(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 337 180**

(51) Int. Cl.:
C08G 63/685 (2006.01)
C09D 167/08 (2006.01)
C08G 63/48 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **06723200 .9**
(96) Fecha de presentación : **03.03.2006**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1853642**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **14.11.2007**

(54) Título: **Dispersión alquídica autorreticulante.**

(30) Prioridad: **04.03.2005 US 658522 P**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.04.2010

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.04.2010

(73) Titular/es:
COOK COMPOSITES & POLYMERS COMPANY
820 East 14th Avenue
North Kansas City, Missouri 64114, US

(72) Inventor/es: **Julien, Tim;**
Ryer, Dennis y
Willhite, John

(74) Agente: **Isern Jara, Jorge**

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).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Dispersión alquídica autorreticulante.

Esta invención se refiere en general a recubrimientos de polímeros alquídicos y más específicamente a resinas alquídicas modificadas de utilidad para recubrimientos, y métodos para fabricar estas resinas.

Los recubrimientos de madera tienen deseablemente tiempos rápidos de secado, buen bloqueado del tanino, buena resistencia a la suciedad, buena estabilidad a la caja caliente y buena durabilidad al exterior. Mientras que los recubrimientos que tienen estas propiedades en alguna extensión son ya conocidos, es necesario mejorar todavía dichas propiedades, especialmente el bloqueo del tanino.

El tanino constituye un grupo de compuestos solubles que se encuentra en estado natural en la madera y el material vegetal. La solubilidad del tanino permite que los compuestos de tanino exuden través de la madera y el recubrimiento, formando por lo tanto, manchas sobre la superficie de la madera o del recubrimiento. La eliminación del tanino del substrato de la madera no es práctica, de manera que el exudado de tanino debe ser bloqueado para que no alcance la superficie con el fin de evitar que forme manchas. El control del exudado del tanino mediante la adición de compuestos químicos con iones activos al recubrimiento, antes de la aplicación, es ya bien conocido en la técnica. Sin embargo estos aditivos tienen típicamente consecuencias adversas sobre otras propiedades del recubrimiento, tales como la viscosidad, la estabilidad o la longevidad y/o no son beneficiosas para el medio ambiente.

En una versión, la invención es una resina que comprende el producto de reacción que se obtiene por reacción de un polímero alquídico (resina) y opcionalmente un surfalquido con una mezcla de diacetona acrilamida, monómeros de acrilato y opcionalmente monómeros aromáticos, para formar un polímero alquílico acrilado y neutralizando el polímero alquídico acrilado con amoníaco o bien una amina.

En otra versión, la invención es una composición para recubrimiento, la cual comprende una dispersión acuosa de: (i) por lo menos una resina, la cual puede obtenerse por reacción de un polímero alquídico y opcionalmente un surfalquido con una mezcla de diacetona acrilamida, monómeros de acrilato y opcionalmente monómeros aromáticos, para formar un polímero alquídico acrilado y neutralizando el polímero alquídico acrilado con amoníaco o bien una amina, y (ii) por lo menos un agente de reticulación.

Otra versión de la invención es un procedimiento para la elaboración de una composición para recubrimiento, el cual procedimiento comprende: la reacción de un polímero alquídico y opcionalmente un surfalquido, con diacetona acrilamida, monómeros de acrilato y opcionalmente monómeros aromáticos, para formar un polímero alquídico acrilado; neutralización del polímero alquídico acrilado con amoníaco o bien una amina; y mezclando el polímero alquídico acrilado con agua y un agente de reticulación, para formar una dispersión acuosa. Una dispersión acuosa de resina que comprende en forma dispersa por lo menos una resina de acuerdo con la invención, es otro objetivo de la presente invención.

Todavía en otra versión, la invención es un procedimiento para la neutralización de un polímero alquídico, el cual procedimiento comprende: la reacción, bien del amoníaco o bien de una amina, con un polímero alquídico, más particularmente un polímero alquídico (resina) modificado de acuerdo con la presente invención.

A continuación, se describe el procedimiento para la fabricación de los compuestos inventados. En todos los pasos está presente o puede estarlo, un disolvente o un co-disolvente, el cual está normalmente o de preferencia, presente. Codisolventes adecuados son ya conocidos en la técnica. Un ejemplo de un co-disolvente adecuado es el dipropilenglicol monometiléter (DPGMME).

En primer lugar, se obtiene o se prepara una resina alquídica. Una resina alquídica es un polímero para recubrimiento termoendurecible, químicamente similar a un poliéster. La resina alquídica está formada por la condensación y polimerización de un poliol, un ácido polibásico y opcionalmente un ácido monobásico que normalmente es un modificador de aceite secante. Los polioles y ácidos se hacen reaccionar o "se cuecen" (reaccionan) en un reactor, y el agua o alcohol producido durante la reacción, se elimina. La cocción (reacción) tiene típicamente una duración de 12-24 horas a una temperatura de 230-250ºC, aunque pueden emplearse tiempos más altos (más largos) o más bajos (más cortos), o temperaturas más altas o más bajas. El grado de polimerización se controla por medio de la reacción y viene indicado por el índice de acidez, de manera que un índice de acidez alto, indica grupos carboxilo libres y una polimerización incompleta. Los ácidos polibásicos pueden ser no saturados, típicamente el ácido o el anhídrido maleico, o saturados, por ejemplo, el ácido o el anhídrido ftálico, el ácido isoftálico, el ácido fumárico, el anhídrido trimelítico y el ácido adípico. El poliol puede ser típicamente, la glicerina o glicol como por ejemplo el etilenglicol, el dietilenglicol, la glicerina, el propilenglicol, el dipropilenglicol y el neopentilglicol. Los aceites secantes son habitualmente productos naturales, como por ejemplo el aceite de linaza, aceite de tung, aceite de perilla, aceite de soja, aceite de pescado, y aceites de ricino deshidratados o sus ácidos grasos. Los ácidos monobásicos no grasos empleados habitualmente, incluyen el ácido benzoico, el ácido butilbenzoico y el ácido dimetilolpropiónico. Otros modificadores incluyen resinas, como por ejemplo, la colofonia, fenol-formaldehido, urea-formaldehído, estireno, alfa metil estireno, viniltolueno, ésteres acrílicos e intermedios de silicona, como ya son bien conocidos en la técnica. Un catalizador de transesterificación adecuado puede emplearse en ambos métodos de preparación, por ejemplo el litargirio o un alcóxido de titanio. El ratio entre los reactantes empleados para obtener la resina alquídica es de preferencia tal que

proporciona de un 5 a un 30% de exceso de poliol por encima del necesario para esterificar todos los ácidos presentes. Dichas resinas alquídicas son ya bien conocidas en la técnica, y son fácilmente adquiribles a partir de fuentes comerciales como, por ejemplo, la firma Cook Composites and Polymers.

La resinas alquídicas pueden ser clasificadas por la longitud del aceite, la cual es el número de gramos de aceite empleados para preparar 100 gramos de resina (también definido como el tanto por ciento de aceite en la resina). Las resinas alquídicas de aceite cortas tienen menos del 45% de aceite, la resinas de aceite medianas tienen entre 45-55% de aceite, y las resinas de aceite largas tienen más del 55% de aceite. Como ya se conoce en la técnica, mayores longitudes de los aceites, dan por resultado resinas de viscosidad generalmente más baja, menor dureza de la resina, menor resistencia al agua, y mayor flexibilidad de la película. Una persona experta en la técnica puede determinar rutinariamente una longitud apropiada del aceite para la resina alquídica, en base a las propiedades deseadas de la resina.

Opcionalmente, puede emplearse un surfalquido (el cual significa un compuesto alquídico de superficie activa o un compuesto alquídico como agente surfactante), junto con la resina alquídica. Los surfalquidos pueden ser o se obtienen mediante la reacción del polietilenglicol (PEG) y un ácido (incluyendo los poliácidos). En una versión, el surfalquido se obtiene empleando un PEG con un peso molecular de 600. El PEG se hace reaccionar en una reacción de condensación de dos etapas con varios ácidos incluyendo en primer lugar un ácido graso dímero (DFA), y en segundo lugar, un ácido graso del aceite de ricino deshidrogenado (DCO). El DFA es una mezcla de 3 partes de un ácido dímero que tiene 2 funcionalidades (2 grupos funcionales ácido), y una parte de un ácido trímero que tiene 3 funcionalidades (3 grupos funcionales ácido). La reacción de la primera etapa con DFA da un peso molecular del compuesto alquídico según el ácido trímero permita la ramificación de la cadena transversal. En la segunda etapa, la resina de la primera etapa se hace reaccionar con el DCO. El DCO es un monoácido de 17 a 19 átomos de carbono con 1-3 dobles enlaces conjugados para las propiedades de secado al aire. La reacción se da por terminada cuando se alcanza un valor diana del índice de acidez y de la viscosidad. La presencia de radicales largos a partir del PEG proporciona regiones hidrofílicas a la resina surfalquido, con lo cual se imparten propiedades de superficie activa. Los surfalquidos que pueden emplearse para esta invención pueden obtenerse también de acuerdo con las descripciones de la patente USP 4.410.687, incorporada a la presente como referencia.

A continuación, se modifica la resina alquídica, y más particularmente se acrila mediante la reacción con diacetona acrilamida (DAAM), y otros monómeros de acrilato, opcionalmente en presencia de monómeros aromáticos. El % en p/p de los monómeros que se modifican con respecto al compuesto alquídico modificado final, puede variar de un 10% a un 40%, de preferencia de aproximadamente un 10% a aproximadamente un 35%, y con más preferencia de aproximadamente un 15% a aproximadamente un 30%. El % p/p de DAAM en la resina alquídica modificada final puede variar desde un 1% hasta un 20%, de preferencia desde aproximadamente un 1% hasta aproximadamente un 10%, y con más preferencia desde aproximadamente un 5% hasta aproximadamente un 8,5%, con la condición de que el total de monómeros que se modifican satisfaga el contenido citado anteriormente. Los otros monómeros de acrilato son típicamente por lo menos, un monómero de ácido acrílico, de ácido metacrílico, de ésteres de estos ácidos o de acrilonitrilo, con más preferencia de ácido acrílico o monómeros de ésteres de ácido (met)acrílico que comprenden además ácido acrílico. El empleo del ácido acrílico así como uno de dichos acrilatos (monómeros de acrilato), ayuda a impartir dispersibilidad a las resinas. Típicamente, otros monómeros reactivos están presentes durante la reacción de acrilación. Ejemplos de otros monómeros reactivos son monómeros aromáticos como por ejemplo el estireno o derivados de estireno, incluyendo los viniltoluenos. El % p/p de monómeros aromáticos puede variar desde un 0% hasta un 50%, y de preferencia desde un 0% hasta un 40% de los monómeros que se modifican, y de preferencia desde aproximadamente un 1% a aproximadamente un 30%, y con mayor preferencia desde aproximadamente un 25%. El índice de acidez de la composición de monómeros que se modifican, puede variar desde 50 a 120 mg y de preferencia desde 80 a 110 mg de KOH/g.

El índice de acidez final de la resina alquídica modificada final, oscila de 21 a 26 mg de KOH/g, y de preferencia de 22 a 25 mg de KOH/g.

El peso molecular Mw de la resina alquídica modificada final resultante, puede variar desde aproximadamente 10.000 a 50.000, y de preferencia desde aproximadamente 15.000 hasta aproximadamente 25.000 y con mayor preferencia desde aproximadamente 19.000 hasta aproximadamente 21.000.

Pueden añadirse iniciadores para inducir la reacción del acrilato. Dichos iniciadores son ya bien conocidos en la técnica y pueden emplearse como iniciadores adecuados los iniciadores de radicales libres tales como peróxidos o hidroperóxidos. Un ejemplo de un iniciador adecuado es el hexanoato de t-butil-peroxi-2-etilo.

La reacción de acrilación es altamente exotérmica. Por lo tanto, con el fin de controlar la temperatura de reacción, los reactantes se añaden normalmente o incluso preferentemente, al compuesto alquídico, lentamente durante un determinado periodo de tiempo. Por ejemplo pueden añadirse mezclas previas separadas de los monómeros y de los iniciadores, continuamente durante un período de dos horas con la temperatura de reacción mantenida aproximadamente a 102ºC (215ºF).

La mezcla de reacción del compuesto alquídico acrilado, se neutraliza con una amina o bien amoníaco. Una amina adecuada es la trietilamina (TEA). La mezcla de reacción se neutraliza hasta un índice de acidez de aproximadamente 14-17 mg de KOH/g a una concentración de 60% de sólidos medido mediante el ensayo ASTM número D 1639-90. El

agente neutralizante (amina) reacciona con los grupos ácidos del ácido acrílico de la mezcla de monómeros (etapa 3). El contenido en TEA puede variar desde aproximadamente un 1,5% hasta aproximadamente un 3% y de preferencia desde aproximadamente un 1,5% hasta aproximadamente un 2,0% y con mayor preferencia es aproximadamente el 1,7% del peso total. El nivel de amina se añade para neutralizar hasta el 97% del ácido en una base estequiométrica. Este método de neutralización se ha descubierto que proporciona opcionalmente una estabilidad al ensayo de la "hot box" ("caja caliente") (se cree que se debe, por lo menos parcialmente, a la amina).

A continuación, la resina alquídica acrilada neutralizada, se dispersa en agua, y de preferencia en presencia de un co-disolvente. La resina dispersada tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 50 a aproximadamente 120 nm, más típicamente entre aproximadamente 60 y aproximadamente 80 nm. El tamaño de partícula puede conseguirse y controlarse mediante la velocidad de cizallamiento de la agitación. Empleando un agitador de palas tipo rueda de paletas, el tamaño de partícula deseado puede obtenerse a una velocidad punta de la paleta de 2-6 metros/segundo. Se añade a la dispersión, un agente de reticulación para el DAAM (que reacciona con él), de preferencia, la dihidrazida del ácido adípico (ADHZ). La cantidad de agente dispersante en la dispersión puede ser alrededor de 1,6 por ciento en peso, basado sobre el peso total de la dispersión. De preferencia, el nivel del agente de reticulación se selecciona para proporcionar un ratio estequiométrico con el DAAM, de 2:1 y con mayor preferencia de 1:1. La dispersión tiene un contenido en sólidos de aproximadamente 30-50%, de preferencia 35-45 por ciento en peso basado sobre el peso total de la dispersión.

La dispersión acuosa es de utilidad como recubrimiento, particularmente como recubrimiento para la madera. Un recubrimiento de la dispersión acuosa sobre madera presenta por lo menos alguna de las propiedades siguientes deseadas: tiempo de secado rápido, buen bloqueo del tanino, buena resistencia a la adherencia de la suciedad, buena estabilidad a la "caja caliente", y buena durabilidad exterior. Además los recubrimientos de la invención parecen proporcionar una mejor reticulación si se compara con los recubrimientos que comprenden resinas no neutralizadas con una amina o amoníaco y/o que no contienen un surfalquido y/o no están modificadas como dicho polímero alquídico acrilado.

La resinas secadas por oxidación, es decir, los compuestos alquídicos, con el secado basado sobre la reticulación del doble enlace conjugado presente en los aceites secantes, se encuentran en el compuesto alquídico (eleostérico, linoleico, etc.). Esta reacción de secado puede necesitar la adición de pequeños niveles de compuestos de un metal pesado (sales de zinc, cobalto, manganeso). Sin embargo la resina descrita en la presente invención puede curar sin adición de secantes, mediante la reacción ADHZ/DAAM. Esto proporciona los siguientes beneficios:

- Seguridad - los trabajadores no necesitan manejar metales pesados
- VOC bajo - las sales metálicas se añaden siempre a un soporte base disolvente
- facilidad de formulación - la adición de aditivos de base disolvente en un sistema basado en agua puede ser difícil. La sal metálica puede no ser estable en la fase acuosa.

Ejemplo 1

Se preparó un compuesto de la invención en un procedimiento de etapas múltiples como se ha descrito en la tabla 1 y se explica con más detalle a continuación.

En la etapa 1, el compuesto alquídico de aceite medio se carga en un depósito de reacción con agitación y se calienta a 99-102ºC (210-215ºF). El recipiente de reacción tiene un tanque con un ratio diámetro:longitud de pala, entre aproximadamente 1:0,5 y aproximadamente 1:0,7. El recipiente comprende un agitador de paletas que gira entre 80-100 rpm proporcionando una velocidad punta entre 2-6 m/s. A continuación en la etapa 2, el disolvente DPGMME se carga en el reactor y la mezcla compuesto alquídico/disolvente se agita a la velocidad máxima para disolver y dispersar el compuesto alquídico.

TABLA 1

Listado de introducción de ingredientes

Ingrediente	Etapa	Peso (lbs.)
Compuesto alquídico de aceite medio	1	307,30
DPGMME*	2	25,00
Acido acrílico	3	9,80
Metacrilato de isobutilo	3	13,00
Estireno (45-55 TBC)	3	22,00
Diacetona acrilamida	3	32,00
DPGMME	4	2,00
t-hexanoato de butil peroxi-2-etilo	4	1,53
DPGMME	5	1,48
DPGMME	6	6,00
t-hexanoato de butil peroxi-2-etilo	6	8,00
DPGMME	7	0,52
Trietil amina	8	17,00
Agua desionizada	9	507,77
Actícide Biocide	10	0,80
2 hidroximetil aminoetanol	10	0,80
Dihidrazida del ácido adípico (**)	11	16,00
Agua desionizada	12	29,00

* El DPGMME es el dipropilenglicol monometiléter

** La ADHZ figura en la hoja de datos de seguridad de material del suministrador como dihidrazida adípica y como dihidrazida del ácido adípico. El #CAS es 1071-93-8.

A continuación, en la etapa 3, los monómeros empleados para la acrilación (ácido acrílico, metacrilato de isobutilo, estireno, diacetona acrilamida), se mezclan previamente. El índice de acidez de la mezcla previa de monómero debería ser de 95-104 mg de KOH/g medido según ASTM D 1639-90. De manera similar, en la etapa 4, el iniciador (hexanoato de t-butilperoxi-2-etilo y el disolvente DPGMME, se mezclan previamente justo antes de la adición. El depósito de la mezcla previa del iniciador se inertiza con una atmósfera de nitrógeno.

A continuación, se efectúa la reacción de acrilación añadiendo la mezcla previa de monómero y la mezcla previa del iniciador/disolvente, continuamente durante un período aproximado de dos horas, mientras la temperatura de la partida se mantiene aproximadamente entre 99 y 102ºC (210-215ºF). Con el fin de controlar la velocidad de reacción y el aumento de temperatura, la adición de la mezcla previa de monómero y la mezcla previa de iniciador se interrumpe si la temperatura cae por debajo de los 99ºC (210ºF) ó si aumenta por encima de los 102ºC (215ºF). A continuación, en la etapa 5, una vez los monómeros están completamente cargados dentro del reactor, la bomba del monómero se lava con disolvente DPGMME, y la reacción se continúa durante una hora manteniendo una temperatura de 99-102ºC (210-215ºF). El índice de acidez se comprueba después de un periodo de tiempo de una hora. En la etapa 6, se añade además el iniciador premezclado uniforme y continuamente durante un período de tiempo de 1½ horas como un "kicker" ("pateador"), para completar la reacción de acrilación. En la etapa 7, una vez se ha añadido la mezcla previa "kicker" de iniciador/disolvente en la etapa 6, la bomba y las líneas para el mezclado y la adición de la mezcla previa iniciadora, se lavan con disolvente adicional. Después de la introducción del "kicker", la reacción se continúa a 99-102ºC (210-215ºF) hasta que la presente viscosidad de V-X se encuentre a 60% de sólidos, medida con un viscosímetro de burbuja. En este punto, se comprueban el índice de acidez y el color de la resina y se registran.

A continuación, empieza la neutralización en la etapa 8 enfriando la partida a aproximadamente 90ºC (195ºF), a partir de lo cual se deja de enfriar. La amina de neutralización, en este caso la trietilamina, se conduce al reactor por medio de una alimentación subsuperficial al tubo durante un período de 30-45 minutos después de lo cual la mezcla de reacción se mantiene mezclando durante una hora dejando que la temperatura de la partida disminuya aproximadamente a 82-88ºC (180-190ºF). Durante una hora, se comprueba el pH para verificar que la mezcla de

reacción está dentro del margen deseado, el cual es de 8,2-9,0. Si el pH es inferior a 8,2 se añade un agente neutralizante a base de una amina adicional, según sea necesario.

A continuación, la mezcla neutralizada se cambia de fase, de una fase de disolvente a una fase acuosa. En la etapa 9, después de mantener durante una hora, se añade agua caliente desionizada durante un período de 2½ horas. Se deja que disminuya la temperatura de la partida aproximadamente a 65-71ºC (150-160ºF). A continuación se comprueba el contenido del reactor para determinar la inversión. Una vez toda el agua está dentro, la mezcla se enfría a aproximadamente 24-27ºC (75-80ºF) tan rápidamente como sea posible. Durante el enfriamiento en la etapa 10, a una temperatura de 49ºC (120ºF) o inferior, se añade un biocida, y la bomba y la línea de adición del biocida se lavan con agua. A continuación se añade el 2-hidroxilmetil aminoetanol y la mezcla se agita durante 30 minutos. Seguidamente, en la etapa 11, a una temperatura de aproximadamente 32ºC (90ºF) ó inferior, se añade la dihidrazida de ácido adípico y la mezcla se agita durante treinta minutos adicionales mientras se enfría a la temperatura deseada de 24-27ºC (75-80ºF). Finalmente, en la etapa 12, la dispersión acuosa se ajusta a las especificaciones empleando agua desionizada.

Comparación de los ejemplos 1-3

Se prepararon tres ejemplos de un recubrimiento de la invención, y se aplicaron como substrato de madera para un ensayo de comparación. El ejemplo 1 fue un recubrimiento preparado como anteriormente. El ejemplo 2 incluyó un surfalquido que se preparó de acuerdo con la patente USP 4.110.687 juntamente con el compuesto alquídico de aceite medio de la etapa 1. El ejemplo 3 difiere del ejemplo 1 en que el amoníaco se empleó en lugar de TEA como agente neutralizante. Los tres ejemplos fueron estandarizados a aproximadamente la misma viscosidad y el mismo índice de acidez.

TABLA 2

Comparación del rendimiento del recubrimiento

Componente de formulación	**Ejemplo 2**	**Ejemplo 1**	**Ejemplo 3**
Surfalquido (como se ha descrito en la descripción)	Presente	Ausente	Ausente
Agente neutralizante	Amina	Amina	NH_4OH
Co-disolvente DPGMME	1%	4%	3,5% basado sobre la fórmula total
Propiedades del recubrimiento			
Bloqueo del tanino[1,2]	Pobre	Pobre[1]/Bueno[2]	Bueno
Estabilidad a la caja caliente[1,2]	Buena	Buena	Pobre
Adherencia de la suciedad[2]	Relativamente pobre	Relativamente bueno	Relativamente bueno
VOC	Relativamente bajo	Relativamente alto	Relativamente alto

[1] basado sobre los resultados del ensayo CCP

[2] basado sobre los resultados del ensayo de la 3ª parte (evaluación de la 3ª parte basada sobre el empleo in situ como un recubrimiento de un suelo).1

Ensayo de bloqueo del tanino

El ensayo de bloqueo del tanino CCP se efectúa de acuerdo con las siguientes condiciones de ensayo.

El método del ensayo para el bloqueo del tanino implica el pintado de una imprimación de la resina de color blanco efectuado sobre madera roja y Western Red Cedar Boards ("tableros de cedro rojo del Oeste"). Se pintan varias tiras de diferentes imprimaciones, sobre el mismo tablero, para ser comparadas. Estas se dejan secar durante 24 horas y a continuación se recubren todas ellas completamente con una pintura doméstica de color blanco de calidad para exteriores. Esta se seca durante 24 horas adicionales. Estas dos especies de madera tienen un alto contenido en tanino el cual sangra al interior de la pintura, la cual se decolora y se vuelve más obscura y más amarillenta.

Se toman lecturas del color (CIELab) en los tableros y se señaliza la parte posterior de los mismos en donde se han efectuado estas lecturas. A continuación, se colocan los tableros en un analizador de condensación Cleveland (CCT). El CCT se ajusta a 38ºC (100ºF). Los tableros se someten a esta alta humedad durante 96 horas. Se dejan secar los tableros y a continuación se efectúan nuevas lecturas del color sobre la misma mancha que se había señalizado. Se calcula la diferencia de color y se expresa como Delta E.

Se considera un rendimiento excelente cuando la diferencia de color es inferior a 0,5. Un buen rendimiento se evalúa como 0,5-1,5. Uno mediano está entre 1,5 y 5. Un rendimiento pobre se evalúa cuando la diferencia de color es mayor de 5.

Ensayo de estabilidad a la caja de calor

El ensayo de estabilidad a la caja de calor CCP se efectúa de acuerdo con las siguientes condiciones de ensayo.

La estabilidad a la caja de calor se efectúa colocando unas muestras en un horno a elevada temperatura para acelerar lo que sucede con un envejecimiento a largo plazo a temperatura ambiente. Se emplean cuatro semanas a 50ºC ó bien 10 días a 60ºC. La separación del recubrimiento que no vuelve a un estado uniforme después de agitar es una causa de fallo. Grandes cambios de viscosidad, pH ó peso molecular, son también causas de fallo. Se comprueban las propiedades de películas de recubrimiento después de ser tratadas en la caja caliente para asegurar que se mantienen todas las propiedades, incluyendo pero no limitando al tiempo de secado, dureza, flexibilidad y resistencia a la humedad.

Como puede verse en la tabla 2, el empleo de un surfalquido permite que la dispersión para recubrimiento se efectúe con más bajos niveles de co-disolvente, el cual a su vez, proporciona un VOC más bajo para la dispersión. El "surfalquido" corriente, disminuye la evaluación de la adherencia a la suciedad (es decir, la adherencia a la suciedad es pobre (peor) cuando un surfalquido está presente). El empleo de un agente neutralizante de amina proporciona mejor estabilidad a la caja caliente que el agente neutralizante de amoníaco. Cuando se emplean mayores niveles de co-disolvente, el "surfalquido" puede eliminarse de la fórmula y todavía se mantiene una buena estabilidad a la caja caliente. Las diferencias de niveles de codisolvente entre los ejemplos 1-3 no se cree que afecten la estabilidad a la caja caliente ni el bloqueo del tanino.

Ejemplo 1 y ejemplos comparativos A y B

Se comparan los tiempos de secado del recubrimiento de la invención con dos recubrimientos ya existentes. El ejemplo 1 es un recubrimiento preparado como anteriormente. La muestra comparativa A es una versión modificada del CHEMPOL 821-1364, comercialmente adquirible, el cual puede adquirirse en la firma Cook Composites and Polymers. La muestra comparativa A difiere del producto adquirible por estar neutralizada con TEA. La fórmula de la muestra comparativa A es similar a la del ejemplo 1, aunque la muestra comparativa 1 carece del agente de reticulación DAAM y contiene secantes, los cuales no están presentes en el ejemplo 1.

La muestra comparativa B es una dispersión alquídica acuosa comercialmente adquirible, RESYDOL® AY586w/445WA. Los respectivos recubrimientos se aplican a una superficie y se dejan secar a temperatura ambiente. La tabla 3 muestra los tiempos de secado a diferentes niveles de secado. Los tiempos de secado del ejemplo 1 son iguales a, o más rápidos que, los tiempos de secado de los recubrimientos de dispersión alquídica acuosa comparativos existentes. La mejora de los tiempos de secado del ejemplo 1 se logra incluso cuando el ejemplo 1 carece de agentes secantes, lo cual se encuentra en los ejemplos comparativos.

TABLA 3

Tiempos de secado

	Ejemplo 1	Muestra comparativa A	Muestra comparativa B
Ajustado al tacto	7 – 9 minutos	7 – 9 minutos	7 – 9 minutos
200 mg de Zapon	35 minutos	35 minutos	2 h 40 minutos
500 mg de Zapon	Una hora	Una hora	3 h 25 minutos
Seco duro	2 h 10 minutos	Mayor de 6 h 15 minutos	5 h 40 minutos

De conformidad con lo establecido por la ley, la invención ha sido descrita en un lenguaje más o menos específico según las características químicas y metódicas. Debe comprenderse sin embargo, que la invención no está limitada a las características específicas mostradas y descritas, dado que los medios descritos en la presente comprenden formas preferidas para realzar los efectos de la invención. La invención se reivindica por lo tanto, en cualquiera de estas formas o modificaciones dentro del propio ámbito de las reivindicaciones del anexo apropiadamente interpretadas de acuerdo con la doctrina de equivalentes.

REIVINDICACIONES

1. Una dispersión acuosa de una resina, la cual comprende en su forma dispersa, por lo menos una resina que comprende un producto de reacción que puede obtenerse haciendo reaccionar un polímero alquídico (resina), y opcionalmente un surfalquido, con una mezcla de diacetona acrilamida, monómeros de acrilato y opcionalmente monómeros aromáticos, para formar un polímero alquídico acrilado, y neutralizando el polímero alquídico acrilado con amoníaco o bien una amina.

2. Una dispersión acuosa de resina de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dichos monómeros de acrilato son o comprenden ácido acrílico.

3. Una dispersión acuosa de resina de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, en donde dicho surfalquido está presente y en donde es el producto de la reacción de un polietilenglicol y de un ácido.

4. Una dispersión acuosa de resina de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la amina está neutralizando dicho polímero alquídico acrilado.

5. Una dispersión acuosa de resina de una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 y 4, en donde dicho polímero alquídico acrilado se obtiene en ausencia de un surfalquido.

6. Una composición (resina) para recubrimiento, que comprende una dispersión acuosa como se ha definido de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, de: (i) por lo menos una resina, como se ha definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, y (ii) por lo menos un agente de reticulación.

7. Una composición para recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en donde está presente un co-disolvente en dicha dispersión acuosa.

8. Una composición para recubrimiento de acuerdo con las reivindicaciones 6 ó 7, en donde el agente de reticulación es la dihidrazida adípica.

9. Una composición para recubrimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en donde la resina dispersada en la dispersión acuosa tiene un tamaño de partícula de 50 a 120 nm.

10. Una composición para recubrimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9, en donde el recubrimiento resultante satisface por lo menos una parte de las funciones siguientes: tiempo de secado rápido, buen bloqueo del tanino, buena resistencia a la adhesión de suciedad, buena estabilidad a la caja caliente, buena durabilidad externa y un reticulado mejorado.

11. Un procedimiento para preparar una composición para recubrimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10, el cual procedimiento comprende:

- reacción de un polímero alquídico y opcionalmente un surfalquido, con una mezcla de diacetona acrilamida, monómeros de acrilato, y opcionalmente monómeros aromáticos, para formar un polímero alquídico acrilado;

- neutralización de dicho polímero alquídico acrilado con amoníaco o bien una amina, para obtener una resina como se ha definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5; y,

- mezclando el polímero alquídico acrilado neutralizado resultante, con agua y un agente de reticulación, como se ha definido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, para formar una dispersión acuosa como se ha definido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10.

12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, para la neutralización de un polímero alquídico como se ha definido de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, el cual procedimiento comprende la reacción del amoníaco o de una amina con el polímero alquídico.

13. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 11 ó 12, en donde el monómero de acrilato comprende ácido acrílico.

14. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, en donde el surfalquido es un producto de reacción del polietilenglicol y un ácido.

15. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14, en donde el agente de reticulación es la dihidrazida adípica.