

(11) *Número de Publicação:* PT 90528 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 5)

C09D133/00 A

C09D005/04 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) <i>Data de depósito:</i> 1989.05.11	(73) <i>Titular(es):</i> CROWN BERGER EUROPE LIMITED PENTAGON HOUSE, SIR FRANK WHITTLE RD DERBY, DE2 4EE GB
(30) <i>Prioridade:</i> 1988.05.11 GB 8811110	
(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1989.11.30	(72) <i>Inventor(es):</i> RONALD CHRISTOPHER KNIGHT GB MICHAEL JAMES YATES FOLEY GB THOMAS GRAHAM GB
(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 05/94 1994.05.24	(74) <i>Mandatário(s):</i> ANTÓNIO JOÃO COIMBRA DA CUNHA FERREIRA RUA DAS FLORES 74 4/AND. 1294 LISBOA PT
(54) <i>Epígrafe:</i> PROCESSO DE PRODUÇÃO DE TINTAS ALQUÍDICAS NÃO-GOTEJANTES COM BASE EM SOLVENTES	
(57) <i>Resumo:</i>	

[Fig.]

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 90 528

REQUERENTE: CROWN BERGER EUROPE LIMITED, britânica, com sede em Pentagon House, Sir Frank Whittle Road, Derby, Inglaterra DE2 4EE, Reino Unido

EPÍGRAFE: " PROCESSO DE PRODUÇÃO DE TINTAS ALQUÍDICAS NÃO-GOTEJANTES COM BASE EM SOLVENTES ".

INVENTORES: Ronald Christopher Knight, Michael James Yates Foley e Thomas Graham.

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

Reino Unido, em 11 de Maio de 1988, sob o nº. 8811110.9



PATENTE Nº. 90 528

"Processo de produção de tintas alquí-
dicas não-gotejantes com base em sol-
ventes"

para que

CROWN BERGER EUROPE LIMITED, preten-
de obter privilégio de invenção em
Portugal.

R E S U M O

O presente invento refere-se ao processo de produção de uma tinta alquídica não-gotejante, com base em solventes, que tem uma estrutura cremosa, não resiliente, com pelo menos 60 g.cm sete dias após o fabrico, caracterizado por se misturar uma resina alquídica de base e uma resina alquídica auxiliar que pode interactuar com a primeira produzindo um efeito espessante, jun-
tamente com um modificador reológico com base em argilas.

-2-

MEMÓRIA DESCRITIVA

O invento refere-se à produção de tintas alquídicas à base de solventes possuindo um caracter não-gotejante.

As tintas não-gotejantes apresentam muitas vantagens que atraem particularmente o utilizador não profissional (D.I.Y.). Permitem uma grande carga no pincel sem pingar. Devido ao nível muito elevado de tixotropia, a elevada viscosidade ao corte (em pintura) que determina o grau de arrastamento do pincel, pode ser mais baixa do que com as tintas líquidas. Podem aplicar-se revestimentos espessos a superfícies verticais com pequena tendência a escorrer ou a descair, pois que o restabelecimento da tixotropia evita o escoamento devido à gravidade. Numa tinta bem formulada o desaparecimento das marcas do pincel ocorre imediatamente após aplicação e antes da tixotropia se estabelecer para impedir o escoamento. Devido à facilidade de aplicação e pequeno arrastamento da escova e facilidade de aplicar uniformemente revestimentos grossos, é normalmente possível obter cobertura numa demão, em todos os trabalhos de decoração.

As tintas do tipo acima indicado são bem conhecidas e caracterizam-se por possuírem uma estrutura gel (tipo gelatina) resiliente. O procedimento usual para a sua produção envolve o uso de compostos alquídicos modificados quimicamente (poliamidas, p. ex.). Estes compostos alquídicos têm a desvantagem de serem em geral fornecidos no estado sólido o que envolve complicados problemas de manuseio para o fabricante de tintas. Os compostos alquídicos tixotropicamente modificados por poliamidas usados em larga escala são usualmente aquecidos antes de os liquefazer. Se possível deve evitar-se este aquecimento pois que o escurece, detiora e frequentemente aumenta o risco de incêndio e os problemas de saúde devidos ao aumento de emissão do solvente.

As tintas de gel resiliente não-gotejantes sofrem também da desvantagem de, se agitadas (como é necessário fazer se acontecer a separação do líquido devida a sinerese), apresentarem grumos inconvenientes, como acontece quando se carrega o pincel. A formação de grumos pode também ocorrer durante a aplicação da

BAD ORIGINAL

-3-

tinta, o que dificulta a obtenção de uma película uniforme de tinta e de um bom contorno quando se pintam secções estreitas como os caixilhos de janelas. Assim, muitos pintores, ainda que apreciem as propriedades não-gotejantes, voltam-se contudo para as tintas líquidas, algumas das quais têm um baixo nível de tixotropia, sob uma forma cremosa conferida por vários prodedimentos de espessamento (como adiante se refere) e sacrificando portanto os aspectos vantajosos de um produto que não gotejante.

É objectivo do presente invento apresentar uma tinta alquídica com base em solventes, não gotejante, com uma melhor estrutura e utilidade.

O invento inclui duas técnicas conhecidas de espessamento de tintas que têm sido usadas para conferir um grau de tixotropia a tintas alquídicas com base em solvente, líquidas, convencionais (isto é, tintas que gotejam) mas de um modo tal que se obtém um inesperado grau de tixotropia (com uma força de gel de pelo menos 60 g.cm, sete dias após o fabrico) enquanto que, ao mesmo tempo, apresentam um carácter não gotejante com base numa estrutura cremosa (não resiliente) que, durante a aplicação, escorre bem e com baixo risco de descaimento, mesmo em revestimentos grossos.

A primeira técnica de espessamento compreende resinas que interagem entre si: ver "Thixotropic Alkyd Resin Paints Through Resin Interaction" por W. H. Ellis et al- Journal of Paint Technology, Vol. 40, Nº. 521, Junho de 1968. Esta técnica confere uma ligeira tixotropia (ver "Introduction" nesta referência).

A outra técnica de espessamento compreende o uso de um modificador da reologia, à base de argilas como a argila smectite. Ver, p. ex.: "Handbook of Coating Additives" editado por Leonard J. Calbo, na página 1.

Tem interesse mencionar genericamente os processos conhecidos para modificar a reologia de tintas alquídicas com base em solventes:

Pode-se agregar partículas finas para formar uma estru-

BAD ORIGINAL

-4-

tura que modifique a viscosidade de líquidos nos quais sejam dispersas. Algumas argilas muito finas são particularmente eficientes e existem no comércio como modificadores da reologia para uso em tintas, para evitar o assentamento de pigmentos e para lhes conferir uma ligeira tixotropia, vários produtos nos quais os grupos polares são usados para melhorar o seu efeito. Estes baseiam-se tipicamente em argilas de smectite acima referidas (bentonites, p. ex. montmorilonites; hectorites, etc) e uma modificação orgânica polar típica é uma amina quaternária. São vulgarmente usadas em tintas alquídicas, brilhantes, com base em solventes em quantidades até cerca de 0,5%. Níveis maiores, p. ex. acima de cerca de 2,5%, podem ser usados, mas o efeito espessante não é maior e o custo torna-se proibitivo, enquanto que o brilho e o desaparecimento das marcas do pincel se tornam inaceitáveis e a sua incorporação cada vez mais difícil a altos níveis.

São conhecidos outros aditivos para espessar tintas baseadas em solventes, p. ex., sílicas em partículas finas, mas estas são agentes eficazes de acabamento fosco e reduzem o brilho. Outros produtos de argilas, p. ex. argilas atalpulgite, conferem tixotropia quando usadas na região de entre 5 e 15% mas, uma vez mais, não são adequadas para tintas brilhantes.

Pigmentos diferentes, como os caulinos, usados em quantidade muito superior em tintas mate e de baixo brilho, podem induzir tixotropia mas, naquelas quantidades, alteram nitidamente as características da tinta.

Os óleos de rícino hidrogenados têm sido usados para espessar tintas mas podem não servir por provocar "seeding" inesperado à medida que a tinta envelhece. Os sabões metálicos, p. ex. estearato de alumínio, têm sido usados para obter uma ligeira tixotropia em tintas alquídicas.

Tem de facto sido possível conferir uma ligeira tixotropia a tintas alquídicas com base em solventes por vários meios, mas os únicos sistemas que têm estado disponíveis para os altos níveis de tixotropia, requeridos para tintas não gotejantes, sem afectarem seriamente a eficiência da tinta, têm sido os das

-5-

resinas alquídicas quimicamente modificadas, já referidas. A mo dificação química mais largamente usada é a com resinas de poli amidas preparadas a partir de ácidos gordos diméricos. Estas modificações mostram invariavelmente uma estrutura de gel resiliante.

São usados vários instrumentos para estudar a reologia das tintas.

O viscosímetro de cone-disco de Ferranti-Shirley é capaz de aplicar taxas de corte variáveis e determina a viscosidade de modo contínuo à medida que a taxa de corte varia. A ta xa de corte é registada, em gráfico, em função das rpm variáveis do cone.

O viscosímetro de Stormer é usado de acordo com o método padrão de ensaio ASTM D562-81 e mede a viscosidade a uma taxa de corte baixa, determinando a carga necessária para provocar u ma frequência de rotação de 200 rpm de uma pá padrão imersa na tinta a 21°C. Expressa-se em Unidades Kreb (K.U.) as quais são uma função log da carga medida.

A resistência do gel é medida no "Sheen/I.C.I. Gel Strenght Tester", usando uma pá de 4 cm x 2 cm, a 21°C, e mede o ponto no qual o gel quebra quando se aumenta o momento de torção da pá imersa na tinta. Os valores são dados em g.cm e são obtidos se te dias após o fabrico da tinta.

O viscosímetro cone-disco REL/I.C.I. mede a viscosidade a 10.000 s^{-1} a 25°C. A unidade é o Pascal (Pa) (convertida a partir de Poise). Esta viscosidade está intimamente relacionada com o arrastamento do pincel, isto é, com a facilidade de aplicação. Se as tintas forem produzidas a uma "viscosidade cone-disco REL/ICI" constante, pode-se usar a viscosidade Stormer para comparar os níveis de tixotropia exibidos.

O presente invento é descrito como: uma tinta alquídica não gotejante, com base em solventes, caracterizada por ter uma estrutura cremosa não resiliente, de pelo menos 60 g.cm, 7 dias após fabrico, induzida pelo uso de uma resina alquídica de base e de uma resina alquídica auxiliar que podem interactuar para

-6-

produzirem um efeito de espessamento, juntamente com um modificador da reologia à base de argila.

A resina de base e a resina auxiliar podem cada uma delas, ser uma resina simples ou um grupo de duas ou mais resinas.

O invento tem particular significado para as tintas com brilho, isto é, tintas que apresentam, no "Byk-Mallinckrodt Glossmeter, Single Head (ASTM D523)" uma medida de brilho de pelo menos, 75% a 60%. Como acima se referiu na menção geral aos modos conhecidos para modificar a reologia, não se poderia esperar a inclusão de mais de 0,5% de um modificador de reologia, à base de argilas, numa tinta de brilho. As tintas brilhantes que podem ser aplicadas como uma camada espessa, sem descaimento, têm um valor especial para o utilizador não profissional (D.I.Y.). O invento pode fornecer esse tipo de tinta.

Ainda que acima se tenha referido uma resistência do gel de 60 g.cm, 7 dias após o fabrico (para um ensaio directo associado ao Quadro I, adiante descrito), podem esperar-se valores típicos de reologia na gama de 100 a 240 g.cm na altura em que a tinta é usada pelo pintor ou decorador.

Preparou-se uma gama de tintas brilhantes, de base alquídica, para estudar o efeito sobre viscosidade Stormer e sobre a resistência do gel (ambas medidas sete dias após o fabrico) quando se faz variar o nível de modificador de reologia à base de argilas (Bentone SD 3) e a razão Resina de Base/Resina Auxiliar.

Todas as tintas foram ajustadas a uma viscosidade de 0,35 Pa (com essência de terebentina mineral) usando o Viscosímetro de cone-disco REL/ICI (taxa de corte 10000 s^{-1}) a 25°C.

Bentone SD 3 é um modificador típico de reologia, à base de argilas, disponível no comércio.

O Quadro 1 mostra os resultados.

BAD ORIGINAL

QUADRO 1

Bentone SD3	Resina Proporção:	100/0	95/5	90/10	85/15
0	Resistência do Gel	0	0	0	0
	Stormer	72	78	79	75
0,5	Resistência do Gel	0	0	0	0
	Stormer	80	85	88	82
0,8	Resistência do Gel	0	5	10	10
	Stormer	84	95	99	109
1,0	Resistência do Gel	0	60	85	65
	Stormer	89	110	115	109
1,5	Resistência do Gel	5	85	110	90
	Stormer	91	118	130	116

As unidades da resistência do Gel são g.cm.

As unidades de Viscosidade Stormer são Kreb.

"Bentone SD3" é uma marca registrada.

"Proporção de Resinas" é a proporção em peso, com base nos não voláteis das resinas.

Podem tirar-se várias conclusões do Quadro 1:

1. Sem Bentone SD3 (1ª fila horizontal) há um aumento de tixotropia para algumas proporções das resinas alquílicas. Não se obtém resistência do gel.

2. Só com resina alquílica de base (1ª coluna vertical) há um aumento de tixotropia quando aumenta o nível de Bentone SD3. Não se obtém resistência do gel significativa.

3. Com níveis mais elevados de Bentone SD3 (1% e acima)

-8-

juntamente com misturas de resinas alquídicas que já tinham mostrado um efeito espessante, obtém-se aumentos maiores de tixotropia e resistências de gel inesperadamente elevadas (área sombreada).

4. Com níveis muito mais elevados de Bentone SD3, p. ex. 3%, foi difícil a sua incorporação e produzem-se tintas não satisfatórias, com brilho reduzido e marcas de pincel muito acentuadas.

5. As misturas de resina de base e auxiliar variam quanto ao seu efeito espessante. Estão disponíveis muitos modificadores da reologia, à base de argilas, e a sua eficácia pode variar de tal modo que um tipo pode ser até três vezes mais eficaz, no seu efeito espessante, do que outro e todos são altamente dependentes do modo como são dispersos.

São exemplos de tintas brancas produzidas de acordo com o presente invento, as seguintes. (Todas as partes são em peso e todas as viscosidades são verificadas usando o Viscosímetro de Cone-Disco REL/ICI a 25°C com uma taxa de corte de $10\,000\text{ s}^{-1}$.)

Exemplo 1 - Tinta com Brilho

Dióxido de Titânio	900	
BENTONE (R.T.M.) SD 1	60	
Resina alquídica "A" (ver abaixo)	1307	
Resina alquídica "B" (ver abaixo)	136	
Secante de cálcio (10% de cálcio)	23	
Secante de cobalto (8% de cobalto)	8,6	
Essência de terebentina (mineral)	325	
Anti-película	5,6	
% de modificador da reologia, à base de argila	2,2	
Viscosidade	0,35	Pa
% de não voláteis	74	
Resistência do Gel	81	g.cm
Proporção, Resina A: Resina B	90:10	

Exemplo 2 - Tinta com Brilho

Dióxido de Titânio	1400	
BENTONE (R.T.M.) SD 3	60	
Resina alquídica "C" (ver abaixo)	2613	
Resina alquídica "B" (ver abaixo)	236	
Solução Secante	89	
Essência de Terebentina (mineral)	525	
Anti-película	6	
% de Modificador da Reologia, à Base de Argila	1,2	
Viscosidade	0,30	Pa
% de não-voláteis	69	
Resistência do Gel	95	g.cm
Proporção, Resina C: Resina B	90:10	

Exemplo 3 - Subcapa

Dióxido de Titânio	663	
Diluyente Carbonato	1000	
BENTONE (R.T.M.) SD 3	60	
Resina alquídica "D" (ver abaixo)	1237	
Resina alquídica "B" (ver abaixo)	112	
Secante de cálcio (10% de cálcio)	17,3	
Secante de cobalto (8% de cobalto)	13,2	
Anti-película	4,4	
Essência de Terebentina (mineral)	458	
Resistência do Gel	126	g.cm
Proporção Resina D: Resina B	90:10	
% de Modificador da Reologia, à base de Argila	1,7	
Viscosidade	0,2	Pa
% de não-voláteis	74	

Exemplo 4 - Subcapa

Dióxido de Titânio	730	
Diluyente Carbonato	911	
BENTONE (R.T.M.) SD 1	90	
Resina alquídica "E" (ver abaixo)	881	
Resina alquídica "B" (ver abaixo)	66	

-10-

Secante de cálcio (10% de cálcio)	6,6	
Secante de cobalto (8% de cobalto)	10,0	
Anti-película	3,9	
Essência de Terebentina (mineral)	448	
% de Modificador da Reologia, à base de Argila	2,8	
Viscosidade	0,2	Pa
% de não-voláteis	71	
Resistência do Gel	119	g.cm
Proporção, Resina E: Resina B	90:10	

Exemplo 5 - "Casca de Ovo"

Dióxido de Titânio	750	
Diluyente Carbonato	750	
BENTONE (R.T.M.) SD 1	50	
Resina alquídica "A" (ver abaixo)	1210	
Resina alquídica "B" (ver abaixo)	85	
Essência de Terebentina (mineral)	293	
% de Modificador da Reologia, à base de Argila	1,6	
Viscosidade	0,25	Pa
% de não-voláteis	80	
Resistência do Gel	78	g.cm
Proporção, Resina A: Resina B	93:7	

Resina Alquídica

- A. Óleo de cadeia longa, elevado teor de sólidos, resina alquídica de ácidos gordos, 75% de não voláteis.
- B. Óleo de cadeia média, elevado teor de sólidos, resina alquídica modificada pelo polietileno-glicol, 80% de não voláteis.
- C. Óleo de cadeia longa, resina alquídica de ácidos gordos, 65% de não voláteis.
- D. Óleo de cadeia longa, resina alquídica de óleo de soja, 65% de não voláteis.
- E. Óleo de cadeia média, resina alquídica de soja, 50% de não voláteis.

-11-

Tipicamente as propriedades das tintas brilhantes descritas nos Exemplos 1 e 2 são diferentes das das tintas brilhantes tixotrópicas produzidas a partir de resinas alquídicas modificadas por poliamidas, vulgarmente usadas, e ainda de outras tintas conhecidas.

Elas têm a aparência inicial, no seu recipiente, de uma tinta alquídica, não gotejante, comercial convencional. Uma agitação suave produz uma consistência espessa, cremosa, atraente, mantendo-se as propriedades não gotejantes. A tinta pode ser usada igualmente bem como produto espesso, gelificado, não perturbado ou após agitação.

Esta diferença do modo em que a viscosidade do novo produto varia sob corte, confere-lhe melhores características. A consistência pastosa ou cremosa permite uma maior carga do pincel com tinta isenta de grumos. Como a viscosidade da tinta, produzida de acordo com o invento, baixa suavemente é mais fácil distribuir a tinta uniformemente; e a pintura de objectos estreitos, p. ex. os caixilhos de uma janela. é mais fácil pois que não há tendência para formar grumos durante a aplicação.

A baixa Viscosidade Cone-Disco destas tintas, de 0,2 a 0,35 Pa, (c.f. a viscosidade típica de uma tinta brilhante, líquida, convencional é de 0,45 Pa) assegura uma fácil aplicação a pincel.

A simples variação na formulação permite um excelente controlo do desaparecimento das marcas do pincel, do brilho e da resistência ao descaimento em superfícies verticais, enquanto que com as tintas tixotrópicas já conhecidas isto representa um compromisso difícil.

Os Exemplos acima mencionados dão propriedades de preenchimento de espaços do que outras tintas brilhantes, p. ex. o preenchimento de um espaço (2,0 mm largura) entre um friso e uma superfície lisa à qual aquele está fixado. Em contraste, as tintas convencionais dificilmente preenchem espaços mesmo com 1,0 mm de largura. Além disso, os Exemplos acima proporcionam uma tinta não gotejante com não voláteis elevados (69-80%), quando

-12-

comparados com as tintas não gotejantes de base alquídica tixo-
trópicas já conhecidas (p. ex. 55%-70%).

Comentários semelhantes aos anteriores, são aplicáveis
às propriedades adequadas dos Exemplos dados de tintas de subca-
pa e de "casca de ovo".

As diferenças nítidas entre as tintas não gotejantes, re-
silientes, tipo gelatina, já conhecidas e as tintas não gotejan-
tes, não resilientes, cremosas do presente invento, são observá-
veis considerando a Figura 1 em anexo que mostra os gráficos ti-
picos de ambos os tipos de tinta, obtida num Viscosímetro de
Cone-Disco de Ferranti-Shirley, relacionando o número de revo-
luções por segundo (rpm) do cone com a viscosidade da tinta.

O gráfico A (linha a cheio) refere-se à tinta conhecida
e o gráfico B (linha a tracejado) refere-se a uma tinta de acor-
do com o invento. Vê-se que o gráfico A possui um nítido "cal-
canhar" ou "espigão" C que representa o Valor de Rendimento (Yield
Value) da tinta à medida que a estrutura semelhante a gelatina
diminui.

No gráfico B o espigão C ou não está presente ou é tão
pequeno que não é facilmente observado.

-13-

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1 - Processo de produção de uma tinta alquídica não-gotejante, com base em solventes, que tem uma estrutura cremosa, não resiliente, com pelo menos 60 g.cm sete dias após o fabrico, caracterizado por se misturar uma resina alquídica de base e uma resina alquídica auxiliar que pode interactivar com a primeira produzindo um efeito espessante, juntamente com um modificador reológico com base em argilas.

2 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incorporar um modificador reológico à base de argilas numa quantidade de pelo menos 1%.

3 - Processo de acordo com a reivindicação 1, para produzir tinta brilhante, caracterizado por se incorporar um modificador reológico à base de argilas numa quantidade inferior a 3%.

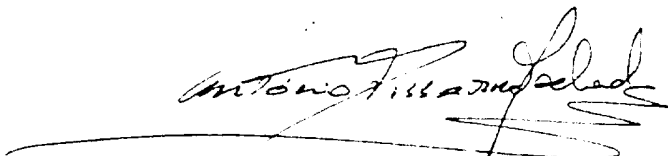
4 - Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por os produtos não voláteis serem incorporados numa quantidade na gama de 60-80% em peso.

5 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a razão resina de base/resina auxiliar estar entre 97/3 e 30/20.

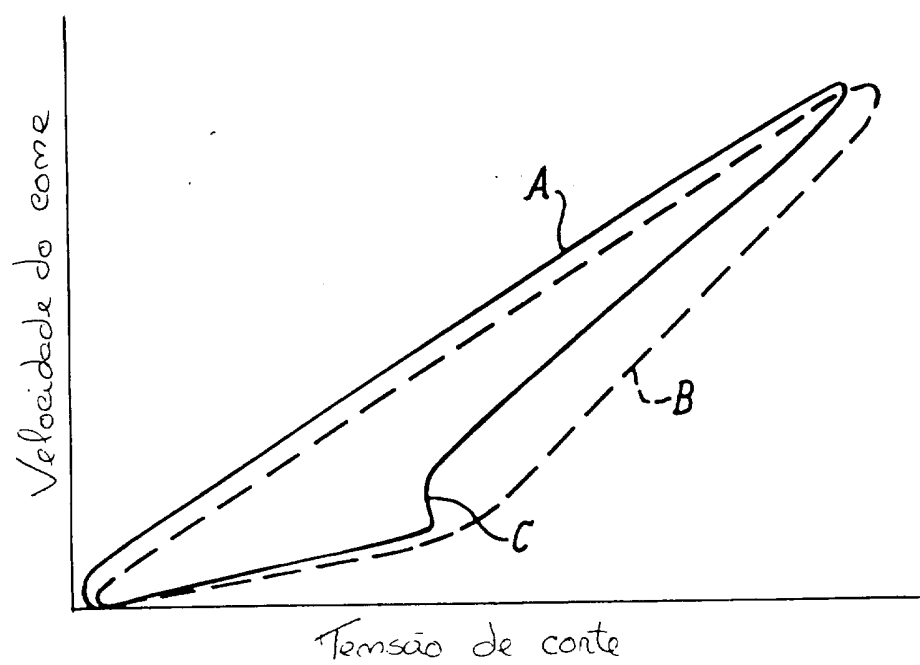
Lisboa, 11. MAI 1989

Por CROWN BERGER EUROPE LIMITED

- O AGENTE OFICIAL -



BAD ORIGINAL

**Fig. 1**