

3 100



305568

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a una solicitud de patente de introducción por diez años, para España y sus Posesiones, titulada :

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE RESINAS PARA REVESTIMIENTOS"

Solicitante KNAPSACK-GRIESHEIM AKTIENGESELLSCHAFT
Nacionalidad alemana
Residente en Knapsack bei Köln - Alemania



30 5568

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para revestimiento de materiales y en particular, a la preparación de resinas para el empleo en los sistemas de revestimiento mediante lecho fluidificado.

5 Se conoce un procedimiento según el cual la materia pulverulenta para revestimientos, es fluidificada haciéndola pasar por una corriente de aire dispersante hacia arriba a través de un recipiente en el que se encuentra la materia. El artículo a recubrir es calentado e inmerso en
10 el lecho fluidificado, lo que lleva al material pulverulento de cobertura a adherirse sobre la superficie del objeto y a fundirse sobre la misma para formar el revestimiento deseado.

15 En el pasado se han utilizado diferentes resinas como materiales de revestimiento a aplicar, a partir de un lecho fluidificado. La resina bajo forma de polvo puede ser mezclada con pigmentos, cargas, catalizadores, aceleradores, estabilizadores y otros reactivos modificativos de tipo conocido.

20 Antes de la presente invención se admitía que las fórmulas prácticas para un procedimiento de revestimiento en lecho fluido, no podían ser preparadas más que a base de una resina en polvo, utilizada como materia prima. De hecho, hasta el presente, una gran parte de los polvos de revestimiento utilizados para estos procedimientos, de lecho fluidificado, no comprendían más que una resina única, pulverulenta, no modificada. En la técnica de las fórmulas para
25



el mejoramiento de los polvos de revestimiento utilizados en lecho fluidificado, se han limitado a mezclar en seco los aditivos tales como los pigmentos, cargas, estabilizadores, con la resina en polvo base.

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparación de una resina para el método de revestimiento en lecho fluidificado, que se caracteriza porque se mezcla una resina y los aditivos, de manera intensiva, lo que somete a las partículas a una acción de corte y provoca un desprendimiento de calor, y se continúa la trituración hasta que se obtiene una mezcla muy homogénea y se pulveriza muy finamente la mezcla obtenida.

Los productos recubiertos obtenidos por empleo de los materiales triturados de manera intensiva, según la presente invención, son, desde todos los puntos de vista, superiores a los de las técnicas anteriores. Se obtiene un mejoramiento de la estabilidad exterior, del color y del tono del mismo, de la resistencia al calor y a los agentes químicos, resistencia mecánica y características de deslizamiento, permanencia y en toda su apariencia en general.

La invención se refiere igualmente a título de nuevos productos industriales, a los polvos de resinas para las operaciones de revestimiento en lecho fluidificado, según se hayan obtenido por el procedimiento de la invención o similares.

Según la presente invención se obtiene un gran mejoramiento en las propiedades del revestimiento final si, en lugar de mezclar simplemente la resina y los aditivos en estado seco, se les somete a una operación de trituración intensiva. Por la expresión de "trituración intensiva" se designa la trituración en la cual las partículas son some-

3 1558 3100



60 tadas a una presión que provoca su frotamiento unas contra
otras, y que provoca una fuerte acción de corte. Los aditi-
tivos son mezclados con la resina en estado de plástico
fundido y se someten a una trituración intensiva tal que
el trabajo engendrado por la operación de mezcla, se trans-
forma en calor. El contacto de las partículas bajo la ac-
65 ción de corte elevado, hace que cada una de ellas resulte
igual a las demás, o, en otros términos, el producto fina-
mente triturado resulta perfectamente homogéneo. La dimen-
sión de las partículas utilizadas en el proceso de revesti-
miento en líquido fluidificado debe quedar comprendida en-
70 tre aquéllas que no pasan por el tamiz nº 17 y pasan por
el tamiz 27.

En la realización de la trituración intensiva según la
invención, se puede utilizar una mezcladora tipo Banbury,
un mezclador de dos cilindros, una extrusora del tipo co-
75 nocado por "Sigma Blade Mixer", por oposición al mezclador
en seco tal como el de tipo "Patterson-Kelly", o el tritu-
rador a bolas. Un mezclador de dos cilindros, que los ten-
ga dispuestos para provocar una fuerte acción de corte,
puede ser utilizado en la presente invención, en particu-
80 lar si se aplica un calentamiento externo para que la mez-
cla sea más intensiva. En general, puede decirse que el ti-
po de trituración, es decir, el aparato triturador utili-
zado, debe aplicar una presión para llevar las partículas
a establecer contacto, y para someterlas a una acción de
85 corte que genere energía bajo forma de calor.

Para mejorar las propiedades de fluidificación del le-
cho en polvo de una resina vinílica, se estima preferible
tomar una pequeña cantidad de resina vinílica de cualidad
para pastificación (que posea unas dimensiones de partí-

30 5538

310



90 culas del orden de 5 micrones o menos) y mezclarla en seco.

Los ejemplos que sigue se dan a título puramente ilustrativo de la invención, sin que la limiten en modo alguno:

95 EJEMPLO I

Se prepara una fórmula de resina polivinílica plastificada estabilizada de ma siguiente manera:

Se mezclan 60.00 partes de cloruro de polivinilo de un peso molecular medio adecuado, con 8,25 partes de ácidos grasos de aceite de soja epoxidizado, 19,50 partes de dibenzoato de dipropilenoglicol y 24 partes de una dispersión plastificante y de estabilizador. La dispersión de plastificante y de estabilizador se prepara mezclando 4 partes de una mezcla de 1,5 partes de jabón de cadmio-bario, 0.75 partes de un agente gelatante epoxi y de 1,75 partes de ácidos grasos de soja epoxidizados con 20 partes de una mezcla de 70 partes de dióxido de titanio y 30 partes de ácidos grasos de soja epoxidizados. Todos los reactivos en la dispersión son mezclados en un triturador a tres cilindros. La mezcla final tiene un total de 59 partes en peso de plastificante, por 100 partes de resina de cloruro de polivinilo.

110 Esta composición es mezclada inmediatamente en una mezcladora, por una técnica de mezclado en caliente a 105° C hasta que la mezcla quede seca (lo que requiere aproximadamente media hora),

115 El polvo obtenido por este amasado, es sometido inmediatamente a un amasado intensivo con ayuda de un triturador de dos cilindros (se puede utilizar una extrusionadora y emplazarla sobre el amasador a dos cilindros) siendo la tem-

120



peratura de los citados cilindros, de 150°C, durante 15 minutos, siendo el espacio entre los rodillos, de 2 mm. La masa mezclada de manera intensiva, bajo forma de hojas o de pastillas, se pulveriza por trituración bajo ázoe a 125 -45°C y es tamizada de manera que se obtenga un polvo que pase por el tamiz N° 25. El polvo resultante es utilizado en líquido fluidificado y dá excelentes resultados. Se somete una tija de acero de un diámetro de 1,25 cm. a una temperatura preliminar de 245°C y se la mete en la mezcla 130 durante cinco o diez segundos. La película resultante tiene un espesor de 0.2 á 0.3 mm. Se la hace sufrir un calentamiento ulterior a 245°C durante dos minutos o uno. La apariencia de la película obtenida es excelente.

EJEMPLO II

135 Se prepara una resina que tiene la composición siguiente: 45.00 partes de copolímero cloruro-acetato de vinilo de peso molecular medio, 87% de cloruro de vinilo, 13% de acetato de vinilo, 15.00 partes de copolímero cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno de peso molecular medio, 24.00 140 partes de la dispersión del ejemplo anterior, 1,25 partes de ácidos grasos de soja epoxidizados, 900 partes de ftalato de n-octil-decílico, y 9.00 partes de ceras cloradas. El contenido en plastificante es de 30 partes por 100 de resina.

145 Se mezcla la composición indicada, en un aparato mezclador a cinta tipo "ribbon blender" a temperatura ambiente hasta que la mezcla sea seca. Se la somete enseguida a un amasado intenso en una operación de extrusión normal, con una temperatura en el cuerpo de la extrusora de 150°C. La lámina extruída, mezclada de manera íntima es sometida a una 150 trituración al ázoe a -45°C y se tamiza para obtener un pol-



vo que pase por el tamiz nº 25. El polvo resultante dá unos
 excelentes revestimientos cuando se aplica por la técnica
 del líquido fluidificado. Se somete una barra de acero a
 155 un calentamiento preliminar a 215°C y se la mete en un le-
 cho fluidificado de la composición mencionada, durante unos
 4 á 8 segundos. El espesor de la película está comprendido
 entre los 0.2 y los 0.3 mm. Se la somete a un calentamien-
 to ulterior de 215°C durante un tiempo de medio minuto a
 160 un minuto, y la película resultante ofrece una buena apa-
 riencia.

EJEMPLO III

Se prepara una resina plastificada, estabilizada, que po-
 sée la siguiente composición:
 165 60.00 partes de cloruro de polivinilo de bajo peso mole-
 cular, 24.00 partes de una dispersión de plastificador y
 estabilizador del descrito para el ejemplo I; 13,20 partes
 de ftalato de n-octil-n-decilo, y 3.00 partes de ácidos
 grasos de soja epoxidizados. El contenido total de plasti-
 ficante es de 40 partes, por 100 partes de resina.
 170

Se amasa de manera intensiva, de la misma manera que la
 descrita en el ejemplo I, salvo que la temperatura de los
 cilindros es llevada a 125°C. Se utiliza en seguida la téc-
 nica del revestimiento en lecho fluidificado bajo las con-
 diciones siguientes:
 175

Temperatura de calentamiento, 230°C; tiempo de introduc-
 ción, de 5 a 10 segundos; espesor de la película: 0,2 á
 0,3 mm; temperatura y duración del calentamiento final,
 230°C por uno á dos minutos. La apariencia de la película
 es buena.
 180

EJEMPLO IV

Se prepara una resina con la composición siguiente:



185 100.00 partes de un copolímero de cloruro-acetato de poli-
vinilo de meso molecular medio; 87% de cloruro, 13,% de
acetato; 17.00 partes de sebacato dioctílico, 3.00 partes
de ácidos grasos de soja epoxidizados, 1.00 partes de ja-
bón bario-cadmio, 0.50 partes de un agente gelatante epoxi,
0.25 partes de ácido esteárico y 10 partes de ftalato de
n-octil-n-decilo. El contenido en plastificante es de 30
190 partes por 100 partes de resina.

Se mezcla de manera intensiva, tal como se ha descrito pa-
ra el ejemplo I salvo que se opera a temperaturas en los
cilindros, de 90°C a 105°C. Se opera seguidamente según la
técnica de revestimiento en lecho fluidificado en las con-
195 diciones siguientes: temperatura de calentamiento 205°C;
tiempo de baño, de cuatro a cinco segundos; espesor de la
película, de 0.2 a 0.3 mm.; temperatura y duración del ca-
lentamiento final: 205°C y de medio a un minuto. La pelí-
cula resultante presenta una buena apariencia.

200 EJEMPLO V.

Se prepara una resina con la composición siguiente:
100.00 partes de resina epóxida, por ejemplo tipo Epon-1001,
50.00 partes de mica, 1.00 parte de óxido de ferropomo,
12,50 partes de metilendianilina p,p-diaminodifenil-metano
205 y 2,50 partes de un producto de adición, epoxi, de la m-
phenilenodiamina (agente endurecedor).

Todos los reactivos, salvo los catalizadores, se vierten
en una máquina tipo "sigma-mixer" mezcladora, rpaídamen-
te calentados a 90°C y se mezclan durante una media hora
210 a 95°C; se baja la temperatura a 65°C, se arroja el cata-
lizador y se mezcla durante diez minutos; se moldea la mez-
cla en placas de 0,6 cm. de espesor y se deja enfriar; se
amalgama las placas hasta que el producto pasa por el tamiz



215 del nº 25 y después se mezcla en seco con un 1/2% de sílica pasante por el tamiz nº 22 y un 1/4% de sílice muy finamente dividida.

Se utiliza esta mezcla en la técnica de baño o lecho fluidificado bajo las condiciones siguientes: Temperatura, a 120-150°C; tiempo de la segunda fase, de tres a cinco segundos; calentamiento final, treinta segundos a temperatura de 200°C a 235°C; espesor de la película de 0,1 a 0,3 mm. La apariencia de la película es buena.

220 EJEMPLO VI

225 Se prepara una composición de acetato-butirato de celulosa como sigue: 100.00 partes de acetato-butirato de celulosa; 15.00 partes de acetato-isobutorato de sacarosa, 7.5 partes de isosebacato diisobutílico, 7.5 partes de isosebacato dicetílico, 2.0 partes de estabilizador epoxi, 0.5 partes de jabon de bario y 10.00 partes de dióxido de titanio tipo rutilo.

230 Todos los reactivos, salvo el acetato-isobutirato de sacarosa, son mezclados en seco y amasados en un triturador de dos cilindros, durante una media hora, a temperatura de 160°C; se lleva seguidamente la temperatura a un descenso de 105°C en los rodillos, y se vierte el acetato-isobutirato de sacarosa y se prosigue la mezcla durante una media hora, tras lo cual se transforma la masa en hojas. Para obtener un amasado intensivo, los rodillos son llevados muy próximos unos a otros, dejando un espacio de 0.5 mm.

235 entre ellos. Se somete la hoja a amalgama por ázoe para obtener un producto que pase por el tamiz nº 25 . Se utiliza el producto final en baño o lecho fluidificado en las condiciones siguientes: Calentamiento de las varillas de acero de 1,25 Ø y de 6,25 cm. de longitud a 245°C; tiempo del baño: de 5 a 10 segundos; calentamiento final, un

245

3 5568

310



minuto, a temperatura de 175°C. Se obtiene una película
continua, resistente y lisa.

250

Debe entenderse que la invención no se limita a los ejem-
plos que preceden a partir de los cuales se puede proceder
a otras variantes de realización sin salir por ello del
cuadro general de la invención.

- - - -

255

NOTA - Descrito suficientemente lo que antecede sólo res-
ta señalar que lo que se declara propio y nuevo del soli-
citante es lo contenido en las siguientes:

REIVINDICACIONES:

260

1 - Procedimiento de obtención de resinas para revestimientos, por el método de baño o lecho fluidificado, caracterizado porque se mezcla una resina y los aditivos, de manera intensiva, lo que somete a las partículas a una acción de corte y provoca un desprendimiento de calor, y se continúa la trituration hasta obtener una mezcla muy homogénea, tras lo cual se pulveriza muy finamente la mencionada mezcla obtenida.

265

2 - Procedimiento, según reivindicación 1^a caracterizado porque la dimensión de las partículas está esencialmente comprendida entre las que pasan por el tamiz del nº 27 y las que no pasan por el tamiz nº 17.

270

3 - Procedimiento, según reivindicaciones 1 y 2 caracterizado porque se provee la aportación de calor exterior en el curso de la operación de mezcla.

4 - Procedimiento, según reivindicaciones de 1 a 3 ca-

305568

310



racterizado porque la pulverización se efectúa por trituración en presencia de ézoe líquido.

275

5 - Procedimiento, según reivindicaciones de 1 a 4 caracterizado porque la trituración en presencia del ézoe líquido se efectúa a temperatura de -45°C.

6 - PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE RESINAS PARA REVESTI-
MIENTOS.

280

Todo según va descrito en esta memoria que consta de diez hojas foliadas y mecanografiadas por una cara con un total de doscientas ochenta y tres líneas.

Madrid 31 Octubre 1964 /

p.a.