



420335

No 420.335

Int. C090

F.E. 28-1-76

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

Domicilio: WILMINGTON, Delaware, Estados Unidos.

Enunciado: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO A BASE
DE UN ESMALTE ACRILICO TERMOENDURECIBLE
ACUOSO.

Prioridad: de la solicitud de patente estadounidense
No. 307.004 del 16 Noviembre de 1.972.

420335



RESUMEN DE LA INVENCION

Una composición acuosa acrílica termoendurecible de revestimiento que contiene los siguientes constituyentes formadores de película:

(1) un polímero acrílico de estireno y/o metacrilato de metilo, un acrilato de alquilo o un metacrilato de alquilo distinto del metacrilato de metilo, un acrilato de hidroxialquilo o un metacrilato de hidroxialquilo y un ácido carboxílico α, β -insaturado, donde el polímero tiene un índice de acidez de 35-150 y una relación de carboxilo a hidroxilo de 1:0,2 a 1:1,8 y

(2) una resina de melamina-formaldehido alquilada, soluble en agua o dispersable en agua;

la nueva composición de revestimiento es útil como acabado exterior para carrocerías de automóviles y camiones.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a una composición de revestimiento de base acuosa y en especial a un esmalte acrílico termoendurecible acuoso que proporciona un acabado de gran calidad para el exterior de las carrocerías de automóviles y camiones.

Los esmaltes acrílicos termoendurecibles son muy conocidos en la técnica, como demuestran las patentes estadounidenses 2.681.897 de Frazier y colaboradores, publicada el 22 de Junio de 1954; 3.338.860, de Vasta, publicada el 29 de Agosto de 1967; 3.365.414 de Fisk y colaboradores, publicada el 23 de



420335

1 Enero de 1968; 3.622.651 de Vasta, publicada el 23 de Noviem-
bre de 1971 y 3.637.546 de Parker, publicada el 25 de Enero
de 1972. Estos esmaltes acrílicos son todos ellos sistemas a
base de disolventes y no proporcionan un acabado no contami-
5 nante del aire. La patente estadounidense 3.661.827 de Taft,
publicada el 9 de Mayo de 1972, se dirige a un procedimiento
para la preparación de una composición de esmalte acrílico, dis-
persable en agua, pero este producto no cumple los requisitos
de la industria de manufactura de automóviles y camiones para
10 un acabado acuoso de gran calidad.

La nueva composición de revestimiento a base de es-
malte acrílico termoendurecible acuoso de esta invención utili-
za un polímero acrílico particular con una composición unifor-
me y con un balance de grupos hidroxilo y carboxilo, en combi-
15 nación con un agente reticulante soluble o dispersable en agua
tal como una resina de melamina-formaldehído alquilada, para
formar un acabado de gran calidad útil para el exterior de las
carrocerías de automóviles y camiones.

COMPENDIO DE LA INVENCION

20 La composición de revestimiento a base de esmalte
acrílico termoendurecible acuoso comprende de 10 a 60 % en pe-
so de constituyentes formadores de película y correspondiente-
mente de 90 a 50 % en peso de agua y hasta el 20 % en peso de
un disolvente de los constituyentes formadores de película;
25 en esta composición, los constituyentes formadores de película



420335

1 están formados esencialmente por:

(1) de 60 a 90 % en peso, calculado sobre el peso de los constituyentes formadores de película, de un polímero acrílico con un factor de uniformidad del 75 % como mínimo, constituido esencialmente por:

5

(a) 20-60 % en peso, calculado sobre el peso del polímero acrílico, de un constituyente duro que es metacrilato de metilo o una mezcla de metacrilato de metilo y estireno en la que el estireno constituye hasta el 40 % del peso del polímero acrílico;

10

(b) 20-40 % en peso, calculado sobre el peso del polímero acrílico, de un constituyente acrílico blando que es un acrilato de alquilo de 2 a 12 átomos de carbono en el grupo alquilo, un metacrilato de alquilo de 4 a 12 átomos de carbono en el grupo alquilo o una mezcla del acrilato de alquilo y del metacrilato de alquilo antes citados;

15

(c) 4-20 % en peso, calculado sobre el peso del polímero acrílico, de un constituyente hidroxilado que es un metacrilato de hidroxialquilo o un acrilato de hidroxialquilo, o una mezcla de los mismos, donde los grupos alquilo contienen de 2 a 4 átomos de carbono,

20

(d) 4-20 % en peso, calculado sobre el peso del polímero acrílico, de un ácido carboxílico α, β -insaturado;

25

donde el polímero presenta una relación de carboxilo a hi-



420335

1 droxilo comprendida entre 1:0,2 y 1:1,8 y un índice de aci-
 dez de 35 a 150 aproximadamente y un peso molecular prome-
 dio en peso de 5000-80.000; y

 (2) de 10 a 40 % en peso, calculado sobre el peso del constitu-
5 yente formador de película, de una resina reticulante solu-
 ble o dispersable en agua, preferiblemente una resina de me-
 lamina-formaldehido alquilada, conteniendo de 1 a 4 átomos
 de carbono en el grupo alquilo; y

 la composición está por lo menos parcialmente neutra
10 lizada con una amina soluble en agua y tiene un pH de 6 a 9 apro-
 ximadamente.

DESCRIPCION DE LA INVENCION

 La nueva composición de revestimiento de esta inven-
 ción presenta un contenido en sólidos de constituyentes formad_o
15 res de película del orden del 10 al 60 % en peso y preferible-
 mente alrededor del 20 al 50 % en peso. La nueva composición
 está habitualmente pigmentada y contiene alrededor de 0,1 a
 40 % en peso de pigmento y preferiblemente de 0,1 a 30 % en pe-
 so de pigmento.

20 Los constituyentes formadores de película de la
 nueva composición de revestimiento comprenden de 60 a 90 % en
 peso de un polímero acrílico y, correspondientemente, de 40 a
 10 % en peso de una resina reticulante soluble o dispersable
25 en agua, preferiblemente una resina de melamina-formaldehido
 alquilada que sea compatible con el polímero acrílico utili-



420335

1 zado. Preferiblemente, la nueva composición contiene de 65 a
85 % de la resina acrílica y de 35 a 15 % en peso de una resi-
na de melamina-formaldehído alquilada y más preferiblemente
se emplea alrededor del 70 % en peso del polímero acrílico en
5 combinación con alrededor del 30 % en peso de una resina de
melamina-formaldehído alquilada.

El polímero acrílico empleado en la nueva composi-
ción de revestimiento de esta invención es parcialmente solu-
ble y parcialmente dispersable en el medio acuoso. Alrededor
10 del 30-50 % del peso del polímero acrílico se dispersa y tiene
un tamaño de partícula de unas 0,01-0,10 micras, preferiblemen-
te de unas 0,02-0,06 micras y el 50-70 % en peso restante del
polímero acrílico es soluble y está disuelto en el medio acuo-
so. Para obtener la solubilidad y la dispersabilidad en agua,
15 el polímero acrílico presenta una relación de carboxilo a hi-
droxilo comprendida entre 1:0,2 y 1:1,8, que es la relación
molar de los grupos carboxilo a los grupos hidroxilo del po-
límero.

El polímero acrílico empleado en la nueva composi-
20 ción de revestimiento de esta invención presenta un factor de
uniformidad del 75 % como mínimo y preferiblemente del 80-
95 %. El factor de uniformidad es el porcentaje del polímero
en el que los constituyentes se encuentran dentro de ± 15 % de
la cantidad media dada para el polímero. Por ejemplo, si la
25 composición media del polímero acrílico es 54 % de metacrilato



42033

1 de metilo, 34 % de acrilato de butilo, 6 % de acrilato de 2-hi-
droxietilo y 6 % de ácido acrílico, el 75 % del polímero se en-
contrará dentro de ± 15 % de estos valores medios, es decir:
54 ± 8 % de metacrilato de metilo, 34 ± 5 % de acrilato de bu-
5 tilo, 6 $\pm 0,9$ % de acrilato de 2-hidroxietilo y 6 $\pm 0,9$ % de
ácido acrílico.

El polímero acrílico empleado en la nueva composi-
ción de esta invención se prepara mediante una adición progra-
mada de los monómeros, catalizadores de polimerización y di-
10 solventes. Este proceso de adición programada constituye un
intento para formar en todas las fases del proceso de polimeri-
zación un polímero que presenta una composición esencialmente
igual a la composición previamente determinada y, una vez com-
pletado el proceso, da lugar a una composición del polímero
15 que presenta un factor de uniformidad del 75 % como mínimo. Es-
te procedimiento permite obtener un alto porcentaje de conver-
sión de los monómeros en polímero y también proporciona un po-
límero con un peso molecular relativamente uniforme. Cuando es-
tos polímeros se emplean en la nueva composición de esta inven-
20 ción, proporcionan acabados de gran calidad.

Los procedimientos de polimerización convencionales,
como la polimerización discontinua, comúnmente utilizada en la
técnica, proporcionan polímeros con una amplia gama de composi-
ciones y pesos moleculares que no son adecuados para la nueva
25 composición de revestimiento de esta invención.



420335

1 El proceso citado de polimerización por adición
programada se basa en un programa establecido por un ordena-
dor que utiliza las ecuaciones de polimerización conocidas y
las relaciones de actividad de los monómeros para determinar
5 las velocidades y proporciones de adición de los monómeros y
las temperaturas y tiempos de polimerización del polímero.
Así se forma un polímero con una composición uniforme en toda
su masa. El procedimiento citado de adición programada puede
basarse en un programa establecido por un ordenador que utili-
za una ecuación de polimerización en la que se emplean los índi-
10 ces de polimerización de los monómeros. En general, el procedi-
miento de polimerización programada comprende una carga inicial
de monómeros y disolventes que se calienta a la temperatura de
reflujo en la vasija de polimerización y después, a intervalos
15 dados, se cargan los monómeros y el iniciador de la polimeriza-
ción en la vasija mientras se mantiene una temperatura de refluj-
o de acuerdo con el procedimiento de polimerización programada.
Durante toda la reacción de polimerización, el polímero que se
está formando presenta un factor de uniformidad del 75 % como
20 mínimo. En general, la polimerización se realiza a unos 75-
125°C, durante un periodo de 2 a 4 horas, para formar un polí-
mero que tiene un peso molecular promedio en peso de 5000 a
80.000 aproximadamente y, de preferencia, de 10.000 a 50.000
aproximadamente, determinado por cromatografía de permeación
25 de gel. El polímero tiene un índice de acidez de alrededor de



420335

1 35 a 150 y preferiblemente alrededor de 35 a 80.

En un procedimiento preferido en el que se obtiene un polímero que contiene 52-56 % en peso de metacrilato de metilo, 32-36 % en peso de acrilato de butilo, 5-7 % en peso de acrilato de hidroxietilo y 5-7 % en peso de ácido acrílico, los constituyentes se hacen reaccionar como sigue:

Etapa (1)

Los siguientes constituyentes se cargan en una vasija de reacción y se calientan a la temperatura de reflujo:

10 13-15 % en peso de la cantidad total de metacrilato de metilo,
52-54 % en peso de la cantidad total de acrilato de butilo,
28-30 % en peso de la cantidad total de acrilato de hidroxietilo,
23-25 % en peso de la cantidad total de ácido acrílico,
15 disolventes miscibles con agua como isopropanol y éter monobutílico de etilenglicol y un agente de transferencia de cadena como laurilmercaptano.

Etapa (2)

Después se cargan en la vasija de reacción los siguientes ingredientes:

20 un catalizador de polimerización como peróxido de benzoílo y, opcionalmente,
14-16 % en peso de la cantidad total de metacrilato de metilo, la adición del metacrilato de metilo en esta etapa es opcional, ya que esta cantidad de metacrilato de metilo puede ser
25 agregada en la primera etapa y puede utilizarse un disol



420335

1 vente del peróxido de benzoílo.

Etapa (3)

Después se cargan en la vasija de reacción, lenta y continuamente, durante un periodo de 14 a 16 minutos, los si
5 guientes ingredientes:

20-21 % de la cantidad total de metacrilato de metilo,

13-15 % de la cantidad total de acrilato de butilo,

31-33 % de la cantidad total de acrilato de hidroxietilo,

22-24 % de la cantidad total de ácido acrílico y

10 un iniciador de la polimerización formado por peróxido de benzoílo.

Etapa (4)

A continuación se cargan en la vasija de reacción, lenta y continuamente, durante un periodo de 49 a 51 minutos, mientras se mantiene la mezcla de reacción a la temperatura de
15 reflujo, los siguientes ingredientes:

31-33 % de la cantidad total de metacrilato de metilo,

20-22 % de la cantidad total de acrilato de butilo,

31-33 % de la cantidad total de acrilato de hidroxietilo,

20 33-35 % de la cantidad total de ácido acrílico y

un iniciador de la polimerización formado por peróxido de benzoílo.

Etapa (5)

Después se cargan lenta y continuamente en la vasija
25 de reacción, durante un periodo de 75 a 80 minutos, los siguien



420335

1 tes ingredientes:

17-19 % de la cantidad total de metacrilato de metilo,
11-13 % de la cantidad total de acrilato de butilo,
6-82 % de la cantidad total de acrilato de hidroxietilo,
5 17-19 % de la cantidad total de ácido acrílico,

y un iniciador de polimerización de peróxido de benzoílo;
la mezcla de reacción se mantiene a la temperatura de reflujo
durante unos 25 a 35 minutos para formar un polímero. .

Etapas (6)

10 Después el polímero se neutraliza con una amina y
a continuación se diluye con agua para formar una dispersión.

En el proceso de polimerización se utilizan disolven
tes miscibles con agua como isopropanol, alcohol n-propílico,
diacetona-alcohol y otros alcoholes, acetona, acetilacetona,
15 éter monoetílico de etilenglicol, éter monobutílico de etilen-
glicol y acetato de éter monometílico de etilenglicol. Pueden
utilizarse pequeñas cantidades de disolventes de solubilidad
limitada en agua como metil-etil-cetona y acetato de éter mono-
etílico de etilenglicol. La nueva composición puede contener
20 hasta alrededor del 20 % en peso de disolvente miscible con agua
pero preferiblemente contiene de 5 a 15 % en peso de este disol-
vente. Si se desea, la nueva composición puede estar exenta de
disolvente.

25 Se utiliza alrededor de 0,1-4 % en peso, calculado
sobre el peso del monómero utilizado para preparar el polímero



420335

1 acrílico, del catalizador de polimerización. Los catalizadores
típicos son azo-bi-isobutironitrilo, azo-bi-(α,γ -dimetilvalero-
nitrilo), peróxido de benzoílo, peroxipivalato de terc-butilo,
peracetato de terc-butilo y similares. También se utilizan agen-
5 tes de transferencia de cadena como laurilmercaptano.

El polímero acrílico contiene de 20 a 60 % en peso
de un constituyente duro, que puede ser metacrilato de metilo
o una mezcla de metacrilato de metilo y estireno; hasta 40 %
del peso del polímero puede ser de estireno. El polímero acríli-
co puede contener de 5 a 30 % en peso de estireno en combinación
10 con 15 a 30 % en peso de metacrilato de metilo. Preferiblemente,
el polímero contiene alrededor de 52-57 % en peso de metacrila-
to de metilo.

El polímero acrílico contiene de 20 a 40 % en peso
15 de un constituyente acrílico blando, que es un acrilato de al-
quilo conteniendo de 2 a 12 átomos de carbono en el grupo al-
quilo, un metacrilato de alquilo de 4 a 12 átomos de carbono en
el grupo alquilo o una mezcla de estos dos constituyentes. Pre-
feriblemente, el polímero acrílico contiene de 28 a 38 % en pe-
20 so del constituyente acrílico blando, preferiblemente un acrila-
to de alquilo de 2 a 8 átomos de carbono en el grupo alquilo.
Los siguientes son monómeros acrílicos blandos típicos que pue-
den ser utilizados: acrilato de etilo, acrilato de propilo,
acrilato de isopropilo, acrilato de butilo, acrilato de isobu-
25 tilo, acrilato de hexilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de



420335

1 octilo, acrilato de nonilo, acrilato de laurilo y similares,
metacrilato de butilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato
de pentilo, metacrilato de hexilo, metacrilato de octilo, me-
tacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de decilo, metacrilato
5 de laurilo y similares. El acrilato de butilo es el constitu-
yente acrílico blando preferido ya que forma un polímero de
gran calidad con excelentes propiedades físicas.

El polímero acrílico contiene de 4 a 20 % en peso
de un constituyente hidroxilado como acrilato de hidroxialqui-
10 lo o metacrilato de hidroxialquilo o una mezcla de estos dos
compuestos. Preferiblemente, el polímero contiene alrededor del
5-10 % del constituyente hidroxilado. Estos constituyentes con-
tienen de 2 a 4 átomos de carbono en los grupos alquilo y son,
por ejemplo, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxibu-
15 tilo, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropi-
pilo y metacrilato de hidroxibutilo.

El polímero acrílico también contiene de 4 a 20 %
en peso, calculado sobre el peso del polímero acrílico, de un
ácido carboxílico α, β -insaturado. Los ácidos típicamente úti-
20 les son el ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido crotónico,
ácido itacónico, ácido propilacrílico y similares. Preferible-
mente, el ácido acrílico y el ácido metacrílico se emplean en
proporciones del 4-10 % en peso, ya que estos ácidos forman
polímeros de gran calidad útiles en la nueva composición de
25 esta invención.



420335

1 Un polímero acrílico preferido utilizado en la
nueva composición de revestimiento de esta invención contiene
50-60 % en peso de metacrilato de metilo, 30-40 % en peso de
un constituyente acrílico blando, preferiblemente acrilato de
5 butilo, 5-10 % en peso del constituyente hidroxilado, prefe-
riblemente acrilato de hidroxietilo o metacrilato de hidroxipropilo y 4-12 % en peso de ácido acrílico, ácido metacrílico o ácido itacónico. Estos polímeros acrílicos preferidos tienen un peso molecular promedio en peso de 20.000-50.000 aproximadamente, un índice de acidez alrededor de 35-100 y una relación de carboxilo a hidroxilo de 1:1,03 a 1:1,5 aproximadamente.

10 Otro polímero acrílico especialmente útil, que forma un acabado de gran calidad, contiene alrededor de 28-32 % en peso de estireno, 22-26 % en peso de metacrilato de metilo, 30-35 % en peso de acrilato de butilo, 7-9 % en peso de acrilato de hidroxietilo y 4-6 % en peso de ácido acrílico y tiene un índice de acidez de 30 a 50 aproximadamente, una relación de carboxilo a hidroxilo de 1:0,4 a 1:1,5 y un peso molecular promedio en peso de 20.000 a 50.000 aproximadamente.

15 Para formar la dispersión acuosa, el polímero acrílico es neutralizado por lo menos parcialmente con una amina soluble en agua y después dispersado en agua. Las aminas solubles en agua típicas que pueden ser utilizadas son aminas primarias, aminas secundarias, aminas terciarias, poliaminas e hidroxiaminas, como etanolamina, dietanolamina, trietanolamina,

25



1976

420335

1 n-metiletanolamina, N,N-dietiletanolamina, N-aminoetanolamina,
N-metildietanolamina, monocisopropanolamina, di-isopropanolami-
na, tri-isopropanolamina, hidroxiamina, butanolamina, hexanol-
amina, metildietanolamina, N,N-dietilaminoetilamina, etilen-
5 diamina, dietilentriamina, dietilentetramina, hexametilentetra-
mina, trietilamina y similares. El polímero acrílico es neutra-
lizado habitualmente al 50-60 % y puede ser neutralizado en
un 100 %. Se prefiere la neutralización del 50-60 % ya que este
grado de neutralización forma una dispersión acuosa que permite
10 obtener una formulación de esmalte de alta proporción de sólidos.
El pH de la composición acuosa de revestimiento resultante
es generalmente ajustado a un valor comprendido entre 6 y 9 y
preferiblemente entre 7,1 y 7,5.

La nueva composición de revestimiento de esta inven-
15 ción contiene de 10 a 40 % en peso, calculado sobre el peso de
los constituyentes formadores de película, de una resina reticu-
lante dispersable en agua o soluble en agua. Preferiblemente
se emplean resinas de melamina-formaldehído alquiladas, en una
proporción del orden del 20 al 40 % en peso de esta resina. La
20 resina de melamina-formaldehído alquilada contiene de 1 a 4 áto-
mos de carbono en el grupo alquilo y se prepara por técnicas
convencionales en las que se hace reaccionar un alcohol, como
metanol, etanol, propanol, isopropanol o butanol, con una resi-
na de melamina-formaldehído. Una resina preferida es la hexa-
25 metoximetilmelamina. La resina de melamina-formaldehído que ha



420335

1 reaccionado con isopropanol es otra resina útil. También pueden
utilizarse las resinas de urea-formaldehido como resina reti-
culante.

5 Generalmente, la nueva composición de revestimiento
de esta invención contiene pigmentos en proporciones del 0,1
al 40 % en peso. Puede utilizarse una amplia variedad de pig-
mentos, como óxidos metálicos, por ejemplo dióxido de titanio,
óxido de hierro, óxido de cinc y similares, hidróxidos metáli-
cos, escamas metálicas, polvos metálicos, cromatos, sulfatos,
10 carbonatos, negro de humo, sílica, talco, azules y verdes de
ftalocianina, pigmentos de indolinona y otros pigmentos y colo-
rantes orgánicos.

La nueva composición de revestimiento de esta in-
vención puede ser aplicada a diversos substratos como vidrio,
15 plásticos, metales y similares, por cualquiera de los métodos
de aplicación habituales como pulverización, pulverización elec-
trostática, inmersión, brocha, revestimiento por inundación y
similares. Estos revestimientos se tratan térmicamente por pro-
cedimientos convencionales. Un ciclo de tratamiento térmico pre-
20 ferido consiste en un precalentamiento a unos 75-95°C durante
5-30 minutos aproximadamente y después tratamiento a unos 125-
200°C, para obtener un acabado de gran calidad. El acabado re-
sultante tiene un espesor aproximada de 0,5-3,5 mils (0,0127-
0,0889 mm), preferiblemente de 1-2,5 mils (0,0254-0,0635 mm) y
25 puede ser pulimentado o abrillantado por técnicas convencio



420335

1 nales para aumentar la lisura o el brillo o ambos a la vez.

 La nueva composición de revestimiento de esta inven-
ción es preferiblemente aplicada sobre un substrato metálico
imprimado. Pueden utilizarse las imprimaciones alquídicas típi-
5 cas y las imprimaciones epoxi pigmentadas con óxido de hierro,
negro de humo y dióxido de titanio. La imprimación puede ser
aplicada por electrodeposición o puede ser aplicada por técni-
cas convencionales de pulverización o inmersión del substrato
metálico. Asimismo, la nueva composición puede ser utilizada di-
10 rectamente sobre acero galvanizado para formar un revestimiento
duradero.

 La nueva composición de esta invención puede ser
aplicada directamente sobre un substrato metálico imprimado sin
necesidad de utilizar una capa selladora intermedia. Sin embar-
15 go, puede utilizarse una capa selladora para proporcionar un aca-
bado con excelentes adhesión y lisura. Estos selladores pueden
ser acuosos o a base de disolvente. Una composición selladora
típicamente útil es la descrita por Rohrbacher en la patente
estadounidense 3.509.086, publicada el 28 de Abril de 1970.

20 El acabado de la nueva composición de revestimiento
de esta invención se caracteriza por un aspecto brillante y li-
so que es resistente a las manchas causadas por el agua, presen-
ta una excelente resistencia al cuarteamiento, buena duración
y resistencia a la intemperie, conserva el brillo y resiste
25 bien a la gasolina. Estas características hacen que esta nueva



420335

1 composición sea especialmente atractiva como acabado exterior para automóviles y camiones.

5 Los siguientes ejemplos ilustran la invención. Las partes y porcentajes se dan en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

Se prepara una composición de revestimiento formado en primer lugar el siguiente polímero acrílico:

		<u>Partes en peso</u>
10	<u>Parte 1</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	17,080
	Acrilato de butilo monómero	19,130
	Acrilato de 2-etilhexilo monómero	2,720
	Acido acrílico monómero	1,150
15	Isopropanol	6,140
	Eter monobutílico de etilenglicol	9,680
	Iaurilmercaptano	0,294
	<u>Parte 2</u>	
	Peróxido de benzoílo	0,672
20	Metil-etil-cetona	1,580
	Acetato de éter monometílico de etilenglicol	1,580
	Eter monobutílico de etilenglicol	2,360
	<u>Parte 3</u>	
25	Metacrilato de metilo monómero	24,530
	Acrilato de butilo monómero	11,520



420335

		<u>Partes en peso</u>
1	Acrilato de 2-hidroxietilo	3,910
	Acido acrílico	2,090
	Peróxido de benzoílo	0,906
5	Alcohol isopropílico	3,000
	Eter monobutílico de etilenglicol	9,800
	<u>Parte 4</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	25,720
	Acrilato de butilo	12,080
10	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	4,090
	Acido acrílico monómero	2,200
	Peróxido de benzoílo	1,248
	Isopropanol	4,120
	Eter monobutílico de etilenglicol	13,150
15	<u>Parte 5</u>	
	Metacrilato de etilo	9,570
	Acrilato de butilo	4,490
	Acrilato de 2-hidroxietilo	1,520
	Acido acrílico monómero	0,820
20	Peróxido de benzoílo	0,440
	Isopropanol	1,460
	Eter monobutílico de etilenglicol	4,760
	<u>Parte 6</u>	
25	Dietiletanolamina	7,900
	Agua desmineralizada	101,300



NOV. 1976

420335

1

Partes en pesoParte 7

Agua desmineralizada	169,090
Total	492,100

5

10

15

20

25

La Parte 1 se carga en una vasija de reacción provista de agitador, una camisa de calefacción y un condensador de reflujo y después se calienta a la temperatura de reflujo que es alrededor de 160°C. La Parte 2 se premezcla y después se agrega y la Parte 3 se premezcla y se agrega a velocidad uniforme a lo largo de un periodo de 20 minutos, mientras se mantiene la mezcla de reacción a su temperatura de reflujo. La Parte 4 se premezcla y se agrega a velocidad uniforme a lo largo de un periodo de 60 minutos, mientras la mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo. Se premezcla la Parte 5 y se agrega a velocidad uniforme durante un periodo de 100 minutos y después la mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo durante media hora más. Se premezcla la Parte 6 y después se agrega a la mezcla de reacción y a continuación se añade la Parte 7 a la mezcla de reacción y esta última se enfría a la temperatura ambiente y se filtra para separar cualquier coágulo producido.

La dispersión polimérica resultante contiene un 34 % de sólidos poliméricos en los que el tamaño de partícula es alrededor de 0,02-0,06 micras. El polímero tiene una viscosidad relativa de 1,16 medida a 25°C en dimetilformamida, a una



420335

1 concentración aproximada de 0,5 % de sólidos poliméricos y tie-
ne un índice de acidez del orden de 33 a 35 y una relación de
carboxilo a hidroxilo de 1 a 1,5. El polímero tiene la siguien-
te composición: metacrilato de metilo/acrilato de butilo/acrila-
5 to de 2-hidroxietil/ácido acrílico en una relación ponderal de
aproximadamente 54,2/33,1/8,4/4,3 y un factor de uniformidad
del 75-85 % aproximadamente.

Se prepara una base para molino de azul de ftalocia-
nina como sigue:

	<u>Partes en peso</u>
<u>Parte 1</u>	
Hexa(metoximetil)melamina	546
Isopropanol	630
<u>Parte 2</u>	
15 Pigmento azul de ftalocianina	210
<u>Parte 3</u>	
Hexa(metoximetil)melamina	285
Isopropanol	<u>426</u>
Total	2097

20 La Parte 1 se mezcla con la Parte 2 durante un pe-
riodo de 30 minutos, después se agrega la Parte 3 y los consti-
tuyentes se mezclan durante 30 minutos. La composición resultan-
te se pasa por un molino de arena convencional y se muele dos
veces para obtener una base de molino uniforme.

25 Se prepara una base de molino azul como sigue:



420335

	<u>Partes en peso</u>
1	
	<u>Parte 1</u>
	Hexa(metoximetil)melamina 78
	Isopropanol 90
5	<u>Parte 2</u>
	Pigmento azul "Monastral" 30
	<u>Parte 3</u>
	Hexa(metoximetil)melamina 41
	Isopropanol <u>61</u>
10	Total 300

15 La Parte 1 se mezcla con la Parte 2 durante un periodo de 30 minutos, después se agrega la Parte 3 y los constituyentes se mezclan durante 30 minutos. La composición resultante se pasa por un molino de arena convencional y se muele dos veces para obtener una base de molino azul uniforme.

Se prepara una base de molino violeta como sigue:

	<u>Partes en peso</u>
	<u>Parte 1</u>
20	Hexa(metoximetil)melamina 13,6
	Isopropanol 45,1
	<u>Parte 2</u>
	Pigmento violeta "Monastral" 7,0
	<u>Parte 3</u>
25	Hexa(metoximetil)melamina 7,6
	Isopropanol <u>26,7</u>
	Total 100,0



1976

420335

1 Las Partes 1 y 2 se combinan entre sí y después se
mezclan durante 30 minutos, a continuación se agrega la Par-
te 3 y la composición se mezcla durante 15 minutos más. Des-
pués la composición resultante se muele dos veces en un mo-
5 lino de arena corriente para formar una base de molino unifor-
me.

Se forma una base de molino amarilla verdosa como
sigue:

	<u>Partes en peso</u>
10 <u>Parte 1</u>	
Hexa(metoximetil)melamina	78
Isopropanol	90
<u>Parte 2</u>	
Pigmento amarillo verdoso de ftalocianina	30
15 <u>Parte 3</u>	
Hexa(metoximetil)melamina	41
Isopropanol	<u>61</u>
Total	300

20 Se combina la Parte 1 con la Parte 2 en una vasija
mezcladora durante 30 minutos, después se agrega la Parte 3
y se mezcla durante 15 minutos más. La composición resultante
se muele después dos veces en un molino de arena convencional
para formar una base de molino uniforme.

25 Se prepara una dispersión de escamas de aluminio
como sigue:



420335

	<u>Partes en peso</u>
1	
Escamas de aluminio	1,71
Hexa(metoximetil)melamina	5,75
Isopropanol	<u>11,05</u>
5	Total 18,51

Los constituyentes anteriores se mezclan íntimamente durante 30 minutos para formar una dispersión uniforme.

Se prepara una composición para pintura mezclando entre sí los siguientes ingredientes:

	<u>Partes en peso</u>
10	
<u>Parte 1</u>	
Base de molino azul de ftalocianina (preparada anteriormente)	6,35
Base de molino azul (preparada anteriormente)	0,20
15	
Base de molino violeta (preparada anteriormente)	0,70
Base de molino amarilla verdosa de ftalocianina (preparada anteriormente)	0,45
Base de molino de escamas de aluminio (preparada anteriormente)	11,05
<u>Parte 2</u>	
20	
Hexa(metoximetil)melamina	20,40
<u>Parte 3</u>	
Dispersión de polímero acrílico (preparada anteriormente)	272,40
<u>Parte 4</u>	
25	
Água desionizada	18,00



06 ENE 1976

420335

1

Partes en peso

Parte 5

5	Solución de copolímero de acrilato de butilo/ácido acrílico (80 % de sólidos poliméricos en alcohol de un copolímero 85/15 de acrilato de butilo/ácido acrílico)	3,30
	Solución de agente contra los cráteres de silicona (10 % de resina de silicona de bajo peso molecular en agua)	3,35
	Agua desionizada	<u>31,00</u>
	Total	367,10

10

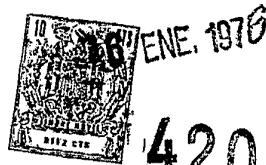
La Parte 1 se carga en una vasija mezcladora y se mezcla íntimamente y después se añade la Parte 2, se mezcla con la Parte 1 y consecutivamente se añaden las Partes 3, 4 y 5, mezclando después de cada adición. La composición resultante tiene una viscosidad de 30 segundos utilizando una cubeta Fisher nº 2 y presenta un contenido total de sólidos del 28,1 %.

15

20

Se utiliza una pistola de succión corriente para aplicar la composición de pintura, a una presión de aire de unas 80 libras (5,6 kg/cm²). La composición se aplica a un panel de acero imprimado con una capa de 1,5 mils (0,0381 mm) de espesor de una imprimación de resina alquídica pigmentada con óxido de hierro. Se realizan seis pasadas para aplicar la pintura y el panel se somete a un tratamiento térmico previo durante 15 minutos a 90°C y después se trata durante 30 minutos a 150°C.

25



420335

1 La película resultante tiene un espesor de 2 mils
(0,0508 mm) aproximadamente y presenta buen brillo, excelente
dureza, excelente aspecto y es resistente a la formación de ampo-
5 llas a gran humedad, presenta una excelente resistencia al man-
chado por el agua, buena resistencia a desportillarse, buena resisten-
cia a la gasolina y excelente resistencia al deterioro causado
por la intemperie.

EJEMPLO 2

10 Se prepara una composición de revestimiento forman-
do primero la siguiente solución de polímero acrílico:

Partes en peso

Parte 1

Metacrilato de metilo monómero	58,0
Acrilato de butilo monómero	98,0
15 Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	9,0
Acido acrílico monómero	8,0
Isopropanol	30,0
Eter monobutílico de metilenglicol	75,0
Dodecilmercaptano	4,3

20 Parte 2

Metacrilato de metilo monómero	27,0
Peróxido de benzoílo	3,3

Parte 3

25 Metacrilato de metilo monómero	293,0
Acrilato de butilo monómero	142,0



ENE 1976

420335

	<u>Partes en peso</u>
1	
Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	31,0
Acido acrílico monómero	35,0
Isopropanol	42,0
5	
Acetato de éter monobutílico de etilenglicol	137,0
Peróxido de benzofl	<u>17,0</u>
	Total 1009,6

La Parte 1 se carga en una vasija de reacción provista de agitador, una camisa de calefacción y un condensador de reflujo y después los constituyentes se calientan a la temperatura de reflujo. Se premezcla la Parte 2, después se añade a la vasija de reacción y a continuación la mezcla de reacción se lleva a su temperatura de reflujo. Entonces se premezcla la Parte 3 y se agrega el 40 % de la Parte 3, a lo largo de un periodo de 20 minutos, mientras se mantiene la mezcla de reacción a su temperatura de reflujo. El 60 % restante de la Parte 3 se añade continuamente durante un periodo de 80 minutos y después la mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo durante una hora más y luego se enfría a la temperatura ambiente y se filtra.

La dispersión polimérica resultante tiene un contenido en sólidos del 70 % aproximadamente y el polímero tiene una viscosidad relativa de 1,09 aproximadamente, medida a 25° en dimetilformamida y a alrededor del 0,5 % de sólidos poliméricos y el polímero presenta un índice de acidez de 47 aproximadamente y una relación de carboxi a hidroxilo de 1 a 0,58. El polímero tiene la



ENE. 1976

420335

1 siguiente composición: metacrilato de metilo/acrilato de buti-
 lo/acrilato de 2-hidroxietilo/ácido acrílico en una relación
 ponderal de 54/34,2/5,7/6,1 aproximadamente y un factor de uni-
 formidad alrededor de 75-85 %.

5 Después se prepara una composición de revestimien-
 to como sigue:

	<u>Partes en peso</u>
<u>Parte 1</u>	
10 Solución de polímero (preparado ante- riormente)	200
<u>Parte 2</u>	
Dietilaminoetanolamina	14
<u>Parte 3</u>	
Agua desionizada	318
<u>Parte 4</u>	
15 Hexa(metoximetil)melamina	<u>60</u>
Total	592

20 Se carga la Parte 1 en una vasija mezcladora, después
 se añade la Parte 2 y se mezcla con la Parte 1. Entonces se añá-
 de lentamente la Parte 3 con agitación constante. Después de ha-
 ber agregado la Parte 3, se añade de una sola vez la Parte 4 y
 se mezcla. La composición de revestimiento resultante presenta
 un contenido en sólidos del 33 % aproximadamente y una viscosi-
 dad de pulverización de unos 30 segundos utilizando una cubeta
 25 Parlin nº 2.



16 ENE. 1976

420335

1 Se utiliza una pistola pulverizadora corriente para
aplicar la composición de revestimiento a un panel de acero im-
primado con una capa de 1,5 mils (0,0381 mm) de espesor de una
imprimación de resina alquídica pigmentada con óxido de hierro.
5 Después de haber aplicado el revestimiento, el panel se trata
durante 15 minutos a 90°C y después durante 30 minutos a unos
150°C para obtener un revestimiento con un espesor aproximado
de 2 mils (0,0508 mm) que presenta buen aspecto, buen brillo,
excelente dureza y buena resistencia a desportillarse.

10

EJEMPLO 3

Se prepara una composición de revestimiento formando
primero la siguiente solución de polímero acrílico:

Partes en peso

Parte 1

15	Metacrilato de metilo monómero	55,0
	Acrilato de butilo monómero	81,0
	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	9,0
	Acido acrílico monómero	15,0
	Isopropanol	30,0
20	Eter monobutílico de etilenglicol	75,0
	Dodecilmercaptano	1,4

Parte 2

	Peróxido de benzoílo	3,3
25	Metacrilato de metilo monómero	30,0



16 ENF 1975

420335

	<u>Partes en peso</u>
1	
	<u>Parte 3</u>
	Metacrilato de metilo monómero 292,0
	Acrilato de butilo monómero 116,0
5	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero 33,0
	Acido acrílico monómero 69,0
	Peróxido de benzoílo 13,0
	Isopropanol 42,0
	Eter monobutílico de etilenglicol <u>132,0</u>
10	Total 996,7

La Parte 1 se carga en una vasija de reacción provista de agitador, una camisa de calefacción y un condensador de reflujo y después se calienta a su temperatura de reflujo. Se premezcla la Parte 2 y después se agrega a la mezcla de reacción. Se premezcla la Parte 3 y el 46 % de dicha Parte 3 se agrega continuamente a lo largo de un periodo de 20 minutos y después el resto de la Parte 3 se añade continuamente durante un periodo de 60 minutos, mientras se mantiene la mezcla de reacción a su temperatura de reflujo. El reflujo de la mezcla de reacción se mantiene durante 90 minutos más. Después la mezcla de reacción se enfría a la temperatura ambiente y se filtra.

La dispersión polimérica resultante presenta un contenido en sólidos del 71 % aproximadamente y el polímero tiene una viscosidad relativa de 1,096, medida a 25°C en dimetilformamida a alrededor del 0,5 % de sólidos poliméricos; el polímero



ENE. 1976

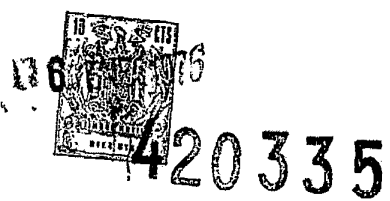
420335

1 presenta un índice de acidez de 93 a 94 aproximadamente y una
relación de carboxilo a hidroxilo de 1 a 0,31. El polímero tie-
ne la siguiente composición metacrilato de metilo/acrilato de bu-
tilo/acrilato de hidroxietilo/ácido acrílico - 53,8/28,2/6,0/
5 12,0 y un factor de uniformidad de 75-85 % aproximadamente.

Se prepara una composición de revestimiento mezclan-
do los siguientes ingredientes:

	<u>Partes en peso</u>
<u>Parte 1</u>	
10 Solución de polímero preparada anterior- mente	200
<u>Parte 2</u>	
Dietilaminoetanolamina	15
<u>Parte 3</u>	
15 Agua desionizada	318
<u>Parte 4</u>	
Hexa(metoximetil)melamina	<u>60</u>
Total	593

Se carga la Parte 1 en una vasija mezcladora y
20 después se añade la Parte 2 con agitación constante, a continua-
ción se agrega lentamente la Parte 3 a la mezcla de reacción y
después de haber agregado la Parte 3, se añade la Parte 4 y se
mezcla con la mezcla de reacción. La composición resultante
25 contiene 33 % de sólidos poliméricos y presenta una viscosidad
de pulverización de 30 segundos, medida en una cubeta Parlin



 420335

1 n° 2. La composición se pulveriza después sobre un panel de
 acero imprimado como en el Ejemplo 1 y se trata térmicamente por
 los procedimientos descritos en el Ejemplo 1. El acabado resul-
 tante tiene un espesor de unas 2 mils (0,0508 mm), presenta buen
 5 aspecto y es un acabado aceptable para el exterior de las carro-
 cerías de automóviles y camiones.

EJEMPLO 4

Se prepara una composición de revestimiento forman-
do primero la siguiente solución de polímero acrílico:

		<u>Partes en peso</u>
10	<u>Parte 1</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	18,210
	Acrilato de butilo monómero	21,050
	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	1,900
15	Acido acrílico monómero	1,810
	Isopropanol	6,550
	Eter monobutílico de etilenglicol	8,730
	Laurilmercaptano	0,310
	<u>Parte 2</u>	
20	Peróxido de benzoílo	0,716
	Eter monobutílico de etilenglicol	5,880
	Metil-etil-cetona	1,600
	<u>Parte 3</u>	
25	Metacrilato de metilo monómero	26,800
	Acrilato de butilo monómero	13,030



1976

420335

		<u>Partes en peso</u>
1	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	2,860
	Acido acrílico monómero	3,180
	Peróxido de benzoílo	1,150
5	Isopropanol	3,800
	Eter monobutílico de etilenglicol	12,400
	<u>Parte 4</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	26,800
	Acrilato de butilo monómero	13,030
10	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	2,850
	Acido acrílico monómero	3,170
	Peróxido de benzoílo	1,150
	Isopropanol	3,800
	Eter monobutílico de etilenglicol	12,400
15	<u>Parte 5</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	10,210
	Acrilato de butilo monómero	4,880
	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	1,160
	Acido acrílico monómero	1,200
20	Peróxido de benzoílo	0,474
	Isopropanol	1,550
	Eter monobutílico de etilenglicol	5,080
	<u>Parte 6</u>	
	Dietiletanolamina	10,500
25	Agua desmineralizada	128,000



420335

1

Partes en peso

Parte 7

Agua desmineralizada	<u>209,60</u>
Total	566,730

5

10

15

20

25

La Parte 1 se carga en una vasija de reacción provista de agitador, camisa de calefacción y un condensador de reflujo y los ingredientes se calientan a la temperatura de reflujo. Se premezcla la Parte 2, después se agrega a la mezcla de reacción y a continuación se agrega la Parte 3 a velocidad uniforme, durante un periodo de 20 minutos, mientras se mantiene la mezcla de reacción a la temperatura de reflujo. Se premezcla la Parte 4 y después se agrega a la mezcla de reacción alrededor del 34 % de la Parte 4, a velocidad constante, durante un periodo de 20 minutos. Después se agrega a velocidad constante el resto de la Parte 4, durante el siguiente periodo de 60 minutos, mientras se mantiene la mezcla de reacción a su temperatura de reflujo. Se premezcla la Parte 5 y después se agrega a velocidad uniforme, durante un periodo de 100 minutos, manteniendo la mezcla de reacción a su temperatura de reflujo y después la mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo durante media hora más. Entonces se añade a la mezcla de reacción la Parte 6 y después la Parte 7 y la mezcla se enfría y se filtra para separar el coágulo.

La dispersión polimérica resultante contiene alrededor del 26 % en peso de sólidos poliméricos y el polímero tiene una viscosidad relativa de 1,15 aproximadamente, medida a 25°C en el



ENE. 1976

420335

1 disolvente dimetilformamida a aproximadamente 0,5 % de sólidos
poliméricos. El polímero presenta un índice de acidez de 46 a
47 aproximadamente y una relación de carboxilo a hidroxilo de
1 a 0,62. El polímero tiene la siguiente composición: metacrilato
5 de metilo/acrilato de butilo/acrilato de 2-hidroxietilo/ácido
acrílico en una relación ponderal de aproximadamente 54/34/
6/6 y tiene un factor de uniformidad de 75-85 % aproximadamente.

Entonces se prepara una composición para pintura mezclando entre sí los siguientes ingredientes:

	<u>Partes en peso</u>
<u>Parte 1</u>	
Base de molino (descrita en el Ejemplo 1)	6,35
Base de molino azul "Monastral" (preparada en el Ejemplo 1)	0,20
15 Base de molino violeta "Monastral" (preparada en el Ejemplo 1)	0,70
Base de molino amarilla verdosa de ftalocianina (preparada en el Ejemplo 1)	0,45
Base de molino de escamas de aluminio (preparada en el Ejemplo 1)	11,05
<u>Parte 2</u>	
20 Hexa(metoximetil)melamina	20,40
<u>Parte 3</u>	
Dispersión de polímero acrílico (preparada anteriormente)	272,40
<u>Parte 4</u>	
25 Agua desionizada	18,00



ENE. 1976

420335

1

Partes en peso

Parte 5

	Solución de copolímero de acrilato de butilo/ácido acrílico (descrita en el Ejemplo 1)	3,30
5	Solución contra los cráteres (solución de silicona al 10 %)	3,35
	Agua desionizada	<u>31,00</u>
	Total	367,20

10 La Parte 1 se carga en una vasija mezcladora y se mezcla íntimamente, después se añade la Parte 2 y se mezcla y a continuación se añade la Parte 3 y los constituyentes se mezclan entre sí íntimamente. Se agrega la Parte 4 y se combina con la mezcla y después se agrega la Parte 5 y se combina íntimamente con la mezcla. La composición para pintura resultante
15 contiene 28 % de sólidos y presenta una viscosidad de pulverización de 31 segundos utilizando una cubeta Zahn nº 2.

20 La pintura se pulveriza sobre un panel de acero imprimado con una capa de 1,5 mils (0,0381 mm) de espesor de imprimación de resina alquídica pigmentada con óxido de hierro, como en el Ejemplo 1. El revestimiento se trata térmicamente como en el Ejemplo 1, formando una película de un espesor aproximado de 2 mils (0,0508 mm) que presenta buen brillo, buen aspecto, buena adhesión al substrato, buena resistencia a desportillarse, buena resistencia a la gasolina y resistencia al deterioro por la intemperie.
25



ENE. 1976

420335

1

EJEMPLO 5

Se prepara una composición de revestimiento formando primero la siguiente solución de polímero acrílico:

		<u>Partes en peso</u>
5	<u>Parte 1</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	47
	Estireno monómero	30
	Acrilato de butilo monómero	112
	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	15
10	Acido acrílico monómero	6
	Eter monobutílico de etilenglicol	190
	Isopropanol	30
	Dodecilmercaptano	2
	<u>Parte 2</u>	
15	Eter monobutílico de etilenglicol	30
	Solución de peracetato de terc-butilo (solución al 75 % en esencia mineral)	9,5
	<u>Parte 3</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	117
20	Estireno monómero	174
	Acrilato de butilo monómero	112
	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	42
	Acido acrílico monómero	23
	<u>Parte 4</u>	
25	Isopropanol	40



420335

1		<u>Partes en peso</u>
	Solución de peracetato de terc-butilo (descrita anteriormente)	<u>3,9</u>
	Total	963,4

5 La Parte 1 se carga en una vasija de reacción provista de agitador, camisa de calefacción y un condensador de reflujo y se calienta a su temperatura de reflujo. Entonces se añade la Parte 2 y la mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo durante 5 minutos. Se premezclan las Partes 3 y 4 y se agregan simultáneamente en el siguiente
10 orden: 85 % de Parte 3 se añade lentamente durante un periodo de 25 minutos junto con un 75 % de Parte 4 y después el resto de Parte 3 se agrega durante un periodo de 60 minutos mientras que el resto de Parte 4 se agrega durante un periodo de 90 minutos. Durante estas adiciones, la mezcla de reacción se mantiene a su temperatura de reflujo y después de las adiciones la mezcla de reacción se calienta a reflujo durante una hora.

15 La dispersión polimérica resultante contiene 70 % de sólidos, el polímero tiene una viscosidad relativa de 1,15 aproximadamente medida a 25°C en dimetilformamida a 0,5 % de sólidos poliméricos; el polímero presenta un índice de acidez de 33-35 y una
20 relación de carboxilo a hidroxilo de 1 a 1,5. El polímero tiene la siguiente composición: estireno/metacrilato de metilo/acrilato de butilo/acrilato de 2-hidroxietilo/ácido acrílico - 30,0/
25 24,2/33,1/8,4/4,3 y tiene un factor de uniformidad del 75-85 %



PATENT 379

420335

1 aproximadamente.

Se prepara una composición de revestimiento como en el Ejemplo 3, a excepción de que se emplea la solución de polímero anteriormente obtenida. La composición se pulveriza sobre un panel de acero imprimado y se trata térmicamente como en el Ejemplo 3. El acabado resultante tiene un espesor aproximado de 2 mils (0,0508 mm), buen aspecto y constituye un acabado aceptable para el exterior de las carrocerías de automóviles y camiones.

10

EJEMPLO 6

Se prepara una composición de revestimiento formando en primer lugar la siguiente solución de polímero, mediante un procedimiento de polimerización programada:

	<u>Partes en peso</u>
15 <u>Parte 1</u>	
Metacrilato de metilo monómero	241
Metacrilato de butilo monómero	571
Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	55
Acido acrílico monómero	46
20 Isopropanol	402
Eter monobutílico de etilenglicol	771
Laurilmercaptano	14
<u>Parte 2</u>	
25 Peróxido de benzofilo	7
Metacrilato de metilo monómero	254



420335

1		<u>Partes en peso</u>
	<u>Parte 3</u>	
	Metacrilato de metilo monómero	1211
	Acrilato de butilo monómero	504
5	Acrilato de 2-hidroxietilo monómero	135
	Acido acrílico monómero	144
	Peróxido de benzoílo	72
	<u>Parte 4</u>	
	N,N-dietilaminoetilamina	185
10	Agua	310
	<u>Parte 5</u>	
	Agua	1600
	<u>Parte 6</u>	
	Agua	1600
15	<u>Parte 7</u>	
	Agua	<u>1878</u>
	Total	10.000

La Parte 1 se premezcla y carga en una vasija de reacción provista de agitador, una camisa de calefacción y un condensador de reflujo y se calienta a su temperatura de reflujo.

Entonces se añade la Parte 2. Se premezcla la Parte 3 y se agrega el 30 % de la misma, a lo largo de un periodo de 15 minutos, mientras se mantiene la temperatura de reflujo, después se añade el 45 % de la Parte 3 a lo largo de un periodo de 50 minutos, mientras se mantiene la temperatura de reflujo y el



16 ENE 1970

420335

1 resto de la Parte 3 se agrega durante los 80 minutos siguientes,
mientras se mantiene la temperatura de reflujo y después la mez-
cla de reacción se conserva a su temperatura de reflujo durante
5 minutos; después se agrega la Parte 5 durante un periodo de 10
minutos con agitación. Las Partes 6 y 7 se añaden a continua-
ción, mezclando entre cada adición.

La dispersión polimérica resultante contiene un 32 %
de sólidos. Alrededor del 40 % del polímero está disperso y las
10 partículas de polímero dispersas tienen un tamaño de unas 0,02-
0,06 micras y el 60 % restante del polímero está disuelto. El
polímero tiene una viscosidad relativa de 1,15-1,16, medida co-
mo en el Ejemplo 1, presenta un índice de acidez de 47 y una re-
lación de carboxilo a hidroxilo de 1 a 0,62. El polímero tiene
15 la siguiente composición: metacrilato de metilo/acrilato de bu-
tilo/acrilato de 2-hidroxietilo/ácido acrílico - 54/34/6/6 y un
factor de uniformidad de 75-85 % aproximadamente.

Se prepara una composición de revestimiento como en
el Ejemplo 4, a excepción de que se utiliza la solución de polí-
20 mero preparada en lo que antecede. La composición se pulveriza
sobre un panel de acero imprimado y se trata térmicamente como
en el Ejemplo 4. El acabado resultante tiene un espesor aproxi-
mado de 2 mils (0,0508 mm), buen aspecto y constituye un aca-
25 bado aceptable para el exterior de las carrocerías de automó-
viles y camiones.



420335

1 Habiendo descrito la invención, se considera como una
novedad y, por lo tanto, reclamamos como de nuestra propiedad
lo contenido en las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento para la preparación de una com-
posición de revestimiento a base de un esmalte acrílico ter-
moendurecible acuoso que comprende de 10 a 60% en peso de cons-
tituyentes formadores de película y correspondientemente de
90 a 50% en peso de agua y hasta el 20% en peso de un disol-
vente de los constituyentes formadores de película, cuyo pro-
cedimiento se caracteriza por mezclar:

10 (1) de 60 a 90% en peso, calculado sobre el peso de
los constituyentes formadores de película, de un
polímero acrílico preparado por una polimerización
en solución y con un factor de uniformidad del
15 75% como mínimo y constituido esencialmente de
unidades polimerizadas de

20 (a) 20-60% en peso, calculado sobre el peso del polí-
mero acrílico, de un constituyente duro que es
metacrilato de metilo o una mezcla de metracri-
lato de metilo y estireno en la que el estireno
constituye hasta el 40% del peso del polímero acrí-
lico;

25 (b) 20-40% en peso, calculado sobre el peso del polí-
mero acrílico, de un constituyente acrílico blan-
do que es un acrilato de alquilo de 2 a 12 átomos
de carbono en el grupo alquilo, un metacrilato de
alquilo de 4 a 12 átomos de carbono en el grupo
alquilo o una mezcla del acrilato y metracilato
citados;

30 (c) 4-20% en peso, calculado sobre el peso del polí-



1

mero acrílico de un constituyente hidroxilado que es un metacrilato de hidroxialquilo o un acrilato de hidroxialquilo o una mezcla de los mismos, donde los grupos alquilo tienen de 2 a 4 átomos de carbono;

5

(d) 4-20% en peso, calculado sobre el peso del polímero acrílico de un ácido carboxílico α -^s insaturado;

donde el polímero presenta una relación de carboxilo a hidroxilo entre 1:0, 2 y 1:1,8, un índice de acidez de 35-150 aproximadamente y un peso molecular medio en peso de 5.000-80.000; y

10

(2) de 10 a 40% en peso, calculado sobre el peso del constituyente formador de película, de una resina de melamina-formaldehído alquilada, dispersable en agua, conteniendo de 1 a 4 átomos de carbono en los grupos alquilo; y

15

la composición está por lo menos parcialmente neutralizada con una amina soluble en agua para proporcionar un pH de 6-9 aproximadamente.

20

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en la que alrededor del 30 al 50% del peso del polímero acrílico está dispersado en la composición y las partículas de polímero dispersas tienen un tamaño de partícula de 0,01 -0,10 micras aproximadamente y el 50-70% restante del polímero es soluble y está disuelto en la composición.

25

3. Un procedimiento según la reivindicación 2, en la se agrega de 0,1-40% en peso de pigmento a la composición y la composición tiene un contenido en sólidos poliméricos del 20-50% en peso aproximadamente.

Handwritten signature or initials, possibly 'Koo', with the number '30' written below it.

4. Un procedimiento según la reivindicación 3 en la que el polímero acrílico tiene un peso molecular medio en peso de aproximadamente 10.000 a 50.000.



126 420335

1 5. Un procedimiento según la reivindicación 4 en la que la melamina-formaldehido alquilada, dispersable en agua, es hexametoximetil melamina.

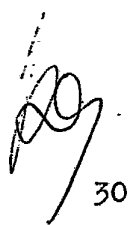
5 6. Un procedimiento según la reivindicación 5, en la que el ácido carboxilo α - β etilénicamente insaturado está seleccionado entre el grupo formado por ácido acrílico, ácido metacrílico y ácido itacónico.

10 7. Un procedimiento según la reivindicación 6, en la que el polímero acrílico es el producto de polimerización de 50-60% en peso de metacrilato metílico, 30-40% en peso de acrilato de butilo, de ácido acrílico y el polímero presenta un índice de acidez de 35 a 100 aproximadamente y una relación de carboxilo a hidroxilo comprendida entre 1:0,3 y 1:1,5.

15 8. Un procedimiento según la reivindicación 6; en la que el polímero acrílico es el producto de polimerización de 28 a 32% en peso de estireno, 22-26% en peso de metacrilato de metilo, 30-35% en peso de acrilato de butilo, 7-9% en peso de acrilato de hidroxietilo y 4-6% en peso de ácido acrílico y presenta un índice de acidez de 30-50 y una relación de carboxilo a hidroxilo de 1:0,4 a 1:1,5.

20 9. Un procedimiento según la reivindicación 6, en la que el polímero acrílico es el producto de polimerización de 54% de metacrilato de metilo, 34% de acrilato de butilo, 6% de acrilato de 2-hidroxietilo y 6% de ácido acrílico y presenta un índice de acidez de 45-50 aproximadamente y una relación de carboxilo a hidroxilo de 1:0,6 aproximadamente.

25 10. Un procedimiento según la reivindicación 1 en la que la composición contiene 20-50% en peso de constituyentes formadores de película y correspondientemente 80 a 50% en peso de agua y hasta 20% en peso de un disolvente de los constituyentes formadores de película; y adicionalmente, se agreg

 30



420335

1 ga alrededor de 0,1 a 20% de pigmento a la composición, que
comprende mezclar lo siguiente:

5 (1) de 60-90% en peso, calculado sobre el peso de los
constituyentes formadores de película, de un polí
mero acrílico preparado por plimerización de la so
lución con un factor de uniformidad de 80-95% y
constituido esencialmente de unidades polimeriza-
das de

(a) 50-60% en peso, calculado sobre el peso de políme-
ro acrílico de metacrilato de metilo,

10 (b) 30-40% en peso, calculado sobre el peso de políme
mero acrílico, de acrilato de butilo,

(c) 5-10% en peso, calculado sobre el peso de políme-
ro acrílico de acrilato de hidroxietilo,

15 (d) 4-12% en peso, calculado sobre el peso del políme
ro acrílico de ácido acrílico o de ácido metacríli
co;

donde el 30 al 50% en peso del polímero acrílico
está dispersado y tiene un tamaño de partícula de
0,01 - 0,10 micras y el 50-70% restante es soluble
y está disuelto y donde el polímero presenta una re
lación de carboxilo a hidroxilo comprendida entre
1:0,3 y 1:1,5 y un índice de acidez de 35-80 apro-
ximadamente y tiene un peso molecular medio en pe-
so de 10.000-50.000 y

25 (2) 10-40% en peso, calculado sobre el peso del consti-
tuyente formador de película, de una hexa(metoxime-
til)melamina y

al menos parcialmente neutralizada la composición
con una amina soluble en agua para obtener un pH de
30 7,1 a 7,5 aproximadamente.



1973
420335

1

11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO A BASE DE UN ESMALTE ACRILICO TERMOENDURECIBLE ACUOSO.

5

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de cuarenta y seis páginas mecanografiadas.

Madrid, 7 Noviembre 1.973
BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30