



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 269 553**

51 Int. Cl.:
C08F 230/08 (2006.01)
C08F 8/42 (2006.01)
C09D 7/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02011518 .4**
86 Fecha de presentación : **22.05.2002**
87 Número de publicación de la solicitud: **1266914**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **18.12.2002**

54 Título: **Agentes de flujo y nivelación para recubrimientos de base acuosa.**

30 Prioridad: **14.06.2001 JP 2001-179999**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.04.2007

73 Titular/es: **Kusumoto Chemicals, Ltd.**
11-13, Uchikanda 1-chome
Chiyoda-ku, Tokyo, JP

72 Inventor/es: **Kawase, Masafumi;**
Horiguchi, Takashi y
Kawahito, Shigehiro

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

Agentes de flujo y nivelación para recubrimientos de base acuosa.

5 **Campo técnico al que pertenece la invención**

La presente invención se refiere a nuevos agentes de flujo y nivelación de base silicona acrílica para recubrimientos de base acuosa que pueden proporcionar a las superficies de recubrimiento una propiedad de flujo y nivelación añadiéndolos a recubrimientos de base acuosa en pequeñas cantidades.

10 **Técnica anterior**

En los últimos años, se ha intentado utilizar recubrimientos de base acuosa en lugar de recubrimientos de base disolvente desde el punto de vista del ahorro de recursos y medidas para la contaminación medioambiental. Por ejemplo, se investiga emplear recubrimientos de base acuosa para recubrimientos de imprimación, recubrimientos de base y recubrimientos de acabado para automóviles. Esto permite que se requieran agentes de flujo y nivelación para recubrimientos de base acuosa con mayores funciones. Para cumplir este requisito, hasta ahora se han utilizado polímeros de base acrílica y aceites de silicona modificada como agentes de flujo y nivelación.

20 **Los problemas que la invención debe resolver**

Sin embargo, una propiedad de flujo y nivelación satisfactoria y una mejora en los defectos de recubrimiento no se consiguen necesariamente con estas técnicas convencionales en los sectores en que se precisa un elevado grado de apariencia como las aplicaciones para automóviles que se han investigado en los últimos años, y si se añaden grandes cantidades de agentes de flujo y nivelación para obtener una buena apariencia, se producen efectos negativos en una propiedad adhesiva capa a capa en el recubrimiento renovado o efectos negativos como la rugosidad de las superficies de las películas a las que se les ha aplicado otro recubrimiento, y se observa frecuentemente la separación de los agentes de flujo y nivelación en los recubrimientos.

En consecuencia, un objeto de la presente invención es proporcionar agentes de flujo y nivelación que se puedan utilizar en aplicaciones que precisen un elevado grado de apariencia que no se haya obtenido con los agentes de flujo y nivelación convencionales para recubrimientos de base acuosa.

Medios para resolver los problemas

Diferentes investigaciones reiteradas por los autores de la invención han revelado que los agentes de flujo y nivelación de (1), (2), (3) y (4) descritos más abajo posibilitan que se provean las películas de recubrimiento de los recubrimientos de base acuosa con esta buena propiedad de flujo y nivelación como nunca se había conseguido y que no se produzcan efectos negativos sobre la propiedad de recubrimiento renovado.

(1) Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la copolimerización de un monómero reactivo (A) que tiene un grupo trimetilsililo representado por la fórmula estructural:



en una estructura molecular y/o un monómero reactivo (B) que tiene un grupo trimetilsililo en forma de un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo representado por la fórmula estructural:



en una estructura molecular con un éster del ácido (met)acrílico (C) representada por la fórmula:

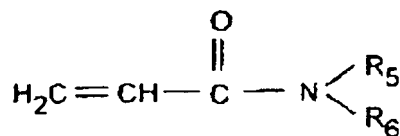


[en donde R₁ representa un átomo de hidrógeno o metilo, y R₂ representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono] y/o un éster del ácido (met)acrílico (D) representado por la fórmula:

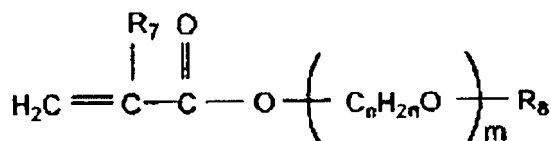


ES 2 269 553 T3

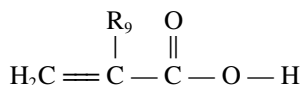
[en donde R_3 representa un átomo de hidrógeno o metilo; R_4 representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono; y n representa un número entero de 2, 3 ó 4] y acrilamida (E) representado por la fórmula:



[en donde R_5 y R_6 representa cada uno/a a un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono] y/o un éster del ácido (met)acrílico (F) representado por la fórmula:



[en donde R_7 representa a un átomo de hidrógeno o metilo; R_8 representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono; m representa un número entero de 2 a 100, y n representa a un número entero de 2, 3 ó 4; y $(\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O})_m$ significa que están presentes de 2 a 100 unidades de sólo un tipo de una unidad de glicol aparte de las tres unidades de glicol en que n es 2, 3 y 4 y que están presentes un total de 2 a 100 unidades de dos o tres tipos de las unidades de glicol aparte de los tres tipos de unidades de las arriba referidas unidades de glicol] y/o un ácido (met)acrílico (G) representado por la fórmula:



[en donde R_9 representa un átomo de hidrógeno o metilo], en donde el anterior copolímero que contiene un grupo trimetilsililo que se origina en el monómero (A) y/o el monómero (B) en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente del 5% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más, preferentemente el 10% en peso o más; y tiene un peso molecular medio en numérico de 500 a 30000, preferentemente de 1000 a 10000.

(2) Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la reacción de un copolímero de un monómero multifuncional en que se puede introducir un grupo trimetilsililo o un grupo tris(trimetilsilosil)ililo, el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) descritos en el punto anterior (1) y la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) descritos en el punto anterior (1) con un compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o un compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsilosil)ililo, en donde el anterior copolímero que contiene un grupo trimetilsililo contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente el 5% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más, preferentemente del 10% en peso o más; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000, preferentemente de 1000 a 10000.

(3) Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la copolimerización del monómero (A) y/o el monómero (B) descritos en el punto (1) anterior, el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) descritos en el punto (1) anterior, la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) descritos en el punto (1) anterior con un monómero reactivo (H) que se puede copolimerizar con ellos, en donde el copolímero anterior contiene un grupo trimetilsililo que se origina en el monómero (A) y/o el monómero (B) en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente del 5% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más, preferen-

temente del 10% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el monómero (H) en una proporción no superior al 50% en peso; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000, preferentemente de 1000 a 10000.

- 5 (4) Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la reacción de un copolímero del monómero multifuncional descrito en el punto (2) anterior, el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) descritos en el punto (1) anterior, la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) descritos en el punto (1) anterior y un monómero reactivo (H) que se puede copolimerizar con ellos con un compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o un compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo, en donde el copolímero anterior que contiene un grupo trimetilsililo contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente el 5% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más, preferentemente del 10% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el monómero (H) en una proporción no superior al 50% en peso; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000, preferentemente de 1000 a 10000.

- 20 En el copolímero en que un grupo trimetilsililo que se origina en el monómero (A) y/o el monómero (B) tiene un contenido inferior al 2% en peso, no se ha observado ningún efecto satisfactorio como el agente de flujo y nivelación para recubrimiento de base acuosa. Por otra parte, si es superior al 64% en peso, es más probable que aparezca un fenómeno próximo a la superficie rugosa que se observa en los agentes de flujo y nivelación de base silicona.

- 25 El éster del ácido de (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido de (met)acrílico (D) se copolimerizan para que proporcionen el efecto de obtener una buena propiedad de flujo y nivelación, no pudiéndose conseguir la propiedad de flujo y nivelación con otros monómeros que no sean éstos. Cuando se usa tanto (C) como (D), la proporción de los mismos es opcional, usándose preferentemente de manera que un grupo trimetilsililo esté contenido en el copolímero que contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; la unidad de copolimerización que se origina en (E) y/o (F) y/o (G) representa el 5% en peso o más, preferentemente el 10% en peso o más en total; y la unidad de copolimerización que se origina tanto en (C) como en (D) representa el 2% en peso o más, preferentemente el 5% en peso o más en total.

- 35 La acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) (concretamente, éster de polialquilenoglicol) y/o el ácido (met)acrílico (G) se copolimerizan para proveer al polímero de silicona acrílica de hidrofiliidad para posibilitar que se disperse el polímero homogéneamente en el recubrimiento de base acuosa. Cuando se emplea (E), (F) o (G), la proporción de las cantidades de los mismos es opcional, usándose preferentemente de modo que un grupo trimetilsililo esté contenido en el copolímero que contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; la unidad de copolimerización que se origina en (C) y/o (D) representa el 2% en peso o más, preferentemente el 5% en peso o más en total; y la unidad de copolimerización que se origina en (E), (F) y (G) representa el 5% en peso o más, preferentemente el 10% en peso o más en total.

- 45 El monómero multifuncional en que se puede introducir un grupo trimetilsililo o un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo se copolimeriza de antemano con (C) y/o (D) y (E) y/o (F) y/o (G), un compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o un compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo en el copolímero resultante mediante reacción de adición o reacción de condensación. También, en este caso, se observa el efecto de proporcionar a la superficie recubierta de una buena propiedad de flujo y nivelación si un grupo trimetilsililo está contenido en el copolímero que contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; la unidad de copolimerización que se origina en (C) y/o (D) está contenida en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente el 5% en peso o más; y la unidad de copolimerización que se origina en (E), (F) y (G) se contiene en una proporción del 5% en peso o más, preferentemente del 10% en peso o más.

- 55 También se observa el efecto de proveer a la superficie recubierta de una buena propiedad de flujo y nivelación en el copolímero de silicona acrílica que contiene una unidad de copolimerización que se origina en el otro monómero reactivo (H) en una proporción que cae en un intervalo que no excede del 50% en peso basado en el copolímero si un grupo trimetilsililo se contiene en el copolímero sintetizado en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; la unidad de copolimerización que se origina en (C) y/o (D) está convenida en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente del 5% en peso o más; y la unidad de copolimerización que se origina en (E) y/o (F) y/o (G) está convenida en una proporción del 5% en peso o más, preferentemente del 10% en peso o más.

- 60 Incluso si la unidad de copolimerización que se origina en el otro monómero reactivo (H) está contenida en una proporción que cae en un intervalo que no excede del 50% en peso basado en el copolímero, también se observa el efecto de proveer la superficie recubierta de una buena propiedad de flujo y nivelación en el copolímero de silicona acrílica obtenido introduciendo un compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o un compuesto que contiene un grupo de tris(trimetilsiloxi)sililo en el copolímero del monómero multifuncional en el que se puede introducir un grupo trimetilsililo o un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo, (C) y/o (D), (E) y/o (F) y/o (G) y el monómero reactivo (H) que se puede copolimerizar con ellos por reacción de adición o reacción de condensación, si un grupo trimetilsililo está contenido en una proporción del 2 al 64% en peso, preferentemente del 5 al 40% en peso; la unidad de copolimerización que se origina en (C) y/o (D) está contenida en una proporción del 2% en peso o más, preferentemente del 5% en peso

ES 2 269 553 T3

o más; y la unidad de copolimerización que se origina en (E) y/o (F) y/o (G) está contenida en una proporción del 5% en peso o más, preferentemente del 10% en peso o más.

Si el copolímero tiene un peso molecular medio numérico inferior a 500, el copolímero anteriormente mencionado mezclado en el recubrimiento no proporciona una capacidad suficientemente elevada para extenderse en una superficie recubierta en el recubrimiento, de modo que no se puede obtener una propiedad satisfactoria de flujo y nivelación. Por otra parte, si el copolímero tiene un peso molecular medio numérico superior a 30000, el copolímero no puede dispersarse de manera uniforme en el recubrimiento de base acuosa, siendo más probable que cause defectos de recubrimiento tales como surcos.

Los ejemplos del monómero reactivo (A) con un grupo trimetilsililo y el monómero reactivo (B) con un grupo trimetilsililo en forma de un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo incluyen 3-metacriloxipropiltrimetilsilano, 3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)silano y viniltris(trimetilsiloxi)silano.

Los ejemplos del compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y el compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo incluyen trimetilclorosilano, hexametildisilazano, tris(trimetilsiloxi)hidrosilano, 3-aminopropiltris(trimetilsiloxi)silano y 3-mercaptopropiltris(trimetilsiloxi)silano.

El éster del ácido (met)acrílico (C) incluye, por ejemplo, (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo normal, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de butilo normal, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de ter-butilo, (met)acrilato de octilo normal, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de isononilo y (met)acrilato de laurilo.

El éster del ácido (met)acrílico (D) incluye, por ejemplo, (met)acrilato de 2-metoxietilo, (met)acrilato de 2-etoxietilo, (met)acrilato de 2-butoxietilo, (met)acrilato de 2-octoxietilo, (met)acrilato de 2-lauroxietilo, (met)acrilato de 2-estearoxietilo, (met)acrilato de 3-metoxibutilo y (met)acrilato de 4-metoxibutilo.

La acrilamida (E) incluye, por ejemplo, acrilamida, N-metilacrilamida, N-etilacrilamida, N-isopropilacrilamida, N-butilacrilamida normal, N-terabutilacrilamida, N-2-etilhexilacrilamida, N,N-dimetilacrilamida, N,N-dietilacrilamida y diacetonaacrilamida.

El éster del ácido (met)acrílico (F) incluye, por ejemplo, (met)acrilato de etilcarbitol, (met)acrilato de metoxipoli(etilenglicol) [el número (m) de las unidades de etilenglicol es de 2 a 100], (met)acrilato de metoxipoli(propilenglicol) [el número (m) de las unidades de propilenglicol es de 2 a 100], (met)acrilato de metoxipoli(etileno-propilenglicol) [el número total del número (m) de las unidades de etilenglicol y el número de unidades de propilenglicol es de 2 a 100], (met)acrilato de metoxipoli(etileno-tetrametilenglicol) [el número total (m) del número de las unidades de etilenglicol y el número de las unidades de tetrametilenglicol es de 2 a 100], (met)acrilato de butoxipoli(etileno-propilenglicol) [el número total (m) del número de las unidades de etilenglicol y el número de propilenglicol es de 2 a 100], (met)acrilato de octoxipoli(etileno-propilenglicol) [el número total (m) del número de las unidades de etilenglicol y el número de propilenglicol es de 2 a 100], (met)acrilato de lauroxipoli(etileno-propilenglicol) [el número (m) de las unidades de etilenglicol es de 2 a 100] y (met)acrilato de lauroxipoli(etileno-propilenglicol) glicol [el número total (m) del número de las unidades de etilenglicol y el número de propilenglicol es de 2 a 100].

Los ejemplos del monómero multifuncional en que se puede introducir un grupo trimetilsililo o un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo incluyen, por ejemplo, ácido (met)acrílico, (met)acrilato de 2-hidroxietilo, (met)acrilato de glicidilo, (met)acrilato de 2-isocianatoetilo, aquellos en donde R_s es un átomo de hidrógeno en la fórmula (F), alil glicidil-éter, 2-hidroxietil-vinil-éter y 4-hidroxibutil-vinil-éter.

El monómero (H) incluye, por ejemplo, (met)acrilatos diferentes de (C), (D) y (F) descritos más arriba tales como (met)acrilato de tridecilo, (met)acrilato de miristilo, (met)acrilato de hexadecilo, (met)acrilato de estearilo, (met)acrilato de behenilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de isobonilo y (met)acrilato de nonilfenoxipoli(etilenglicol); compuestos de vinilo a base de hidrocarburos aromáticos tales como estireno, α -metilestireno, cloroestireno y viniltolueno; ésteres vinílicos o compuestos alílicos tales como acetato de vinilo, propionato de vinilo y ftalato de dialilo; éteres vinílicos tales como etil-vinil-éter, propil-vinil-éter normal, isopropil-vinil-éter, butil-vinil-éter normal, isobutil-vinil-éter, ter-butil-vinil-éter, octil-vinil-éter normal, 2-etilhexil-vinil-éter, metil-vinil-éter y ciclohexil-vinil-éter; cloruro de vinilo; cloruro de vinilideno; cloropreno; propileno; butadieno; isopreno; y fluoroolefinmaleimida.

Un método para sintetizar el copolímero de la presente invención incluye un método de polimerización en emulsión, un método de polimerización en suspensión, un método de polimerización en solución y un método de polimerización en masa. Se utilizan catalizadores de polimerización de base azo y peróxidos convencionales como iniciador para efectuar la polimerización.

Para introducir un grupo trimetilsililo en el copolímero se puede utilizar un método en el que se efectúa la reacción de polimerización y después se añade o condensa el silano reactivo con un grupo trimetilsililo.

La presente invención se refiere a las funciones del copolímero y, por tanto, los procesos de síntesis del copolímero no la restringirán en nada.

ES 2 269 553 T3

La adición del agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa a la presente invención para recubrimientos a los que se exige un elevado grado de apariencia, por ejemplo recubrimientos de base acuosa para automóviles, recubrimientos de imprimación de base acuosa para automóviles, monorecubrimientos de base acuosa para automóviles y recubrimientos de base acuosa para accesorios de alta calidad permiten proveer a la superficie recubierta de una propiedad de flujo y nivelación suficientemente alta al aplicar estos recubrimientos y evitar que se produzcan surcos y cráteres.

El momento para añadir el agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa según la presente invención es opcional, pudiéndose añadir en el transcurso de moler un pigmento o después de producir el recubrimiento.

Una cantidad de adición del agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa según la presente invención varía según el tipo de resinas para el recubrimiento y las composiciones de los pigmentos, y es normalmente del 0,01 al 5% en peso, preferentemente de 0,05 al 2% en peso basado en los vehículos de recubrimiento en términos de materias sólidas. Si se añade menos del 0,01% en peso, la superficie recubierta no puede ser provista de flujo y nivelación suficientemente alta. Por otra parte, si se añade más del 5% por peso, puede que aparezcan diversos efectos negativos al aplicar otra capa.

Efectos de la invención

El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa según la presente invención es un nuevo copolímero a base de silicona acrílica y permite proporcionar flujo y nivelación que nunca se había conseguido.

Ejemplos

La presente invención se explicará más detalladamente en lo que sigue con referencias a ejemplos.

En adelante “partes” y “%” significarán “partes en peso” y “% en peso”, respectivamente.

Ejemplo de Producción 1

Un reactor de 1000 ml equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un embudo de goteo, un termómetro y una lumbrera para introducir gas nitrógeno se cargó con 150 partes de monopropiléter de propilenglicol (en adelante se abreviará como PFG) y se calentó a 120°C mientras se introduce gas nitrógeno. Luego, la siguiente solución (a-1) se añade gota a gota a un ritmo constante con el embudo de goteo en el espacio de 2 horas.

Solución (a-1)

40	Acrilato de butilo terciario [éster del ácido (met)acrílico (C)]	75 partes
	Metacrilato de metoxipolietilenglicol (el número (m) de las unidades de etilenglicol es 23 [éster del ácido (met)acrílico (F)]	75 partes
45	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	50 partes
	PFG	150 partes
50	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	7,5 partes

Después de una hora desde que finalizó la adición gota a gota de la solución (a-1), se añadieron 2 partes de peroxi-2-etilhexaonato de butilo, y se continuó la reacción durante 2 horas manteniéndose una temperatura de 120°C. Finalizada la reacción, la solución de reacción se ajustó a una concentración del 30% por PFG para obtener un aditivo [A-1]. El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 5000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción 2

Se obtuvo un aditivo [A-2] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (a-2) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

ES 2 269 553 T3

Solución (a-2)

	Acrilato de isobutilo [éster del ácido (met)acrílico (C)]	75 partes
5	N-butilacrilamida terciaria [acrilamida (E)]	75 partes
	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	50 partes
10	PFG	150 partes
	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	10 partes
15	El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 1500 en términos de poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.	

20 Ejemplo de Producción 3

Se obtuvo un aditivo [A-3] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (a-3) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

25 Solución (a-3)

	Acrilato de 2-metoxietilo [éster del ácido (met)acrílico (D)]	40 partes
30	N,N-dimetilacrilamida [acrilamida (E)]	30 partes
	Acrilato de isononilo [éster del ácido (met)acrílico (C)]	40 partes
35	Éter butílico terciario de vinilo [monómero (H)]	40 partes
	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	50 partes
40	PFG	150 partes
	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	10 partes

45 El copolímero a base de silicona vinílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 2500 en términos de poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

50 Ejemplo de Producción 4

Se obtuvo un aditivo [A-4] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (a-4) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

55 Solución (a-4)

	N,N-dimetilacrilamida [acrilamida (E)]	100 partes
60	Acrilato de 2-butoxietilo [éster del ácido (met)acrílico (D)]	100 partes
	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	100 partes
65	PFG	150 partes
	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	15 partes

ES 2 269 553 T3

El copolímero a base de silicona vinílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 2000 en términos de poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

5 Ejemplo de Producción 5

Se obtuvo un aditivo [A-5] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (a-5) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

Solución (a-5)

Acrilato de lauroxipolietilenglicol [el número(m) de las unidades de etilenglicol es 10] [éster del ácido (met)acrílico (F)]	80 partes
Acrilato de butilo terciario [éster del ácido (met)acrílico (C)]	80 partes
Ácido acrílico [ácido (met)acrílico (G)]	80 partes
3-metacriloxipropiltrimetilsilano [monómero (A)]	80 partes
PFG	150 partes
Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	3,2 partes

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 10000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción 6

Se obtuvo un aditivo [A-6] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (a-6) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

Solución (a-6)

Acrilato de etilo [éster del ácido (met)acrílico (C)]	140 partes
N,N-dimetilacrilamida [acrilamida (E)]	145 partes
3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	15 partes
PFG	150 partes
Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	15 partes

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 3000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción 7

Se obtuvo un aditivo [A-7] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (a-7) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

ES 2 269 553 T3

Solución (a-7)

	Acrilato de 2-etoxietilo [éster del ácido (met)acrílico (D)]	25 partes
5	N,N-dimetilacrilamida [acrilamida (E)]	25 partes
	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano	250 partes
10	PFG	100 partes
	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	6 partes

15

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 8000 en cuanto al poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

20

Ejemplo de Producción 8

La reacción se efectuó de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, y después se añadió la siguiente (a-8) para obtener un aditivo [A-8], salvo que la siguiente solución (a-8a) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

25

Solución (a-8a)

30	Acrilato de butiloo terciario [éster del ácido (met)acrílico (C)]	75 partes
	N,N-dimetilacrilamida [acrilamida (E)]	75 partes
35	Metacrilato de 2-isocianatoetilo [monómero multifuncional]	50 partes
	PFG	100 partes
40	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	15 partes

(a-8b)

45	3-Aminopropiltris(trimetilsiloxi)silano [compuesto que contiene un grupo de tris(trimetilsiloxi)sililo]	150 partes
----	---	------------

50

Después de una hora desde que finalizó la adición gota a gota de la solución (a-8a), se añadieron 3 partes de peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo, y se continuó la reacción durante 2 horas manteniéndose una temperatura de 120°C. Finalizada la reacción, la solución se enfrió a temperatura ambiente, y durante una hora se le añadió gota a gota (a-8b). Después de dejarla reposar durante 24 horas, el contenido de materia no volátil se ajustó al 30% por PFG para obtener un aditivo [A-8].

55

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 3000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

60

Ejemplo de Producción 9

La reacción se efectuó de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, y después se añadió la siguiente (a-9a) para obtener un aditivo [A-9], salvo que la siguiente solución (a-9a) se sustituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

65

ES 2 269 553 T3

Solución (a-9a)

Acrilato de 2-metoxietilo [éster del ácido (met)acrílico (D)] 100 partes

Éter butílico terciario de vinilo [monómero (H)] 100 partes

Butilacrilamida terciaria [acrilamida (E)] 50 partes

Metacrilato de 2-isocianatoetilo [monómero multifuncional] 50 partes

Tolueno 50 partes

Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo 15 partes

(a-9b)

3-Aminopropiltris(trimetilsiloxi)silano [compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo] 150 partes

Después de una hora desde que finalizó la adición gota a gota de la solución (a-9a), se añadieron 3 partes de peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo, y se continuó la reacción durante 2 horas manteniéndose una temperatura de 120°C. Finalizada la reacción, la solución se enfrió a temperatura ambiente, y durante una hora se le añadió gota a gota (a-9b). Después de dejarla reposar durante 24 horas, el contenido de materia no volátil se ajustó al 30% por PFG para obtener un aditivo [A-9].

El copolímero a base de silicona vinílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 2500 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción Comparativo 1

Se obtuvo un aditivo [N-1] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (n-1) se substituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

Solución (n-1)

Acrilato de etilo [éster del ácido (met)acrílico (C)] 200 partes

3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)] 100 partes

PFG 150 partes

Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo 7,5 partes

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 6000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción Comparativo 2

Se obtuvo un aditivo [N-2] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (n-2) se substituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

ES 2 269 553 T3

Solución (n-2)

5	Metacrilato de metoxipoli(etilenglicol) (el número (m) de las unidades de etilenglicol es 23) [éster del ácido (met)acrílico (F)]	200 partes
	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	100 partes
10	PFG	150 partes
	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	10 partes

15 El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 4000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

20 Ejemplo de Producción Comparativa 3

Se obtuvo un aditivo [N-3] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (n-3) se substituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

25 Solución (n-3)

	Acrilato de etilo [éster del ácido (met)acrílico (C)]	150 partes
30	Metacrilato de metoxipoli(etilenglicol) (el número (m) de las unidades de etilenglicol es 23) [éster del ácido (met)acrílico (F)]	145 partes
	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	5 partes
35	PFG	150 partes
	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	6 partes

40 El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 7500 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

45 Ejemplo de Producción Comparativo 4

Se obtuvo un aditivo [N-4] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (n-4) se substituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

50 Solución (n-4)

55	Acrilato de etilo [éster del ácido (met)acrílico (C)]	6,5 partes
	Ácido acrílico [ácido (met)acrílico (G)]	15,5 partes
60	3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	278 partes
	PFG	150 partes
65	Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	7,5 partes

ES 2 269 553 T3

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 5000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

5 Ejemplo de Producción Comparativo 5

Se obtuvo un aditivo [N-5] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (n-5) se substituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

Solución (n-5)

Acrilato de butilo terciario [éster del ácido (met)acrílico (C)]	150 partes
Metacrilato de metoxipolietilenglicol (el número (m) de las unidades de etilenglicol es 23) [éster del ácido (met)acrílico (F)]	150 partes
3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	100 partes
PFG	50 partes
Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	0,5 partes

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 45000 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción Comparativo 6

Se obtuvo un aditivo [N-6] de la misma manera que en el Ejemplo de Producción 1, salvo que la siguiente solución (n-6) se substituyó por la solución (a-1) utilizada en el Ejemplo de Producción 1.

Solución (n-6)

Acrilato de butilo terciario [éster del ácido (met)acrílico (C)]	50 partes
N-butilacrilamida terciaria[acrilamida (E)]	50 partes
3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)-silano [monómero (B)]	50 partes
PFG	350 partes
Peroxi-2-etilhexaonato de t-butilo	15 partes

El copolímero a base de silicona acrílica sintetizado tenía un peso molecular medio numérico de 400 en términos del poliestireno, que se determinó mediante cromatografía de permeación en gel.

Ejemplo de Producción Comparativo 7

AQ-200 (fabricado por Kusumoto Chemicals, Ltd.) se utilizó como agente de flujo y nivelación de una base de copolímero acrílico comercialmente disponible. Se designó como aditivo [N-7].

Ejemplo de Producción Comparativo 8

Byk-348 (fabricado por Byk Chemie Co., Ltd.) se utilizó como agente de flujo y nivelación de una base de silicona comercialmente disponible. Se designó como aditivo [N-8].

ES 2 269 553 T3

TABLA 1

Polímeros utilizados en los ejemplos de producción

	Nombre de la muestra	Peso molecular medio numérico	Ingrediente activo (%)
Ejemplo de Producción 1	A-1	5000	30
Ejemplo de Producción 2	A-2	1500	30
Ejemplo de Producción 3	A-3	2500	30
Ejemplo de Producción 4	A-4	2000	30
Ejemplo de Producción 5	A-5	10000	30
Ejemplo de Producción 6	A-6	3000	30
Ejemplo de Producción 7	A-7	8000	30
Ejemplo de Producción 8	A-8	3000	30
Ejemplo de Producción 9	A-9	2500	30

TABLA 2

Polímeros utilizados en los ejemplos de producción comparativos

	Nombre de la muestra	Peso molecular medio numérico	Ingrediente activo (%)
Ejemplo de Producción Comparativo 1	N-1	6000	30
Ejemplo de Producción Comparativo 2	N-2	4000	30
Ejemplo de Producción Comparativo 3	N-3	7500	30
Ejemplo de Producción Comparativo 4	N-4	5000	30
Ejemplo de Producción Comparativo 5	N-5	45000	30
Ejemplo de Producción Comparativo 6	N-6	400	30
Ejemplo de Producción Comparativo 7	N-7	-	20
Ejemplo de Producción Comparativo 8	N-8	-	100

ES 2 269 553 T3

Ejemplo de ensayo de recubrimiento 1

Ensayo de la propiedad de flujo y nivelación con recubrimiento de base acuosa

- 5 Se testó la propiedad de flujo y nivelación de la composición de recubrimiento de base acuosa con las proporciones mostradas en la Tabla 3.

Preparación de un recubrimiento de base metálica

- 10 Una composición A, una composición B y una composición C, mostradas cada una en la Tabla 3 se mezclaron homogéneamente en este orden mientras se agitaba con un dispersador para preparar un recubrimiento de base metálica acuosa de base melamina acrílica. El recubrimiento resultante se controló a un pH de 7,8 mediante dimetiletanolamina y después se diluyó con agua destilada de modo que la viscosidad en de 30 segundos (20°C) en términos de la Copa Ford n° 4. Se añadió un aditivo mostrado en la Tabla 1 o la Tabla 2 al recubrimiento de base acuosa así preparado, para que el contenido de ingrediente fuese del 0,3% basado en el recubrimiento, y la mezcla se agitó homogéneamente mediante el dispersador.

Preparación de plancha de recubrimiento de imprimación de base disolvente

- 20 Se controló la viscosidad de un recubrimiento de imprimación de base disolvente que tiene una composición mostrada en la Tabla 5 con un disolvente diluyente, de modo que la viscosidad era de 18 segundos en términos de la copa Ford n° 4, y después se aplicó el recubrimiento sobre una hojalata (0,3 mm x 200 mm x 300 mm) mediante pulverización de aire y se coció en un horno a 140°C durante 20 minutos. Se prepararon tres planchas de recubrimiento de imprimación de base disolvente para cada muestra de ensayo. Tras su enfriamiento a temperatura ambiente, se dejó caer una gota de agua sobre una chapa de recubrimiento de imprimación de base disolvente y se secó a 80°C.

Una vez seca la gota de agua, el aditivo permaneció en el estado en que se preparó y se concentró. Después, se adhirió aceite de máquinas como contaminante en otra plancha de recubrimiento de imprimación. La plancha de recubrimiento de imprimación de base disolvente restante se utilizó como el recubrimiento de base acuosa.

30

Ensayo de propiedad de flujo y nivelación

- El recubrimiento de base metálica preparado arriba se dejó reposar durante 24 horas y luego se aplicó sobre la plancha de recubrimiento de imprimación de base disolvente mediante pulverizador de aire de modo que el grosor de la película tras su secado fuese de 15/ μ . Tras secar la película en un horno a 80°C durante 10 minutos, se valoró visualmente la propiedad de flujo y nivelación de la superficie de recubrimiento de base metálica. Después, se aplicó sobre la misma una capa transparente de acabado mostrada en la Tabla 4 mediante el pulverizador de air, de modo que el grosor de la película tras su secado fuese de 40/ μ , y después de dejar solidificar durante 10 minutos, se coció en un horno a 140°C durante 20 minutos. Se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se observó visualmente la propiedad de flujo y nivelación de la superficie a la que se aplicó la capa transparente de acabado para evaluar la propiedad de recubrimiento de acabado.

40

Evaluación de la propiedad de flujo y nivelación

- 45 La propiedad de flujo y nivelación del propio recubrimiento de base acuosa y el estado de la superficie tras aplicar la capa transparente de acabado se observaron respectivamente de manera visual para evaluarlos según cinco grados de “mejor” (5) a “peor” (1). (Las diferencias en las calidades de la capa de acabado entre estas superficies a las que se les aplicó capa de acabado fueron considerablemente relevantes para el tipo de agentes de flujo y nivelación añadidos al recubrimiento de base metálica.) Además, se contaron de manera visual los números de roturas y cráteres observados en la película de recubrimiento que se aplicó sobre el contaminante para evaluarlos según los cinco grados de “mejor” (5) a “peor” (1). En la Tabla 6 se muestran sus resultados.

50

Ejemplo de ensayo de Recubrimiento 2

- 55 *Evaluación con recubrimiento de imprimación de base acuosa*

Prueba de propiedad de flujo y nivelación

- 60 Se añadieron los aditivos mostrados en la Tabla 1 o la Tabla 2 a un recubrimiento de imprimación de base acuosa con una composición mostrada en la Tabla 7, y la mezcla se agitó homogéneamente con un dispersador. Se prepararon tres planchas electrodepositadas de manera catiónica (0,8/mm x 200/mm x 300/mm) para cada muestra de ensayo. Se puso una huella dactilar con un dedo sobre el que se había aplicado crema de manos en la primera plancha electrodepositada de manera catiónica. Se adhirió aceite de máquinas como contaminante en otra plancha electrodepositada de manera catiónica. Se aplicó un recubrimiento de imprimación de base acuosa para investigación en la plancha electrodepositada de manera catiónica restante tal como estaba. Tras 24 horas desde la adición del aditivo para el ensayo, se diluyó un recubrimiento de imprimación de base acuosa con agua destilada para que tuviese una viscosidad de 25 segundos según la Copa Ford n° 4. Este recubrimiento de imprimación de base acuosa se aplicó sobre la plancha electrodepositada de manera catiónica mediante el pulverizador de aire para que el grosor de la película después de

65

ES 2 269 553 T3

secarse fuese de $30/\mu$. Tras dejar solidificar durante 10 minutos, se secó en un horno a 80°C durante 10 minutos y después se coció en un horno a 160°C durante 25 minutos.

La capacidad para aplicar una segunda capa se ensayó de la siguiente manera. Se valoró la propiedad de flujo y nivelación del recubrimiento de imprimación de base acuosa aplicado sobre la plancha electrodepositada de manera catiónica, y después se le aplicó un recubrimiento de imprimación de base disolvente mostrado en la Tabla 5 mediante un pulverizador de aire para que el grosor de la película tras su secado fuese de $30/\mu$. Tras dejar solidificar durante 5 minutos, se coció en un horno a 140°C durante 20 minutos. El producto cocido se dejó enfriar a temperatura ambiente, y se observó de manera visual la propiedad de flujo y nivelación de la superficie a la que se había aplicado una capa transparente de acabado para valorar la propiedad del recubrimiento de imprimación de base disolvente.

Evaluación de la propiedad de flujo y nivelación

Se observó visualmente el estado superficial para evaluar la propiedad de flujo y nivelación según los cinco grados de “mejor” (5) a “peor” (1). (Las diferencias en los grados de la capa de acabado entre estas superficies a las que se les aplicó una capa de acabado fueron considerablemente relevantes para el tipo de agentes de flujo y nivelación añadidos al recubrimiento de imprimación de base acuosa.) Además, se contaron de manera visual los números de roturas y cráteres observados en la película de recubrimiento que se aplicó sobre el contaminante para valorarlos según los cinco grados de “mejor” (5) a “peor” (1). En la Tabla 8 se muestran sus resultados.

Evaluación de la propiedad adhesiva capa a capa

Se aplicó el recubrimiento de imprimación de base disolvente sobre una plancha recubierta con el recubrimiento de imprimación de base acuosa, y se utilizó para ensayar la propiedad adhesiva capa a capa. Se realizaron cien bloques de cortes transversales con una anchura igual de 1 mm en un cuadrado de 10 mm x 10 mm sobre la plancha recubierta mediante un cúter para efectuar la prueba de descamación con una cinta adhesiva de celofán y se contó el número de las partes restantes de dicha película de imprimación. Los resultados se muestran en la Tabla 8.

TABLA 3

Composición del recubrimiento de base metálica acuosa

Nombre de la materia prima	Cantidad (partes)	Fabricante de la materia prima
Composición A		
Setalux 6801 AQ-24	480	AZKO NOBEL
Setamine MS-155 AQ-80	47	AZKO NOBEL
2-butoxietanol	41	Kyoei solvent Co., Ltd
Agua destilada	255	
Solución acuosa al 10% de dimetiletanolamina	10	
Composición B		
Pasta de aluminio: AW-7000R#	37,5	Asahi Chemical Ind. Co., Ltd
2-butoxietanol	33,0	Kyoei solvent Co., Ltd
Setal 6306 SS-66	31,5	AZKO NOBEL
Dimetiletanolamina	1,0	Kanto Chemical Ind. Co., Ltd.
Composición C		
Setal 6307 SQ-26	64	AZKO NOBEL

ES 2 269 553 T3

TABLA 4

Composición del recubrimiento transparente de acabado

Nombre de la materia prima	Cantidad (partes)	Fabricante de la materia prima
Jhuncryl 500	203,6	Jhonson Polymer Co., Ltd.
Cymel 325	69,7	Mitsui Cytec Co., Ltd.
Nacure 5528	0,88	King Industries
Agente de flujo y nivelación: Disparlon LHP-90	0,7	Kusumoto Chemicals, Ltd.
Agente antiespumante: Disparlon AP-10	1,75	Kusumoto Chemicals, Ltd.
disolvente diluyente *)	97,7	

*) Disolvente diluyente:

Solvesso #100/metil-isobutil-cetona/alcohol butílico = 30/30/40

TABLA 5

Composición de capa intermedia de base disolvente

Nombre de la materia prima	Cantidad (partes)	Fabricante de la materia prima
Becksol EY-3002-65	15,0	Dainippon Ink & Chemicals, Inc.
Becksol 57-1362	30,0	Dainippon Ink & Chemicals, Inc.
Dióxido de titanio CR-93	34,3	Ishihara Sangyo Kaisha., Ltd.
Negro de carbono MA-100	0,7	Mitsubishi Chemical Corp.
Super Becamine G-821-60	20,0	Dainippon Ink & Chemicals, Inc.
Disolvente diluyente *)	65,0	
Disparlon L-1984-50 (agente de nivelación)	0,45	Kusumoto Chemicals, Ltd.
Disparlon AP-10 (agente antiespumante)	0,45	Kusumoto Chemicals, Ltd.

*) Disolvente diluyente:

Solvesso #100/xileno/butil-cellosolve/alcohol butílico = 40/30/20/10

ES 2 269 553 T3

TABLA 6

Resultados del ensayo de agentes de flujo y nivelación para recubrimiento de base acuosa

Nombre de la muestra	Cantidad de adición (%)	Propiedad de flujo y nivelación del recubrimiento de base acuosa	Propiedad de recubrimiento de la capa transparente de acabado	Rotura causada por contaminante	
				Marca de gota de agua	Aceite de máquinas
A-1	1,0	5	5	5	5
A-2	1,0	5	5	5	5
A-3	1,0	5	5	5	5
A-4	1,0	4	5	3	3
A-5	1,0	5	5	5	5
A-6	1,0	3	5	3	3
A-7	1,0	4	3	5	5
A-8	1,0	5	5	5	5
A-9	1,0	4	5	4	5
N-1	1,0	-	-	-	-
N-2	1,0	2	5	1	1
N-3	1,0	1	5	1	1
N-4	1,0	2	1	3	5
N-5	1,0	-	-	-	-
N-6	1,0	1	5	1	1
N-7	1,5	4	5	4	1
N-8	0,3	5	3	3	1

*) Los resultados de la evaluación marcados con – mostraron que el aditivo no se podía dispersar de manera homogénea y que la película de recubrimiento no se podía formar.

TABLA 7

Comparación de la capa intermedia de base acuosa

Nombre de la materia prima	Cantidad (partes)	Fabricante de la materia prima
Setal X11366	520,0	AZKO NOBEL
Sulfato de bario: W-1	160,9	Takehara chemical Co., Ltd.
Dióxido de titanio: JR-600A	160,9	Tayca Corporation
Negro de carbono: MA-100	1,2	Mitsubishi Chemical Corp.
SetamineMS-155AQ-80	73,1	AZKO NOBEL
Carbitol butílico	23,4	Kyoei Solvent Co., Ltd.
Agua destilada	25,0	

ES 2 269 553 T3

TABLA 8

Resultados del ensayo de agentes de flujo y nivelación para recubrimiento de imprimación de base acuosa

Nombre de la muestra	Cantidad de adición (%)	Propiedad de flujo y nivelación del recubrimiento de imprimación de base acuosa	Propiedad de recubrimiento de la capa de imprimación de base solvente	Propiedad adhesiva capa a capa	Rotura causada por contaminante	
					Crema de manos	Aceite de máquinas
A-1	1,0	5	5	100/100	5	5
A-2	1,0	5	5	100/100	5	5
A-3	1,0	5	5	100/100	5	5
A-4	1,0	4	5	100/100	3	3
A-5	1,0	5	5	100/100	5	5
A-6	1,0	3	5	90/100	3	2
A-7	1,0	4	3	100/100	5	5
A-8	1,0	5	5	100/100	5	5
A-9	1,0	4	5	100/100	5	4
N-1	1,0	-	-	-	-	-
N-2	1,0	2	5	100/100	2	2
N-3	1,0	1	5	50/100	1	1
N-4	1,0	3	1	100/100	5	5
N-5	1,0	-	-	-	-	-
N-6	1,0	1	5	25/100	1	1
N-7	1,5	4	2	50/100	1	1
N-8	0,3	5	3	50/100	3	1

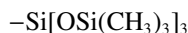
*) Los resultados de la evaluación marcados con – mostraron que el aditivo no se podía dispersar de manera homogénea y que la película de recubrimiento no se podía formar.

REIVINDICACIONES

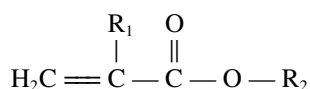
1. Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la copolimerización de un monómero reactivo (A) que tiene un grupo trimetilsililo representado por la fórmula estructural:



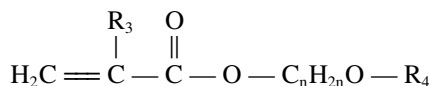
en una estructura molecular y/o un monómero reactivo (B) que tiene un grupo trimetilsililo en forma de un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo representado por la fórmula estructural:



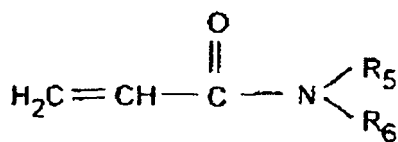
en una estructura molecular con un éster del ácido (met)acrílico (C) representado por la fórmula:



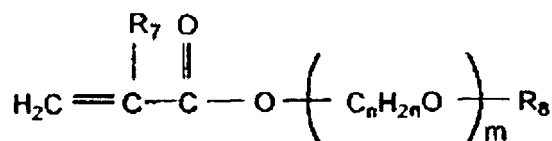
[en donde R_1 representa un átomo de hidrógeno o metilo, y R_2 representa un grupo alquilo que tiene 1 a 12 átomos de carbono] y/o un éster del ácido (met)acrílico (D) representado por la fórmula:



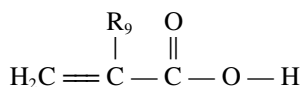
[en donde R_3 representa un átomo de hidrógeno o metilo; R_4 representa un grupo alquilo que tiene 1 a 18 átomos de carbono; y n representa un número entero de 2, 3 ó 4] y acrilamida (E) representada por la fórmula:



[en donde R_5 y R_6 representan cada uno un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene 1 a 18 átomos de carbono] y/o un éster del ácido (met)acrílico (F) representado por la fórmula:



[en donde R_7 representa un átomo de hidrógeno o metilo; R_8 representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene 1 a 18 átomos de carbono; m representa a un número entero de 2 a 100, y n representa un número entero de 2, 3 ó 4; y $(\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O})_m$ significa que 2 a 100 unidades de sólo un tipo de una unidad de glicol aparte de las tres unidades de glicol en que n es 2, 3 y 4 están presentes y que está presente un total de 2 a 100 unidades de dos o tres tipos de las unidades de glicol aparte de tres tipos de unidades de las arriba referidas unidades de glicol] y/o un ácido (met)acrílico (G) representado por la fórmula:



[en donde R_9 representa un átomo de hidrógeno o metilo], en donde el anterior copolímero que contiene un grupo trimetilsililo contiene un grupo trimetilsililo que se origina en el monómero (A) y/o el monómero (B) en una proporción del 2 al 64% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C)

y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000.

5 2. Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la reacción de un copolímero de un monómero multifuncional en que se puede introducir un grupo trimetilsililo o un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo, el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) descritos en la reivindicación 1 y la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) descritos en la reivindicación 1 con un compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o un compuesto con un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo, en donde el anterior copolímero que contiene un grupo trimetilsililo contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000.

3. Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la copolimerización del monómero (A) y/o el monómero (B) descritos en la reivindicación 1, el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) descritos en la reivindicación 1, y la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) descritos en la reivindicación 1 con un monómero reactivo (H) que se puede copolimerizar con ellos, en donde el copolímero anterior contiene un grupo trimetilsililo que se origina en el monómero (A) y/o el monómero (B) en una proporción del 2 al 64% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el monómero (H) en una proporción no superior al 50% en peso; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000.

4. Un agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa que comprende de un copolímero que contiene un grupo trimetilsililo obtenido mediante la reacción de un copolímero del monómero multifuncional descrito en la reivindicación 2, el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) descritos en la reivindicación 1, la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) descritos en la reivindicación 1 y un monómero reactivo (H) que se puede copolimerizar con ellos con un compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o un compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo, en donde el copolímero con un grupo trimetilsililo contiene un grupo trimetilsililo en una proporción del 2 al 64% en peso; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el éster del ácido (met)acrílico (C) y/o el éster del ácido (met)acrílico (D) en una proporción del 2% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en la acrilamida (E) y/o el éster del ácido (met)acrílico (F) y/o el ácido (met)acrílico (G) en una proporción del 5% en peso o más; contiene una unidad de copolimerización que se origina en el monómero (H) en una proporción no superior al 50% en peso; y tiene un peso molecular medio numérico de 500 a 30000.

5. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el monómero (A) y/o el monómero (B) se seleccionan del grupo que consiste en 3-metacriloxipropiltrimetilsilano, 3-metacriloxipropiltris(trimetilsiloxi)silano y viniltris(trimetilsiloxi)silano.

6. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el compuesto que contiene un grupo trimetilsililo y/o el compuesto que contiene un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo se seleccionan del grupo que consiste en trimetilclorosilano, hexametildisilazano, tris(trimetilsiloxi)hidrosilano, 3-aminopropiltris(trimetilsiloxi)silano y 3-mercaptopropiltris(trimetilsiloxi)silano.

7. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el éster del ácido (met)acrílico (C) se selecciona del grupo que consiste en (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo normal, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de butilo normal, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de butilo terciario, (met)acrilato de octilo normal, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de isononilo y (met)acrilato de laurilo.

8. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el éster del ácido (met)acrílico (D) se selecciona del grupo que consiste en (met)acrilato de 2-metoxietilo, (met)acrilato de 2-etoxietilo, (met)acrilato de 2-butoxietilo, (met)acrilato de 2-octoxietilo, (met)acrilato de 2-lauroxietilo, (met)acrilato de 2-estearoxietilo, (met)acrilato de 3-metoxibutilo y (met)acrilato de 4-metoxibutilo.

9. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la acrilamida (E) se selecciona del grupo que consiste en acrilamida, N-metilacrilamida, N-etilacrilamida, N-isopropilacrilamida, N-butilacrilamida normal, N-butilacrilamida terciaria, N-2-etilhexilacrilamida, N,N-dimetilacrilamida, N,N-diethylacrilamida y diacetonaacrilamida.

10. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el éster del ácido (met)acrílico (F) se selecciona del grupo que consiste en (met)acrilato de

etilcarbitol, (met)acrilato de metoxipolietilenglicol, (met)acrilato de metoxipolipropilenglicol, (met)acrilato de metoxipoli(etileno-propileno)glicol, (met)acrilato de metoxipoli(etileno-tetrametileno)glicol, (met)acrilato de butoxipoli(etileno-propileno) glicol, (met)acrilato de octoxipoli(etileno-propileno)glicol, (met)acrilato de lauroxipolietilenglicol y (met)acrilato de lauroxipoli(etileno-propileno)glicol.

11. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, donde el monómero multifuncional se selecciona del grupo que consiste en ácido (met)acrílico, (met)acrilato de 2-hidroxietilo, (met)acrilato de glicidilo, (met)acrilato de 2-isocianatoetilo, aquellos en donde R_8 es un átomo de hidrógeno en la fórmula que representa el éster del ácido (met)acrílico (F), alil-glicidil-éter, 2-hidroxietil-vinil-éter y 4-hidroxibutil-vinil-éter.

12. El agente de flujo y nivelación para un recubrimiento de base acuosa descrito en la reivindicación 3 ó 4, en donde el monómero multifuncional (H) se selecciona del grupo que consiste en (met)acrilatos diferentes de (C), (D) y (F) arriba descritos, tal como (met)acrilato de tridecilo, (met)acrilato de miristilo, (met)acrilato de hexadecilo, (met)acrilato de estearilo, (met)acrilato de behenilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de isobonilo y (met)acrilato de nonilfenoxipolietilenglicol; compuestos de vinilo a base de hidrocarburos aromáticos, tales como estireno, α -metilestireno, cloroestireno y viniltolueno; ésteres vinílicos o compuestos alílicos como acetato de vinilo, propionato de vinilo y ftalato de dialilo; éteres vinílicos, tales como etil-vinil-éter, propil-vinil-éter normal, isopropil-vinil-éter, butil-vinil-éter normal, isobutil-vinil-éter, ter-butil-vinil-éter, octil-vinil-éter normal, 2-etilhexil vinil éter, metil vinil éter y ciclohexil vinil éter; cloruro de vinilo; cloruro de vinilideno; cloropreno; propileno; butadieno; isopreno; y fluoroolefinmaleimida.