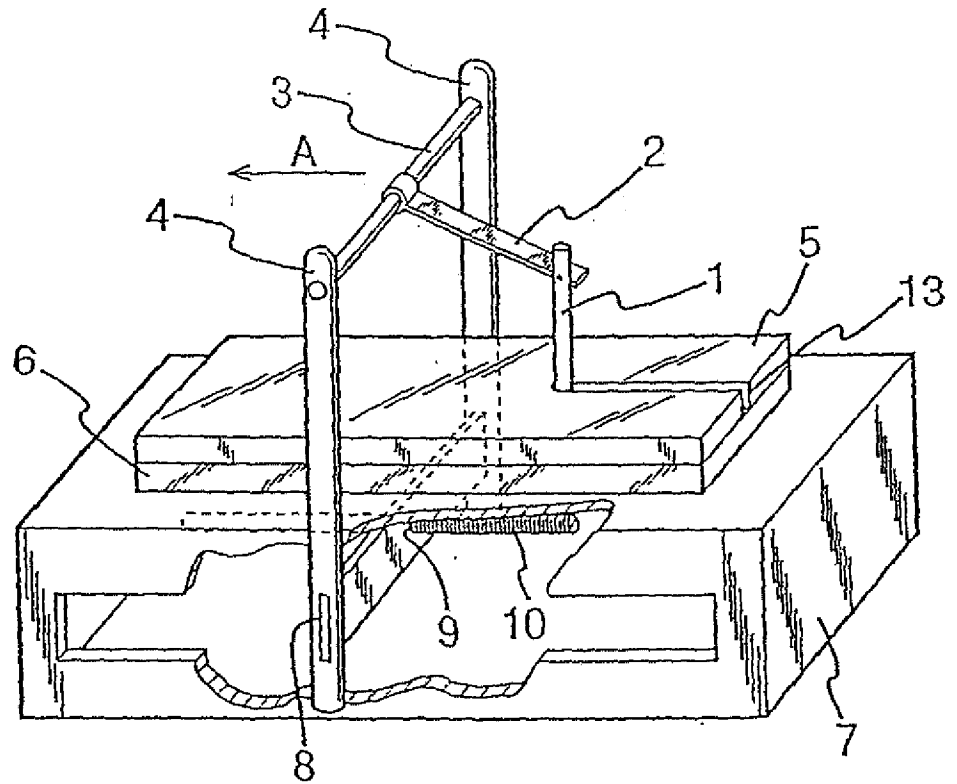


Fig. 3

