



PATENTE DE INVENCION

Le A 12 810-Sp.

388012

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de resinas
acrílicas.

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad
alemana, residente en: Leverkusen - Bayerwerk,
República Federal Alemana.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C.08
SUBCLASE G

5. La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de agentes aglutinantes para lacas en polvo, altamente reactivos, auto-reticulables, especialmente a base de poliacrilatos que, conteniendo grupos hidroxilo, están modificados con alcoxi-



metilisocianato y tienen grupos hidroxilo libre.

- Para los procedimientos de lacado electroestático con polvo y desinterización en lecho fluido son ante todo interesantes los agentes de aglutinación auto-reticulables, es decir, de monocomponentes, ya que en ellos no existe el peligro de un desmezclado de la resina sintética y del componente de reticulación durante el transporte, almacenamiento y aplicación en los aparatos de pulverización ó de lecho fluido y, por lo tanto, al recocer no se puede presentar una reticulación heterogénea. La exigencia en la práctica de desarrollar más económicamente el procedimiento del lacado con aglutinantes libres de disolventes mediante disminución de las temperaturas de recocido y acortamiento de los tiempos de recocido se pudo cumplir ampliamente según una antigua patente belga 743 931 mediante el desarrollo de sistemas de monocomponentes altamente reactivos a base de poliisocianatos que, conteniendo grupos hidroxilo, están modificados con alcoximetilisocianato, y tienen grupos hidroxilo libres.
5. Para los procedimientos de lacado electroestático con polvo y desinterización en lecho fluido son ante todo interesantes los agentes de aglutinación auto-reticulables, es decir, de monocomponentes, ya que en ellos no existe el peligro de un desmezclado de la resina sintética y del componente de reticulación durante el transporte, almacenamiento y aplicación en los aparatos de pulverización ó de lecho fluido y, por lo tanto, al recocer no se puede presentar una reticulación heterogénea. La exigencia en la práctica de desarrollar más económicamente el procedimiento del lacado con aglutinantes libres de disolventes mediante disminución de las temperaturas de recocido y acortamiento de los tiempos de recocido se pudo cumplir ampliamente según una antigua patente belga 743 931 mediante el desarrollo de sistemas de monocomponentes altamente reactivos a base de poliisocianatos que, conteniendo grupos hidroxilo, están modificados con alcoximetilisocianato, y tienen grupos hidroxilo libres.
10. En comparación con los polvos de poliacrilato, reticulables a través de acril- ó metacrilamida-N-metiloléter que, se recuecen por encima de los 150°C, los poliacrilatos que, conteniendo grupos hidroxilo, están modificados con alcoximetilisocianato, y tienen grupos hidroxilo libres, muestran ya un comienzo de la reticulación alrededor de los 120°C. Esta ventaja para la práctica trae consigo, por otra parte, dificultades en la elaboración de los polímeros preparados en solución y modificados con alcoximetilisocianatos.
15. Para separar los disolventes de las soluciones
- 20.
- 25.
- 30.

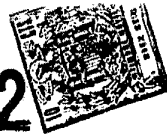
388012



- de resinas sintéticas auto-reticulables ya se han propues-
to varios procedimientos. Si la preparación del polímero
auto-reticulable se efectúa en disolventes miscibles con
agua, entonces se puede aislar mediante precipitación con
5. agua. En este procedimiento no se solicita el producto
térmicamente; las desventajas son, sin embargo, los lar-
gos tiempos de secado necesarios a las temperaturas bajas
así como el elevado consumo de agua debido al desfavora-
ble coeficiente de distribución del disolvente entre el
10. polímero y el agua. Además se necesitan tiempos de lava-
do largos para obtener el polímero libre de disolvente,
ya que la difusión del disolvente fuera de la fase sólida
al agua se ha de efectuar a temperatura baja. Por otra
parte resulta costosa la separación por destilación de
15. una mezcla de poco disolvente y mucha agua para la recupe-
ración del disolvente.

- En la elaboración de las soluciones de polímero
en disolventes orgánicos mediante secado por pulveriza-
ción se simplifica considerablemente la recuperación del
20. disolvente. Como los puntos de sinterización de los poli-
meros, que aún contienen débilmente disolvente, se encuen-
tran, sin embargo, en la zona de los productos de evapora-
ción de los disolventes se presentan en el secador por
pulverización rápidamente aglutinaciones que excluyen este
25. procedimiento.

- Otra posibilidad para aislar los polímeros de
los disolventes orgánicos consiste en la eliminación del
disolvente mediante destilación azeotrópica con agua, en
vacío, y ulterior secado del polímero. Si bien las nece-
sidades de agua son más reducidas en este procedimiento
- 30.



que el procedimiento de precipitación con agua antes descrito, se mantienen sin embargo las desventajas de los largos tiempos de secado a temperatura baja y la costosa recuperación del disolvente de la mezcla de agua-disolvente.

5.

También se conoce un procedimiento para la concentración de soluciones de productos de alto peso molecular mediante secadores de husillo (véase la patente alemana 1.111.154). Este procedimiento, sin embargo, solo es adecuado para la elaboración de agentes aglutinantes de lacas en polvo no reactivos ó poco reactivos. El problema de la evaporación directa de las soluciones de resinas sintéticas altamente reactivas, que como en el presente caso, con puntos de reblandecimiento de 75° - 110C ya comienzan a reticular alrededor de los 120° C, consiste en que la amplia evaporación del disolvente, a partir de una solución viscosa, es decir, el proceso de difusión en sí de larga duración, se ha de realizar dentro de unos límites de temperaturas muy estrechos con tiempos de residencia muy breves.

10.

Las exigencias fundamentales que se han de cumplir aquí: por una parte, una libertad practica de disolvente residual, es decir, un polvo de resina sintética que ya no aglutine, por otra parte, sin embargo, que aún no se presente ninguna reticulación, se pueden cumplir con los procedimientos de evaporación en los husillos correspondientes al actual estado de la técnica.

15.

20.

25.

La solución de este problema se describe en el procedimiento según la presente invención para la obtención de agentes de aglutinación de lacas en polvo, auto-reticulables, altamente reactivas.

30.

El objeto de la presente invención es, por lo



- tanto, un procedimiento para la obtención de resinas acrílicas, libres de disolvente, auto-reticulables, altamente reactivas, para recubrimientos en forma de polvo del punto de reblandecimiento de 75 - 110°C, que comienzan a reticular alrededor de los 120°C, a partir de soluciones mediante evaporación continua, en caso dado bajo presión reducida, caracterizado porque la solución de resina se evapora en evaporadores de husillo, autolimpiadores, con tiempos de residencia de 2 a 6 minutos, calentándose la resina mediante calentamiento desde el exterior y también por la fricción interior a temperaturas no superiores a 120°C, preferentemente no superiores a 100 - 110°C.
5. 10.

- Por resinas acrílicas altamente reactivas, auto-reticulables, se entienden los productos de reacción de polímeros mixtos de monómeros que contienen grupos hidroxilo, ésteres alquílicos de ácidos carboxílicos α, β -insaturados con 3 a 5 átomos de carbono y, en caso dado, ulteriores monómeros no funcionales con alcoximetilisocianatos $C_1 - C_{18}$, preferentemente metoximetilisocianato.
- 15.

20. Se dá preferencia a las resinas acrílicas de copolímeros de:

- (A) 5 - 80 % en peso de, como mínimo, un monómero conteniendo grupos hidroxilo,
- (B) 20 - 95 % en peso, de como mínimo, un éster de ácidos carboxílicos α, β -insaturados con 3 a 5 átomos de carbono,
25. (C) 0 - 70 % en peso de, como mínimo, un comonómero no funcional,
- (D) 0 - 15 % en peso de acril- ó bien metacrilamida, en caso dado N-monoalquilada, y
- 30.



(E) 0 - 5 % en peso de ácidos carboxílicos libres,
 α , β -insaturados con 3 a 5 átomos de
 carbono;

5.

la suma de los porcentos contenidos es de 100, habiéndose reaccionado el copolímero con 0,1 - 30 % en peso de metoxi metilisocianato, referido al copolímero sólido.

10.

Por monómeros del grupo (A) se entienden, por ejemplo, hidroximetilnorborneno, dihidroximetilnorborneno, alcohol fenilalílico, éster hidroxialquílico de ácido acril- ó bien metacrílico, tal como el acrilato ó bien metacrilato de hidroxietilo, éster β -hidroxipropílico, éster hidroxibutílico, pudiendo estar enlazado el grupo hidroxilo a un átomo de carbono primario ó secundario; éster hidroxialquílico de ácido fumárico ó bien maléico, tal como el fumarato de dihidroxietilo, fumarato de monohidroxietilo, fumarato de hidroxietiletilo, trimetilolpropan-monoaliléter, glicolmonoviniléter.

15.

A los monómeros del grupo (B) pertenecen, por ejemplo: los ésteres de ácidos carboxílicos α , β -insaturados de 3 a 5 átomos de carbono y con 1 a 12 átomos de carbono en el resto alquilo del éster, tal como acrilato ó metacrilato de metilo, etilo, ciclohexilo, ésteres ramificados y sin ramificar del propanol, butanol, octanol.

20.

25.

Como monómeros del grupo (C) sean mencionados, por ejemplo: estireno, α -metilestireno, viniltolueno, acrilonitrilo, acetato de vinilo, metacrilonitrilo, α -cloroacrilonitrilo, cloruro vinilidénico.

30.

Monómeros del grupo (D) son, entre otros: acrilamida, en caso dado N-monoalquilada, ó bien metacrilamida, ó por ejemplo, N-vinilacetamida, diacetoacrilamida.



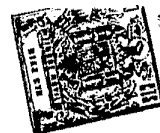
A los monómeros del grupo (E) pertenecen, por ejemplo: los ácidos carboxílicos α , β -insaturados con 3 a 5 átomos de carbono, tales como el ácido acrílico ó metacrílico.

5. La polimerización se puede realizar en forma conocida con ayuda de iniciadores que se descomponen en radicales, tales como peróxidos ó compuestos azoicos, con disolventes inertes con relación a los isocianatos, tales como cloruro metilénico, cloroformo, acetona, tolueno, metilglicolacetato. A continuación se hace reaccionar la solución, a temperaturas hasta unos 50°C, con 0,1 a 30, preferentemente 5 a 20 % en peso de alcoximetilisocianato, referido al polímero sólido. Como alcoximetilisocianatos entran preferentemente en consideración los alcoximetilisocianatos C_1 a C_{18} de cualquier clase, especialmente, por ejemplo, metoximetilisocianato, etoximetilisocianato, isopropoximetilisocianato, butoximetilisocianato, hexoximetilisocianato, aliloximetilisocianato.
- 10.
- 15.

- Los disolventes, en los cuales están disueltas las resinas acrílicas altamente reactivas, tienen puntos de ebullición inferiores a unos 140°C bajo presión normal.
- 20.

- Preferentemente están las resinas acrílicas disueltas en disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición, tales como cloruro metilénico, acetato de metilo, acetato de etilo, acetona.
- 25.

- Las soluciones acrílicas, a elaborar según la presente invención, pueden contener pigmentos, catalizadores, agentes de fluidificación, materiales de carga, colorantes disueltos y otros agentes auxiliares usuales en la industria de las lacas.
- 30.



5. Como pigmentos pueden contener las soluciones por ejemplo pigmentos blancos y coloreados, por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de hierro, amarillo de cromo, azul de Prusia, verde de Braunschweig, cromato de cinc ó de plomo, pigmentos de titanio coloreados, pigmentos de sulfuro de cinc, litofones, pigmentos orgánicos, tales como pigmentos de ftalocianina ó colorantes azoicos insolubles.

10. Como materiales de carga entra en consideración los ácidos silícicos precipitados u obtenidos térmicamente, además, los silicatos, cuarzo molturado, polvo de vidrio y, para lograr efectos especiales, también los polvos de metal, tales como los de bronce de aluminio y de cobre.

15. La elaboración de la solución de resina que contienen en caso dado pigmentos, materiales de carga, agentes de fluidificación y otros agentes auxiliares se afecta en evaporadores de husillo especiales, bajo mantenimiento de condiciones de procedimientos especiales.

20. Los evaporadores de husillo (véase Fig. 1) son evaporadores de trabajo continuo dotados de uno ó varios husillos transportadores ó amasadores (1) en los cuales soluciones viscosas, fusiones ó suspensiones, en la mayoría de los casos de productos de alto peso molecular, se concentran mediante evaporación de los componentes volátiles a unos contenidos residuales muy reducidos y tolerables. En el lugar (a) se alimenta la solución a evaporar mediante aparatos dosificadores usuales, por ejemplo, mediante bombas de engranajes, al evaporador de tornillo-sin fin. El calor necesario para el proceso de evaporación se
25.
30. alimenta a la solución viscosa térmicamente a través de las



- paredes calentables (3) del aparato y mecánicamente a través de los árboles del tornillo sinfín en rotación por la fricción en el material. En aparatos mayores pueden realizarse los árboles del husillo también calentables. La casa que encierra los husillos está abierta por zonas para la evacuación del vapor (4,5,6). En estas zonas para la salida del vapor (4, 5, 6) - en caso dado bajo vacío - ceden las capas de material calentadas, continuamente abiertas de nuevo, los vapores de disolvente son evacuados. Estos vapores se condensan entonces en forma conocida para recuperar el disolvente. En el lugar (8) se expulsa la fusión de material altamente viscosa, liberada del disolvente, a través de una boquilla de tobera (7).
- 5.
- 10.

- La evaporación directa de las soluciones de las sustancias altamente reactivas, arriba mencionadas, en los evaporadores de husillo, se logra solamente cuando el material sensible a la temperatura se trata térmicamente sólo durante breve tiempo, especialmente con un espectro de tiempo de residencia estrecho. El procedimiento según la presente invención se efectúa, por lo tanto, preferentemente en máquinas de husillo de impulsión forzada, autolimpia doras, de varios husillos, con husillos que se rascan entre sí y con una distribución de tiempo de residencia muy estrecha.
- 15.
- 20.

- Dos sistemas de husillos de esta clase están representados, como ejemplo, en las figuras 2 y 3 en sección a través de la zona de evaporación, siendo el de la figura 2 un sistema de dos husillos empleado preferentemente con husillos girando en igual sentido (12, 13,) rascándose entre sí, el de la figura 3 un sistema de 4 husillos, em-
- 25.
- 30.

388012



pleado preferentemente, compuesto de dos parejas de los husillos autolimpiadores de la figura 2 que aquí -instalados en la carcasa de salida del vapor en forma de V - ampliamente abierta, forman una disposición especialmente favorable para el cometido de evaporación. Los 4 husillos (14, 15, 16, 17) giran entonces, visto en la carcasa de salida del vapor, conforme a la figura 3 preferentemente desde fuera hacia dentro y desde arriba hacia abajo.

5.

10.

El procedimiento de la presente invención se efectúa, para la protección térmica de las sustancias altamente reactivas, preferentemente con disolventes de fácil ebullición, por ejemplo, con cloruro metilénico, acetato de metilo ó acetato de etilo.

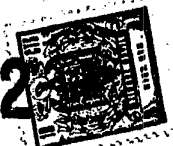
15.

Estos disolventes permiten aislar los agentes aglutinantes de lacas, altamente reactivos, de la solución a temperaturas de calentamiento del evaporador de husillo de 50 a 100°C, con temperaturas máximas en el producto, en la salida de la fusión fuera del aparato, de 120°C, preferentemente 100 a 110°C con tiempos de residencia del producto de 2 a 6 minutos, preferentemente 3,5 a 4 minutos durante el calentamiento de 20°C a 120°C, ó bien 100 a 110°C y a presiones en la zona de evaporación de 10 a 300 Torr. Si bien las mencionadas sustancias comienzan a reticular alrededor de los 120°C el evaporador de husillo, no se debe calentar más que hasta los 100°C ya que la solución, por la fricción en el material, es así mismo calentada y la fusión de laca, debido a este calentamiento del material mecánicamente implicado, finalmente sale con una temperatura de 120°C. El evaporador de husillo se calienta por lo tanto a temperaturas que se encuentran en 10 a 60° por debajo de las temperaturas máximas deseadas en el material.

20.

25.

30.



- El calor alimentado, a través del accionamiento de los husillos, mecánicamente al producto depende de la viscosidad del material, de la dotación de los husillos, de la geometría de la disposición de los husillos (diámetro, longitud, holguras radiales entre el husillo y la carcasa) y del número de revoluciones del husillo. Con sistemas de material
5. dados y evaporados de husillos dados se puede gobernar el calentamiento del material producido mecánicamente, solamente a través del número de revoluciones del husillo.
10. Por otra parte, el tiempo de residencia del material en el evaporador de husillo depende de la velocidad de los husillos. Así reduce una disminución del número de revoluciones el calentamiento del material producido mecánicamente, pero aumenta, sin embargo, el tiempo de residencia.
15. Con los datos arriba mencionados se ha hallado el compromiso entre estas dos influencias opuestas entre sí. Además se resuelven con esto, además de otras características del procedimiento caracterizadores de la invención, los problemas descritos al principio:
20. Por una parte, no se reticulan las sustancias altamente reactivas a temperaturas del material por encima del punto de reblandecimiento de 75 a 110^o, pero sin embargo por debajo de 120^oC, por otra parte, se expulsan los disolventes tanto hasta contenidos residuales tolerables en la fusión inferiores a un 0,5 %, de manera que
25. las resinas sintéticas altamente reactivas obtenidas en la ulterior elaboración ya no aglutinan.
- Un calentamiento exactamente graduable del evaporador de husillo es condición previa para el procedimiento de la presente invención. Para ello se emplean con
- 30.



éxito portadores de calor líquidos, por ejemplo, agua caliente calentable a temperaturas exactas.

La solución de resina a elaborar se puede, ventajosamente, concentrar antes de su introducción en el evaporador de husillo mediante evaporación por destensión.

5.

Preferentemente se subdivide el proceso de evaporación en la máquina de husillo en varias etapas (4, 5, 6) con presiones cada vez menores. El cierre de una etapa a la otra se efectúa mediante recalcamiento del material en los taladros de las piezas de separación correspondientes. Para ello sirven, por ejemplo, elementos roscados de cierre (9, 10, 11) con variación escalonada del paso de rosca.

10.

Una ventaja de la invención es la posibilidad de recuperar el disolvente, en forma sencilla, mediante condensación de los vapores para emplearlos de nuevo. Entran en consideración, preferentemente, los disolventes de bajo punto de ebullición arriba mencionados. Los disolventes de punto de ebullición más elevado solo se pueden emplear cuando la reactividad de los aglutinantes de las lacas en forma de polvo auto-reticulables lo permitan.

15.

20.

Según otra característica de la invención se puede agregar a la solución de aglutinante a concentrar, antes ó después de la evaporación en el evaporador de husillo, un estabilizador, tales como aminas y alcoholes.

25.

La fusión viscosa, expulsada del evaporador de husillo, del aglutinante de laca altamente reactivo se ha de enfriar rápidamente para evitar una reticulación prematura. Esto se efectúa, por ejemplo, en una cinta de enfriamiento mediante soplado con aire frío ó en agua y otros

30.

388012



líquidos, en caso dado en conjunto con un dispositivo de granulación cortador. Los productos solidificados se pueden molturar bien y se siguen elaborando, en forma en sí conocida, a polvos electroestáticamente pulverizables ó de sinterización en lechos fluidos, que se aplican y co-churan según los métodos usuales.

5.

Los porcentos indicados en los ejemplos se refieren al peso, siempre que no se indique otra cosa.

Obtención de las resinas acrílicas empleadas en los ejemplos.

10.

En un autoclave se preparan, bajo nitrógeno, 9,8 partes en peso de cloruro metilénico y se calienta a 85°C.

15.

Se bombea entonces, en 5 horas, una mezcla de 10 partes en peso de estireno, 4 partes en peso de metacrilato de oxipropilo, 6 partes en peso de acrilato de butilo y simultáneamente la solución de 0,3 partes en peso de azodiisobutir

20.

ronitrilo en una parte en peso de cloruro metilénico. Se mantiene la presión en 4 atmósferas y la temperatura en 85°C. A continuación se enfría a 70°C y se introduce y agita una solución de 0,1 partes en peso de azodiisobutiro

25.

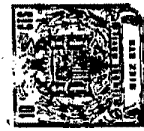
nitrito en 1 parte en peso de cloruro metilénico. Se polimeriza ulteriormente durante 5 horas, se enfría a 60°C, se agregan 0,005 partes en peso de dioctoato de estaño y a continuación 1,6 partes en peso de metoximetilisocianato. Se agita a 60°C hasta desaparecer las bandas isocianato en

el espectro infrarrojo y se agita entonces con 1,2 partes en peso de metanol. La solución, aproximadamente al 65 % de resina, se evapora directamente a continuación en la máquina de husillo.

30.

La obtención en metilacetato se efectúa como arriba, pero en lugar del cloruro metilénico se emplea ace

388012



tato de metilo. Soluciones de acetato de etilo se obtienen si en lugar de cloruro metilénico se emplea de acetato de etilo y el azobutironitrilo se sustituye por partes en peso iguales de terc.butilperoxoato. En forma correspondiente se pueden obtener también las soluciones toluénicas de los copolímeros.

5.

En lugar del metanol se pueden adicionar como estabilizador, después de la reacción con metoximetilisocianato, 0,01 a 2 partes en peso de un alcohol, tal como etanol, n-propanol, iso-propanol, butilglicol, una amina, tal como trietilamina, etanolamina, morfolina; además, agentes de fluidificación, tales como isoforona ó aceite de silicón. Además se le pueden agregar a la solución de laca, antes de la evaporación, agentes contra el envejecimiento,

10.

absorventes de Ultravioleta, colorantes solubles, pigmentos, materiales de carga, tales como derivados de ácido silícico, agentes de metalización, polvos de metal y agentes elastificantes.

15.

Ejemplo 1

20.

Una solución al 65 % en cloruro metilénico de una resina acrílica, compuesta de un 50 % en peso de estireno, 30 % en peso de acrilato de butilo y 20 % en peso de metacrilato de oxipropilo, cuyos grupos OH libres se han transformado en un 60 mol-% con metoximetilisocianato en el correspondiente uretano, se evapora continuamente bajo adición de un 6 % en peso de metanol (referido a la resina) en un evaporador de husillo de 2 husillos, 1,1 m de longitud, de 2 etapas (1ª abertura de evaporación 180 mm, 2ª abertura 500 mm de longitud) con un diámetro exterior de los husillos de 32 mm y girando en igual sentido con

25.

30.



- 90 rev. por minuto, con los husillos rascándose entre sí. La solución se dosifica a una temperatura de 20°C mediante bomba de engranaje al evaporador de husillo y allí se evapora durante un tiempo de residencia medio de 4 minutos
5. con un calentamiento de la carcasa del evaporador con agua caliente de 70° y bajo una presión de vapor de 75 Torr. El aglutinante de laca en forma de polvo aislado, altamente reactivo, se expulsa como fusión altamente viscosa, sin reticular, con una temperatura del producto de 105°C y una
10. cantidad de 3,1 kg/h, se enfría inmediatamente en agua fría y solidifica, después se moltura y mediante secado simple se libera del agua residual adherida sobre la superficie. También se efectúa con éxito un enfriamiento suficientemente rápido, libre de agua de la fusión mediante soplado de
15. la masa caliente con aire frío.

Ejemplo 2

- Se evapora, como en el ejemplo 1, una solución al 65 % de una resina acrílica en cloruro metilénico de un
20. 40 % en peso de estireno, 10 % en peso de acrilato de metilo, 30 % en peso de acrilato de butilo y 20 % en peso de metacrilato de oxipropilo (un 60 % de los grupos OH libres están modificados con metoximetilisocianato) bajo adición de un 6 % en peso de metanol (referido a la resina) en el evaporador de husillo, mencionado en el ejemplo 1, a 90 r.
25. p.m. de los husillos, 50°C de temperatura de calentamiento y 60 Torr de presión de vapor en el plazo de 4 minutos. Se expulsa una fusión de aglutinante de laca viscosa a 110°C, sin reticular en un rendimiento de 2,6 kg/h que se sigue elaborando como en el ejemplo 1.



388012

Ejemplo 3

5. Se aísla la resina del ejemplo 1, pero como solución al 65 % en acetato de metilo, de la solución, bajo adición al 6 % de metanol (referido a la resina), en el evaporador de husillos mencionado en el ejemplo 1, a 90 r.p.m. de los árboles, 50°C de temperatura de calentamiento y 25 Torr. de presión de vapor, en el plazo de unos 4 minutos. La fusión de resina viscosa, sin reticular, se expulsa a una temperatura del producto de 110°C y en una cantidad de 2,7 kg/h y se sigue elaborando como se ha descrito en el ejemplo 1.

10.

Ejemplo 4

15. La resina del ejemplo 1, pero sin embargo como solución al 68 % en acetato de etilo, se aísla de la solución bajo adición de un 6 % en peso de metanol (referido a la resina) como en el ejemplo 1 en el evaporador de husillo allí descrito, a 90 r.p.m. de los árboles, 70°C de temperatura de calentamiento y una presión de vapor de 50 Torr. en el plazo de unos 4 minutos. La fusión de resina se extrae sin reticular a una temperatura del producto de 95°C y en una cantidad de 3,0 kg/h y se sigue elaborando como en el ejemplo 1.

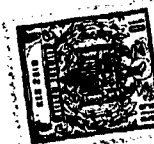
20.

Ejemplo 5

25. La resina del ejemplo 1, como solución al 68 % en acetato de etilo, se aísla de la solución, bajo adición de un 0,6 % en peso de trietilamina (referido a la resina), en el evaporador de husillo mencionado en el ejemplo 1 a 90 r.p.m. de los árboles, 70°C de temperatura de calentamiento y 15 Torr. de presión de vapor en el plazo de unos 4 minutos. La fusión de resina sin reticular sale con una

30.

388012



temperatura del producto de 107°C y una cantidad de 2,3 kg/h del evaporador de husillo y se enfría como en el ejemplo 1 y se elabora.

Ejemplo 6

5. Una solución al 60 % de la resina del ejemplo 1 en cloruro metilénico se evapora en forma continua, bajo adición de un 6 % en peso de metanol (referido a la resina), en un secador de husillo correspondiente a la figura 3 de 4 árboles de 1,73 m de longitud, 2 etapas, 1ª abertura de salida 550 mm, 2ª abertura 210 mm, de longitud, con diámetro exterior del husillo de 50 mm y rotando a 80 r.p.m., rascándose entre sí. La solución se dosifica mediante una bomba de engranaje a una temperatura de 20°C al evaporador y allí se evapora durante un tiempo de residencia promedio de 3,5 minutos bajo un calentamiento de la carcasa del evaporador con agua calentada a 87° y bajo una presión de vapor de 60 Torr.
- 10.
- 15.
20. Se obtiene una fusión de agente aglutinante de laca viscosa, sin reticular, de 105°C en una cantidad de 23 kg/h y se sigue elaborando como en el ejemplo 1.
25. Mediante una evaporación por descompresión anteconectada a este evaporador de husillo directamente en el lugar (véase Fig. 1) a 160 Torr, después de calentar previamente la solución a 47°C se puede aumentar la cantidad de fusión de resina con la misma solución de partida y bajo las mismas condiciones de 23 kg/h a 40 kg/h. Las resinas aisladas de la solución de los ejemplos 1 a 6 se disuelven en todos los disolventes usuales, por ejemplo, xileno, acetato de etilo ó acetato de metilglicol, es decir, sin reticular, se pueden molturar a un polvo que no forma
- 30.



5. apelmazamientos, por lo tanto prácticamente libre de disolvente, con tamaño de partículas inferiores a 80 μ y sintetiza a temperaturas alrededor de 100°C después de aplicar sobre una base, a una película homogénea de alto brillo, que se puede recocer a temperaturas superiores a 120°C.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania, con fecha 7 de febrero de 1970, nº P 20 05 691.1., acogándose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: Procedimiento para la obtención de resinas acrílicas; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1.- Procedimiento para la obtención de resinas acrílicas, libres de disolvente, auto-reticulables, altamente reactivas, para recubrimientos en forma de polvo, de punto de reblandecimiento de 75 a 110°C, que comienzan a reticular alrededor de los 120°C, a partir de soluciones mediante evaporación continua, en caso dado bajo presión reducida, caracterizado porque la solución de resina se evapora en evaporadores de husillo, autolimpiadores, con tiempos de residencia de 2 a 6 minutos, calentándose la

20.

25.

30. *Py*

resina mediante calentamiento desde el exterior y también por la fricción interior, a temperaturas no superiores a 120°C, preferentemente no superiores a 100 - 110°C.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las resinas acrílicas son los productos de reacción de polímeros mixtos de monómeros que contienen grupos hidroxilo, ésteres alquílicos de ácidos α , β -insaturados con 3 a 5 átomos de carbono y, en caso dado, ulteriores monómeros no funcionales con alcoximetilisocianatos con 1 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las resinas acrílicas son los productos de reacción de polímeros mixtos de (A) 5 - 80 % en peso de, como mínimo, un monómero conteniendo grupos hidroxilo, (B) 20 - 95 % en peso de, como mínimo, un éster de ácidos carboxílicos α , β -insaturados con 3 a 5 átomos de carbono, (C) 0 - 70 % en peso de, como mínimo, un comonómero no funcional, (D) 0 - 15 % en peso de, acril- ó metacrilamida, en caso dado N-monoalquilada y (E) 0 - 5 % en peso de ácidos carboxílicos libres α , β -insaturados con 3 a 5 átomos de carbono, siendo la suma de los porcentos contenidos de 100 con 0,1 - 30 % en peso de metoximetilisocianato, referido al polímero mixto sólido.

25. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las resinas acrílicas se disuelven en disolventes con un punto de ebullición inferior a 140°C bajo presión normal.

30. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las resinas acrílicas se disuelven en cloruro metilénico, acetato de metilo, acetona ó

Pg



acetato de etilo.

5. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque las soluciones de las resinas acrílicas altamente reactivas contienen pigmentos, materiales de carga, colorantes solubles, catalizadores ó agentes de fluidificación.

10. 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque las soluciones de las resinas acrílicas altamente reactivas se evaporan en evaporadores de husillo con dos árboles de husillo rotativos en igual sentido, rascándose entre sí.

15. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque las soluciones de las resinas acrílicas altamente reactivas se evaporan en evaporadores de husillo con cuatro árboles de husillo dispuestos en forma de V, siendo el sentido de giro de todos los árboles de fuera hacia dentro y de arriba hacia abajo y rascándose los árboles entre sí.

9.- Procedimiento para la obtención de resinas acrílicas; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria é ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de veinte hojas escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid, 29 Mayo 1973

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

ky

L. GOMEZ ACEBO Y MOUET
D. P. Firmador L. Gacia Fernández

POOR
QUALITY

388012

29



388012

ESCALA VARIABLE

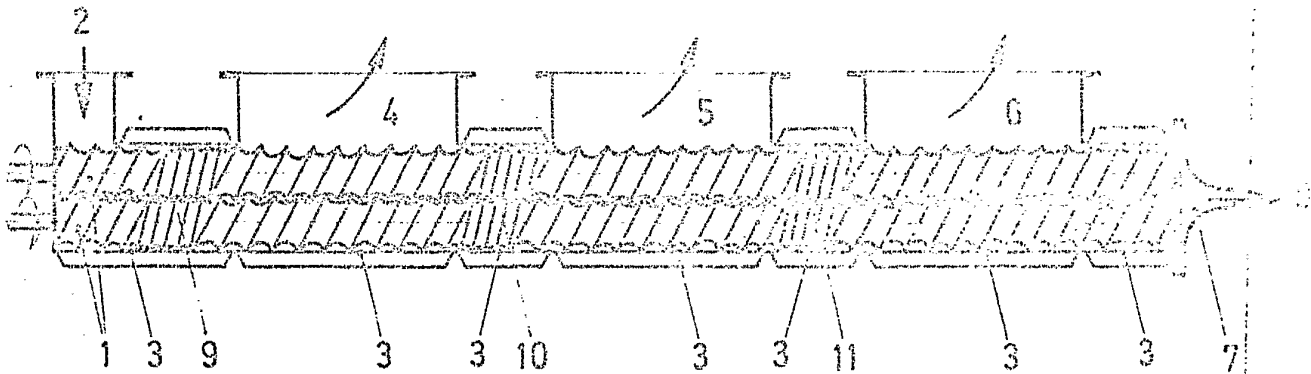


FIG. 1

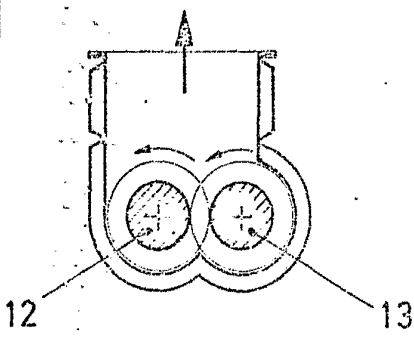


FIG. 2

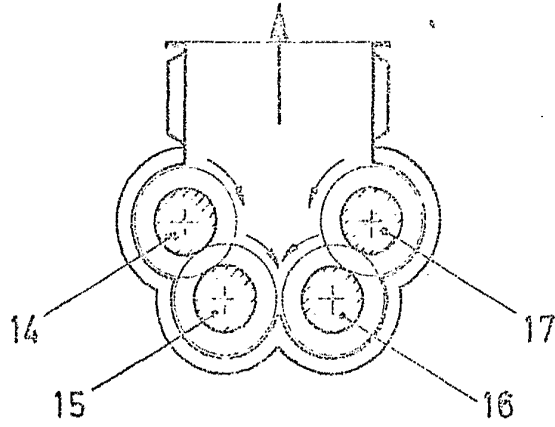


FIG. 3

29 MAYO 1973

Madrid

J. GOMEZ ACEBO Y MUDET
p. p. Firmados L. Garcia Fernández