

411894

F.C. 4-4-75



Int. Cl.: 609D

411894

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: FORD MOTOR COMPANY

RESIDENCIA: The American Road, Dearborn, Michigan
Estados Unidos.

ENUNCIADO: UN METODO DE PREPARACION DE UNA COM
POSICION DE REVESTIMIENTO EN POLVO.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 228.262 del 22.2.72

411894

- 2 -



1
5
10
15
20
25
30

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los antecedentes de esta invención se comprenderán mejor haciendo referencia a la solicitud de patente estadounidense número de serie 172.236, presentada el 16 de Agosto de 1971 por Composiciones de Revestimiento en Polvo, denominada en adelante solicitud anterior. Esta solicitud anterior fué presentada por Santokh S. Labana y ha sido concedida a la Ford Motor Company, Incorporated, concesionaria de esta solicitud. La memoria de la solicitud anterior número de serie 172.236 se incorpora a esta memoria a título de referencia y constituye parte de la misma.

La solicitud anterior se refiere a composiciones de revestimiento en polvo que contienen agentes reticulantes a base de ácidos dicarboxílicos. En particular, la solicitud anterior describe composiciones de revestimiento en polvo en las que los ingredientes principales son: (a) un copolímero de acrilato de glicidilo o de metacrilato de glicidilo y un compuesto etilénicamente insaturado, (b) un agente reticulante constituido por un ácido dicarboxílico alifático, saturado, de cadena lineal y (c) otros materiales utilizados para formar una composición de revestimiento en polvo tales como un agente de control de la fluidez, un pigmento, un agente antiestático, un catalizador y similares. La solicitud anterior indica todos los materiales empleados en estas composiciones de revestimiento en polvo y contiene los intervalos específicos de temperatura de transición vítrea y de pesos moleculares para los materiales como los copolímeros utilizados en la composición de revestimiento en polvo. Como toda la descripción de la solicitud

411894

- 3 -

21



1 anterior está incluida aquí a título de referencia, no entra
remos en ninguna discusión detallada de los principales in-
gredientes de estas composiciones de revestimiento en polvo.

5 La presente solicitud describe un método de for-
mular las composiciones de revestimiento en polvo individua-
les diferente del método descrito en la solicitud anterior.
Este nuevo método implica la formación de la composición
de revestimiento en polvo a partir de una solución en lugar
de la formación de este revestimiento a partir de materiales
10 secos. La formación del revestimiento en polvo de cualquier
forma da lugar a una composición que produce un revestimien-
to con características superficiales superiores, alto brillo
y un rico acabado.

15 La composición de revestimiento en polvo de que
trata esta solicitud es un revestimiento constituido en ge-
neral por los siguientes ingredientes: un prepolímero, un
agente reticulante a base de ácido dicarboxílico, un pigmen-
to, un agente de control de la fluidez, un agente antiestá-
tico y un catalizador. Como se indica en la solicitud ante-
rior, pueden obtenerse buenos revestimientos cuando estos
20 ingredientes, en estado seco, se mezclan íntimamente entre
sí en una operación única.

25 Un objeto de esta invención es proporcionar un
método de preparación de composiciones de revestimiento en
polvo que contienen un agente reticulante a base de ácido
dicarboxílico, a partir de una solución. Otro objeto de es-
ta invención es proporcionar el método de preparación de com-
posiciones de revestimiento en polvo que contienen agentes
30 reticulantes a base de ácido dicarboxílico en equipos de

411894

21



1 formulación de pinturas comerciales que manejan estas formu-
laciones de pintura mientras se encuentran en solución.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un método de
preparación de una composición de revestimiento en polvo
5 que contiene como agente reticulante un ácido dicarboxíli-
co, en la que todos los materiales de la misma están unifor-
memente dispersados en el seno de la composición de revesti-
miento en polvo y que produce una superficie recubierta de
alto brillo y excelente aspecto.

10 RESUMEN DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a un método de prepara-
ción de una composición de revestimiento en polvo y, más
especialmente, a un método de preparación de una composición
de revestimiento en polvo a partir de una solución, en la
15 que los ingredientes principales de la composición son: (a)
un copolímero de acrilato de glicidilo o de metacrilato de
glicidilo y un compuesto etilénicamente insaturado, (b) un
agente reticulante a base de ácido dicarboxílico y (c) otros
materiales utilizados para formar la composición de reves-
20 timiento en polvo, tales como un agente de control de la
fluidez, un pigmento, un agente antiestático, un catalizador
y similares. En su aspecto más amplio, la invención descri-
be la solución del ácido dicarboxílico en un alcohol con
un punto de ebullición comprendido entre 60° y 120°C, antes
25 de la adición del ácido dicarboxílico a una solución del
copolímero en un disolvente adecuado.

De acuerdo con las enseñanzas generales de esta
invención, se realizan las siguientes operaciones para pre-
parar una composición de revestimiento en polvo. El copolí-
30 mero se disuelve en un disolvente adecuado para dar una so-

41 1894

- 5 -



1 lución. El agente reticulante a base de ácido dicarboxílico
se disuelve en un alcohol con un punto de ebullición com-
prendido entre 60° y 120°C para preparar una solución del
5 ácido. La solución de copolímero se mezcla con la solución
de ácido dicarboxílico para formar una solución intermedia.
Los otros materiales adecuados para la composición de re-
vestimiento en polvo se mezclan con la solución intermedia
para formar una solución final. Se evaporan los disolventes
10 de la solución final para producir el material final para
la composición de revestimiento en polvo. Es aplicable cual-
quier método conocido de evaporación de un disolvente para
recuperar los sólidos de una solución. Estos métodos inclu-
yen el secado a vacío, secado por atomización, secado ins-
15 tantáneo, evaporación del disolvente en una extrusora de
desvolatilización y secado al aire.

Con mayor detalle, la solución de copolímero gene-
ralmente tiene de 30 a 50 % en peso del copolímero. Asímia-
mo, el alcohol se encuentra en la solución del ácido dicar-
20 boxílico en la proporción de aproximadamente 15 a 50 % del
peso de los disolventes totales en la solución de copolí-
mero y en la solución de ácido dicarboxílico.

Otra solución alternativa consiste en mezclar los
otros materiales adecuados para la composición de revesti-
25 miento en polvo con la solución de ácido dicarboxílico
antes de mezclar esta última con la solución de copolímero.
Asímismo, los otros materiales adecuados pueden ser mezcla-
dos con la solución de copolímero antes de mezclar la solu-
ción de ácido dicarboxílico con aquélla.

30

411894

- 6 -



21

1

DESCRIPCION DE LA REALIZACION PREFERIDA

5

10

15

20

25

30

Una discusión general de los diversos materiales que se emplean para formar las composiciones de revestimiento en polvo del tipo antes mencionado se encuentra en la solicitud anterior número de serie 172.236, presentada el 16 de Agosto de 1971. Las composiciones de revestimiento en polvo discutidas en esta solicitud son las mismas discutidas en la solicitud anterior y contienen los siguientes ingredientes principales. Se forma un copolímero de acrilato de glicidilo o metacrilato de glicidilo y un compuesto etilénicamente insaturado. Este copolímero tiene una temperatura de transición vítrea comprendido entre 40° y 90°C y un peso molecular (\bar{M}_n) comprendido entre 2500 y 8500. El acrilato de glicidilo o el metacrilato de glicidilo se encuentra generalmente en el copolímero final en una proporción de por lo menos alrededor del 8 % en peso a no más de alrededor del 25 % en peso. En general, el ácido dicarboxílico es un ácido dicarboxílico alifático de cadena lineal, conteniendo de 4 a 20 átomos de carbono por molécula. Este ácido dicarboxílico se encuentra en la composición de revestimiento en polvo en la proporción de 0,8 a 1,1 grupos carboxílicos por cada grupo epoxi en el copolímero. Los ácidos deseables son ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido undecanodioico y ácido brasílico.

Los otros materiales utilizados para formar una composición de revestimiento en polvo individual son un agente de control de la fluidez, un pigmento, un agente antiestático, un catalizador y similares. Estos materiales han sido discutidos con todo detalle en la solicitud anterior y remi-

411894

- 7 -

21



1 timos a la misma para una descripción completa de los mismos.
El agente de control de la fluidez generalmente forma del
0,05 al 4,0 % del peso de una composición de revestimiento
5 en polvo individual. En dicha composición se utiliza un ca-
talizador en la proporción de 0,1 % a 1,0 % en peso. En la
composición se incluye un agente antiestático en una propor-
ción comprendida entre 0,1 % y 1,0 % en peso. En cada una
de las composiciones se incluyen pigmentos en una proporción
comprendida entre 6 % y 35 % en peso, aproximadamente, según
10 el pigmento utilizado.

Los disolventes adecuados para el copolímero son
generalmente materiales como benceno, tolueno y xileno. Los
alcoholes que pueden emplearse para disolver el ácido dicar-
boxílico pueden encontrarse entre los siguientes: metanol,
15 etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, alcohol
sec-butílico y alcohol tero-butílico.

Habiendo descrito en general los diversos materia-
les que se emplean en la formulación de composiciones de re-
vestimiento en polvo, incluimos una pluralidad de ejemplos
20 para ilustrar los diversos métodos de preparación de dichas
composiciones de acuerdo con las enseñanzas de esta inven-
ción.

EJEMPLO 1

25 Se mezclan los monómeros, 15 % en peso de metacri-
lato de glicidilo, 45 % en peso de metacrilato de metilo y
40 % en peso de metacrilato de butilo. En la mezcla de monó-
meros se disuelve 3 % en peso de un catalizador, 2,2'-azo-
bis(2-metilpropionitrilo) (AIBN). Se añaden lentamente 30
30 partes en peso de la mezcla sobre 70 partes de tolueno a re

411894

- 8 -



1 flujo, que se agita fuertemente en atmósfera de nitrógeno.
En la parte superior de la vasija de tolueno se dispone un
condensador para condensar los vapores de tolueno y devol-
verlos a la vasija. La mezcla de monómeros se agrega a tra-
5 vés de una válvula reguladora y la velocidad de adición se
controla para mantener la temperatura de reflujo (109-112°C)
con solamente una pequeña fracción del calor suministrada
desde un calentador externo. Una vez completada la adición
de la mezcla de monómeros, se mantiene el reflujo mediante
10 una fuente de calor externo durante 3 horas más. Esta acción
produce una solución del copolímero en tolueno conteniendo
30 % en peso de copolímero sólido. El copolímero tiene una
temperatura de transición vítrea de 53°C y un peso molecu-
lar (\bar{M}_n) de 4000.

15 La solución de ácido dicarboxílico en alcohol se
prepara de la siguiente forma: se añaden 10 partes en peso
de ácido azelaico a 100 partes en peso de metanol y la mez-
cla se agita fuertemente durante unos 10 minutos hasta que
el ácido se ha disuelto completamente en el alcohol. Se aña-
20 den 110 partes en peso de la solución de ácido dicarboxíli-
co a 333 partes en peso de la solución de copolímero y la
mezcla se agita durante 5 minutos para obtener una solución
intermedia homogénea transparente de copolímero, ácido aze-
laico, tolueno y metanol.

25 A continuación se mezclan 0,2 partes en peso de
bromuro de terc-butilamonio, 0,5 partes de poli(acrilato
de laurilo) ($\bar{M}_n = 10.000$) y 30 partes de dióxido de tita-
nio con la solución intermedia formada a partir de la so-
lución de copolímero y la solución de ácido dicarboxílico,
30 formando así una solución final.



1 Esta solución se vierte en bandejas de poco fon-
do y se introduce en una estufa de vacío a 30-50°C para
eliminar los disolventes. El secado se prosigue durante
24 horas para dar un producto sólido que contiene menos del
5 3 % en peso de disolventes. El sólido obtenido se muele en
un molino de bolas hasta formar un polvo fino que atravie-
sa un tamiz de 140 mallas (normas estadounidenses).

10 El polvo resultante así obtenido es una composi-
ción de revestimiento en polvo formulada de acuerdo con el
método de esta invención. El polvo se pulveriza sobre un
panel de acero eléctricamente conectado a tierra, utilizan-
do una pistola pulverizadora de polvo electrostática que
opera a un voltaje de carga de 50 KV. Después de pulverizar,
15 el panel se calienta a 175°C durante 20 minutos. El reves-
timiento obtenido sobre el panel presenta buena adhesión
y buena resistencia al impacto. El revestimiento también
es aplicado y se adhiere bien sobre paneles de vidrio, la-
tón, cinc, aluminio, cobre y bronce. El revestimiento obte-
nido no es soluble en tolueno, gasolina, butanona ni me-
20 tanol.

EJEMPLO 2

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1. Sin em-
bargo, la formación del copolímero comienza con una mezcla
de monómero formada por 8 % en peso de metacrilato de gli-
cidilo, 52 % en peso de metacrilato de metilo y 40 % en
peso de metacrilato de butilo. Se emplea 3 % en peso del
catalizador AIBN. También se emplea el benceno disolvente.
El copolímero producido en el benceno tiene una temperatu-
30 ra de transición vítrea de 58°C y un peso molecular de

411894

- 10 -



1 4.000.

5 Se disuelven 5,3 partes de ácido azelaico en 41 partes de metanol para producir una solución de ácido dicarboxílico. Esta última se agrega a una solución que contiene 233 partes de benceno y 100 partes en peso del copolímero producido en la forma descrita. Se produce una composición de revestimiento en polvo que se aplica a los paneles de acuerdo con el procedimiento indicado en el Ejemplo 1. La calidad de los paneles pintados obtenidos después de la aplicación del revestimiento en polvo a los diversos materiales es aproximadamente igual a la conseguida en el Ejemplo 1.

10

EJEMPLO 3

15

Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente composición: 12 % en peso de metacrilato de glicidilo, 48 % en peso de metacrilato de metilo y 40 % en peso de metacrilato de butilo. La mezcla de monómeros se procesa de forma igual a la descrita en el Ejemplo 1 empleando 3 % en peso del catalizador AIBN y tolueno como disolvente. El copolímero resultante tiene una temperatura de transición vítrea de 56°C y un peso molecular de 4.000.

20

25

Se prepara una solución de ácido dicarboxílico en la forma descrita en el Ejemplo 1, a excepción de que se utilizan 8,0 partes en peso de ácido azelaico con 58 partes de etanol. Esta solución de ácido dicarboxílico se mezcla con una solución que contiene 233 partes en peso de tolueno y 100 partes en peso del copolímero.

30

Los otros materiales requeridos para la composición de revestimiento en polvo se agregan en la forma descrita en el Ejemplo 1 y se prepara una composición de revestimiento en polvo a partir de los mismos como se ha descrito en el

411894



1 Ejemplo 1. El revestimiento en polvo se aplica a los pane-
les de ensayo en la misma forma descrita en el Ejemplo 1.
Los paneles recubiertos se cuecen a una temperatura de
5 170°C durante 30 minutos. El revestimiento obtenido presen-
ta buena adhesión a los paneles de ensayo de acero, vidrio,
latón, cinc, aluminio, cobre y bronce.

EJEMPLO 4

Se prepara una mezcla de monómeros con la siguien-
te composición: 20 % en peso de metacrilato de glicidilo,
10 40 % en peso de metacrilato de metilo y 40 % en peso de me-
tacrilato de butilo. A partir de esa mezcla de monómeros se
forma un copolímero siguiendo el procedimiento indicado en
el Ejemplo 1. En este caso, se añade 1 % en peso del cata-
15 lizador AIBN y el disolvente del copolímero es xileno. El
copolímero producido tiene una temperatura de transición ví-
trea de 51°C y un peso molecular de 8500.

Se forma una solución de ácido dicarboxílico mezclan-
do 10,3 partes en peso de ácido adípico con 155 partes de
20 etanol. Después de que se ha formado la solución de ácido
dicarboxílico, se mezclan con dicha solución 0,1 partes en
peso de cloruro de tetrabutilamonio, 4 partes de poli(acrila-
to de butilo) ($\bar{M}_n = 9000$), 15 partes de dióxido de titanio
y 10 partes de azul marino. La solución de ácido dicarboxíli-
25 co que contiene los materiales mencionados se agrega a una
solución que contiene 100 partes en peso del copolímero y
233 partes de xileno. La mezcla anterior se combina íntima-
mente y los disolventes se evaporan de la misma como se ha
descrito en el Ejemplo 1. Se prepara un polvo a partir del
30 producto seco como se ha descrito en el Ejemplo 1 y se aplica

411894



1 a unos paneles de ensayo en la misma forma que en el Ejem-
plo 1. El revestimiento en polvo obtenido sobre cada panel
de ensayo después de curar la composición de revestimiento
5 en polvo a una temperatura de 200°C durante 10 minutos es
de buena calidad y es resistente a los disolventes y a los
arañazos.

EJEMPLO 5

10 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguien-
te composición: 20 % en peso de metacrilato de glicidilo,
45 % en peso de metacrilato de metilo y 35 % en peso de me-
tacrilato de butilo. Los monómeros se hacen reaccionar como
se ha descrito en el Ejemplo 1 para producir un copolímero.
En este caso se emplea 5 % en peso del catalizador AIBN y
15 el disolvente es tolueno. El copolímero resultante tiene
una temperatura de transición vítrea de 53°C y un peso mole-
cular de 3000.

20 Se prepara una solución de ácido dicarboxílico
mezclando 14,2 partes en peso de ácido pimélico y 125 par-
tes de propanol. A una solución de copolímero conteniendo
100 partes en peso del copolímero producido como se ha des-
crito en este ejemplo y 233 partes de tolueno se le agregan
los siguientes materiales: 0,05 partes en peso de 2-metil-
2,4-etilimidazol, 0,05 partes de poli(2-etilenoxi)fosfato
25 de dibutilo, 4 partes de poli(metacrilato de isododecilo),
10 partes de dióxido de titanio y 7 partes de azul de fta-
locianina. Estos materiales se mezclan íntimamente con la
solución de copolímero y después esta solución se mezcla
con la solución de ácido dicarboxílico.

30 La solución final se calienta a 60°C y se seca por

411894

21 FEB 1950



1 inyección continua bajo alta presión (150 psi, 10,5 kg/cm²)
en una cámara de vacío mantenida a 60°C y una presión de
10 mm Hg. La solución presurizada que entra en la cámara de
5 se evaporan rápidamente dando partículas secas que se re-
cogen en el fondo de la cámara. Las partículas se tamizan
por un tamiz de 140 mallas para dar la composición de reves-
timiento en polvo que se aplica a los paneles de ensayo. Los
10 revestimientos obtenidos sobre los diversos paneles de ensa-
yo son de buena calidad en cuanto a sus características de
adhesión, aspecto e impacto.

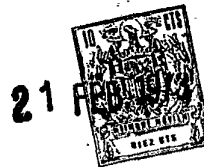
EJEMPLO 6

15 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguien-
te composición: 15 % en peso de metacrilato de glicidilo,
20 % de acrilato de butilo y 65 % en peso de metacrilato
de metilo. La mezcla de monómeros se hace reaccionar como se
ha indicado en el Ejemplo 1 para producir un copolímero. Se
emplea 4 % en peso del catalizador AIBN en la reacción de la
mezcla de monómeros para formar el copolímero y el disolven-
20 te es tolueno. El copolímero producido tiene una temperatura
de transición vítrea de 65°C y un peso molecular de 3000.

25 Se prepara una solución de ácido dicarboxílico mez-
clando 9,3 partes en peso de ácido subérico con 58 partes
de isopropanol. La solución de ácido dicarboxílico se mez-
cla con la solución de polímero que contiene 100 partes en
peso del copolímero y 233 partes de tolueno. Después de que
las dos soluciones se han mezclado íntimamente, se agregan
a las mismas los siguientes materiales adicionales y se mez-
30 cla como se ha descrito en el Ejemplo 1: 0,1 partes en peso

411894

- 14 -



1 de trietilendiamina, 0,05 partes de cloruro de tetraetilam
nio, 2 partes de poli(metacrilato de laurilo) ($\bar{M}_n = 6000$),
7 partes de verde de ftalocianina y 10 partes de dióxido
de titanio.

5 La mezcla descrita se combina íntimamente y se
procesa como se ha descrito en el Ejemplo 1 para producir
una composición de revestimiento en polvo. Esta última se
aplica a unos paneles de ensayo como se ha descrito en el
Ejemplo 1 y se cuece sobre los paneles a una temperatura
10 de 150°C durante 15 minutos.

El revestimiento obtenido presenta buena adhesión
al acero, vidrio, latón, cinc, aluminio, cobre y bronce y
es insoluble en tolueno, gasolina, metanol y butanona.

EJEMPLO 7

15 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguien-
te composición: 15 % en peso de metacrilato de glicidilo,
50 % en peso de metacrilato de metilo y 35 % en peso de
estireno. Los monómeros se hacen reaccionar en tolueno de
acuerdo con el procedimiento indicado en el Ejemplo 1, uti-
20 lizando 3 % en peso del catalizador AIBN. El copolímero re-
sultante, en solución, tiene un peso molecular de 4500 y
una temperatura de transición vítrea de 90°C.

25 Se prepara una solución de ácido dicarboxílico
mezclando 10,8 partes en peso de ácido sebácico con 155
partes de isopropanol. La solución de ácido dicarboxílico
se agrega a una solución de copolímero que contiene 100 par-
tes en peso de copolímero y 233 partes de tolueno. Las dos
soluciones se mezclan íntimamente entre sí y a la mezcla
30 se añaden los siguientes materiales, combinándolos con ella:

411894

- 15 -



1 una parte en peso de cloruro de tetrametilamonio, 2 partes de poli(acrilato de 2-etilhexilo), 7 partes de amarillo de ferrita y 10 partes de dióxido de titanio.

5 La solución terminada se mezcla y seca como se ha descrito en el Ejemplo 5. La composición de revestimiento en polvo se aplica a unos paneles de ensayo como se ha descrito en el Ejemplo 1. Los paneles se cuecen a una temperatura de 180°C durante 5 minutos. La calidad de la adhesión del revestimiento en polvo después de cocido sobre los diversos paneles de ensayo es buena. El revestimiento de cada panel posee buena resistencia a los disolventes y a los arañazos.

EJEMPLO 8

15 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente composición: 18 % en peso de metacrilato de glicidilo, 20 % en peso de acrilato de etilo, 40 % en peso de metacrilato de metilo y 22 % en peso de cloruro de vinilo. La mezcla de monómeros se polimeriza en benceno utilizando 2 % en peso del catalizador AIBN como iniciador.

20 Se forma una solución de ácido dicarboxílico disolviendo 16,4 partes en peso de ácido tetradecanodioico en 125 partes de butanol. La solución ácida se mezcla con una solución de copolímero que contiene 100 partes en peso del copolímero y 233 partes de benceno. Estas dos soluciones se mezclan uniformemente y a las mismas se añaden los siguientes materiales y se mezclan a fondo con ellas: 0,1 partes en peso de cloruro de trimetilbencilamonio, 2 partes de poli(acrilato de 2-etilhexilo) ($\bar{M}_n = 11.000$) y 6 partes de negro de humo.

25

30

411894



1 De la solución antes descrita se evaporan los di-
solventes como se ha indicado en el Ejemplo 5. El polvo re-
sultante se aplica a unos paneles de ensayo como se ha des-
crito en el Ejemplo 1. Los revestimientos sobre los paneles
5 se cuecen a 170°C durante 15 minutos. Todos los paneles pin-
tados presentan buenas propiedades de adhesión y resisten-
cia a los disolventes.

EJEMPLO 9

10 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguien-
te composición: 15 % en peso de metacrilato de glicidilo,
30 % en peso de metacrilato de metilo, 25 % en peso de acri-
lato de isobutilo, 15 % en peso de α -metilestireno y 15 %
en peso de metacrilonitrilo. Esta mezcla de monómeros se
hace reaccionar en la forma descrita en el Ejemplo 1, a ex-
cepción de que el disolvente utilizado es xileno. Se emplea
15 3 % del catalizador AIBN. El copolímero resultante, en solu-
ción, tiene una temperatura de transición vítrea de 46°C y
un peso molecular de 4500.

20 Se añaden 78 partes en peso de butanol a una solu-
ción de copolímero que contiene 100 partes del copolímero
y 233 partes de xileno. Una vez que se ha formado la solu-
ción, se añaden a la misma 13 partes en peso de ácido bra-
sílico y se mezcla íntimamente. A la solución se añaden
25 los siguientes materiales, que se mezclan íntimamente con
ella: 0,5 partes en peso de bromuro de dodecildimetil(2-fe-
noxietyl)amonio, 2 partes de perfluorooctanoato de polieti-
lenglicol y 10 partes de óxido de hierro negro.

30 La solución antes descrita se mezcla íntimamente
y el disolvente se separa de la misma como se ha descrito

411894



1 en el Ejemplo 1. El polvo resultante se tritura para formar
una composición de revestimiento en polvo que se aplica a
los paneles de ensayo como se ha descrito en el Ejemplo 1.
Los paneles recubiertos se cuecen a 165°C durante 15 minu-
5 tos. El revestimiento de cada panel presenta buenas propie-
dades de adhesión y resistencia a los disolventes.

EJEMPLO 10

10 Se prepara una mezcla de monómeros de la siguiente
composición: 12 % en peso de metacrilato de glicidilo, 50 %
en peso de metacrilato de metilo, 10 % en peso de acrilato
de 2-etilhexilo y 28 % en peso de acrilonitrilo. La mezcla
de monómeros se procesa en tolueno como se ha indicado en
el Ejemplo 1 para formar un copolímero. Se añade 4 % en pe-
so del catalizador AIBN. El copolímero, en solución, tiene
15 una temperatura de transición vítrea de 60°C y un peso mole-
cular de 4000.

20 Se forma una solución de ácido dicarboxílico disol-
viendo 27,8 partes en peso de ácido nonadecanodioico en 78
partes de isobutanol. La solución de ácido dicarboxílico se
mezcla íntimamente con la solución de copolímero que contie-
ne 100 partes en peso del copolímero y 233 partes de tolueno.
Las dos soluciones se mezclan íntimamente entre sí y
con ellas se mezclan los siguientes materiales: 0,5 partes
25 en peso de octoato estannoso, 0,05 partes de bromuro de te-
traetilamonio, 2 partes de perfluorooctanoato de polietilen-
glicol, 5 partes de rojo quindo y 15 partes de dióxido de
titanio. Los materiales descritos se mezclan, se evaporan
los disolventes, se prepara una composición de revestimien-
to en polvo y se aplica a los paneles de ensayo como se ha
30

411894

- 18 -

21 FEB.



1 descrito en el Ejemplo 1. Los paneles se cuecen a 150°C du-
rante 20 minutos. La adhesión a los paneles del revestimien-
to en polvo es buena y todos los revestimientos poseen buena
resistencia a los disolventes.

5 EJEMPLO 11

Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente
composición: 22 % en peso de metacrilato de glicidilo, 20 %
en peso de metacrilato de n-hexilo, 25 % en peso de metacri-
lato de butilo y 33 % en peso de acrilonitrilo. Se forma un
10 copolímero en tolueno a partir de esta mezcla de monómeros,
por el mismo procedimiento indicado en el Ejemplo 1. En es-
te caso, se añade 1,5 % en peso del catalizador AIBN. El
copolímero, en solución, tiene una temperatura de transición
vítrea de 40°C y un peso molecular de 7500.

15 Se forma una solución de ácido dicarboxílico disol-
viendo 27,2 partes en peso de ácido docosandioico en 190 par-
tes de isobutanol. La solución de ácido se mezcla con una
solución de copolímero que contiene 100 partes en peso del
copolímero y 233 partes de tolueno. Las dos soluciones se
20 mezclan íntimamente entre sí y se añaden y mezclan los si-
guientes materiales: 0,8 partes en peso de octoato de cinc,
1,0 partes de yoduro de tetrabutilamonio, 2,0 partes de po-
li(acrilato de butilo) y 10 partes de naranja transparente
de óxido de hierro. Todos los materiales se mezclan entre
25 sí, se evaporan los disolventes, se prepara una composición
de revestimiento en polvo y se aplica a los paneles de ensa-
yo como se ha descrito en el Ejemplo 1. El revestimiento ob-
tenido sobre cada uno de los paneles de ensayo, después de
curar la composición de revestimiento en polvo a una tempe-
30 ratura de 140°C durante 20 minutos, es de buena calidad y

411894



1 resistente a los disolventes y a los arañazos.

EJEMPLO 12

5 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente
composición: 10 % en peso de metacrilato de glicidilo, 45 %
en peso de metacrilato de metilo, 35 % en peso de metacri-
lato de butilo y 10 % en peso de acetato de vinilo. A par-
tir de esta mezcla de monómeros se forma un copolímero en
tolueno, de acuerdo con el procedimiento indicado en el
Ejemplo 1. En este caso, se añade 3 % en peso del cataliza-
dor AIBN.

10 Se forma una solución de ácido dicarboxílico disol-
viendo 5,0 partes en peso de ácido adípico en 100 partes
de isobutanol. La solución de ácido se agrega a 333 partes
de solución de copolímero que contiene 100 partes en peso
15 del copolímero y 233 partes de tolueno. Estos materiales se
mezclan entre sí y después se añaden y mezclan los siguien-
tes materiales: 2 partes en peso de bromuro de tetrabutyl-
amonio, 3,5 partes de poli(acrilato de 2-etilhexilo) y 6
partes de negro de humo. Los materiales descritos se mez-
clan entre sí, se evaporan los disolventes, se prepara una
composición de revestimiento en polvo y se aplica a los pa-
neles de ensayo como se ha descrito en el Ejemplo 1. El re-
vestimiento obtenido sobre cada uno de los paneles de ensa-
yo, después de curar la composición de revestimiento en pol-
25 vo a una temperatura de 160^o C durante 10 minutos, es de bu-
na calidad. Asimismo, el revestimiento obtenido sobre ca-
da panel de ensayo es insoluble en tolueno, gasolina, meta-
nol y butanona.

30

411894



EJEMPLO 13

1
5
10
Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente composición: 8 % en peso de metacrilato de glicidilo, 52 % en peso de metacrilato de metilo y 40 % en peso de metacrilato de isobutilo. A partir de esta mezcla de monómeros se forma un copolímero de acuerdo con el procedimiento indicado en el Ejemplo 1, actuando como disolvente el tolueno. En este caso, se añade 5 % en peso del catalizador AIBN. El copolímero producido, en solución, tiene una temperatura de transición vítrea de 75°C y un peso molecular de 3200.

15
20
25
Se forma una solución de ácido dicarboxílico disolviendo 3,7 partes en peso de ácido succínico en 100 partes de alcohol sec-butílico. Esta solución de ácido se agrega a una solución que contiene 100 partes en peso del copolímero y 233 partes de tolueno. A estas dos soluciones se añaden los siguientes materiales, que después se mezclan entre sí: 2 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio, 4 partes de poli(acrilato de laurilo) y 30 partes de dióxido de titanio. Todos los materiales citados se mezclan, se evaporan los disolventes, se prepara una composición de revestimiento en polvo y se aplica como se ha descrito en el Ejemplo 1. El revestimiento obtenido sobre cada panel de ensayo, después de curar la composición de revestimiento en polvo a una temperatura de 130°C durante 10 minutos, es de buena calidad y es resistente a los disolventes y a los arañazos.

EJEMPLO 14

30
Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente composición: 10 % en peso de acrilato de glicidilo, 67 % en peso de metacrilato de metilo y 23 % en peso de metacrilato de n-butilo. A partir de esta mezcla de monómeros se for-



411894

1 ma un copolímero en benceno, de acuerdo con el procedimien-
to indicado en el Ejemplo 1. En este caso, se añade 4 % en
peso del catalizador AIBN. El copolímero producido, en so-
lución, tiene una temperatura de transición vítrea de 73°C
5 y un peso molecular de 3000.

Se forma una solución de ácido dicarboxílico disol-
viendo 8,6 partes en peso de ácido undecanodioico en 155
partes de alcohol sec-butílico. A la solución de ácido se
añaden 0,7 partes en peso de cloruro de tetrabutilamonio,
10 2 partes de poli(acrilato de butilo) y 30 partes de dióxido
de titanio. La solución de ácido conteniendo estos ma-
teriales se agrega a una solución de copolímero que contie-
ne 100 partes en peso del copolímero y 233 partes de ben-
ceno. Se mezclan todos estos materiales, se evaporan los
15 disolventes, se prepara una composición de revestimiento
en polvo y se aplica a los paneles de ensayo como se ha des-
crito en el Ejemplo 1. El revestimiento obtenido sobre cada
panel de ensayo, después de curar la composición de reves-
timiento en polvo a una temperatura de 180°C durante 15 mi-
20 nutos, es de buena calidad. Asimismo, todos los revestimien-
tos de los paneles de ensayo son resistentes también al to-
lueno, gasolina, metanol y butanona e insolubles en los
mismos.

EJEMPLO 15

25 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente
composición: 15 % en peso de metacrilato de metilidilo, 32 %
en peso de metacrilato de metilo, 15 % en peso de acrilato
de etilo, 8 % en peso de acrilato de isobutilo y 30 % en
peso de estireno. A partir de esta mezcla de monómeros se
30 forma un copolímero en xileno, de acuerdo con el procedi-

411894

- 22 -

21 FEB 1943



1 miento indicado en el Ejemplo 1. En este caso, se añade
3 % en peso del catalizador AIBN.

5 Se forma una solución de copolímero que contiene
100 partes en peso del copolímero y 233 partes de xileno.
5 A esta solución de copolímero se añaden: 1 parte en peso
de bromuro de tetraetilamonio, 1,5 partes de poli(metacri-
lato de isodecilo) ($\bar{M}_n = 5000$) y 30 partes de dióxido de
titanio. Se forma una solución de ácido dicarboxílico mez-
clando 6,6 partes en peso de ácido glutárico y 233 partes
10 de alcohol sec-butílico. La solución de ácido se mezcla con
la solución de copolímero que contiene los otros materiales
y todo ello se mezcla, se evaporan los disolventes, se pre-
para una composición de revestimiento en polvo y se aplica
a los paneles de ensayo como se ha descrito en el Ejemplo 1.
15 Los revestimientos obtenidos sobre cada panel de ensayo,
después de curar la composición de revestimiento en polvo
a una temperatura de 140°C durante 15 minutos, son de buena
calidad y poseen buenas características de adhesión.

EJEMPLO 16

20 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente
composición: 15 % en peso de acrilato de glicidilo, 40 % en
peso de metacrilato de metilo, 15 % en peso de acrilato de
2-etilhexilo, 20 % en peso de α -metilestireno y 10 % en pe-
so de acrilonitrilo. A partir de esta mezcla de monómeros
25 se forma un copolímero en xileno, utilizando 4 % en peso
del catalizador AIBN.

Se forma una solución de copolímero que contiene
100 partes en peso del copolímero y 233 partes de xileno.
A esta solución de copolímero se añaden 100 partes en peso
30 de alcohol tero-butílico, 0,4 partes de bromuro de tetraetil

411894



1
5
10
15
20
25
30

amonio, 2 partes de poli(acrilato de 2-etilhexilo) y 30 partes de dióxido de titanio. Todos estos materiales se dispersan uno en otro. Después se añaden a la solución 7,7 partes en peso de ácido adípico. Todos estos materiales se mezclan, se evaporan los disolventes, se prepara una composición de revestimiento en polvo y se aplica de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. El revestimiento en polvo obtenido sobre cada panel de ensayo, después de curar la composición de revestimiento en polvo a una temperatura de 170°C durante 20 minutos, es de buena calidad y resistente a los disolventes antes mencionados.

EJEMPLO 17

Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente composición: 20 % en peso de acrilato de glicidilo, 40 % en peso de acrilato de butilo, 10 % en peso de metacrilato de metilo y 30 % en peso de estireno. A partir de esta mezcla de monómeros se forma un copolímero en tolueno, de acuerdo con el procedimiento indicado en el Ejemplo 1. En este caso, se añade 4 % en peso del catalizador AIBN. El copolímero producido tiene una temperatura de transición vítrea de 40°C y un peso molecular de 3000.

Se prepara una solución de ácido dicarboxílico disolviendo 13,4 partes en peso de ácido azelaico en 155 partes de alcohol tero-butílico. La solución de ácido dicarboxílico se agrega a una solución de copolímero que contiene 100 partes en peso del copolímero y 233 partes de tolueno.

Las dos soluciones se mezclan entre sí y a las mismas se añaden los siguientes materiales, mezclándolos con ellas: 0,5 partes de bromuro de tetraetilamonio, 1,0 partes de poli(acrilato de laurilo) y 30 partes de dióxido de tita-

411894

21 FEB 1971



1 nio. Todos los materiales se mezclan entre sí, se evaporan
los disolventes, se prepara una composición de revestimien-
to en polvo y se aplica como se ha descrito en el Ejemplo 1.
5 El revestimiento obtenido sobre cada panel de ensayo, des-
pués de curar la composición de revestimiento en polvo a una
temperatura de 180°C durante 10 minutos, es de buena calidad
y resistente a los disolventes antes mencionados.

EJEMPLO 18

10 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente com-
posición: 15 % en peso de acrilato de glicidilo, 15 % en pe-
so de metacrilato de butilo, 15 % en peso de acrilato de etil-
lo, 30 % en peso de metacrilato de metilo y 25 % en peso de
estireno. A partir de esta mezcla de monómeros se forma un
15 copolímero en tolueno, de acuerdo con el procedimiento indi-
cado en el Ejemplo 1. En este caso, se añade 4 % en peso del
catalizador AIBN.

20 Se prepara una solución de ácido dicarboxílico disol-
viendo 8,0 partes en peso de ácido azelaico en 78 partes de
propanol. Esta solución de ácido se añade a una solución de
copolímero que contiene 100 partes en peso del copolímero
y 233 partes de tolueno. A estas dos soluciones se añaden:
25 1,0 partes en peso de bromuro de tetraetilamonio, 0,5 partes
de poli(acrilato de laurilo) y 30 partes de dióxido de tita-
nio. Todos estos materiales se mezclan entre sí, se evaporan
los disolventes, se prepara una composición de revestimiento
en polvo y se aplica a los paneles de ensayo como se ha des-
crito en el Ejemplo 1. Los revestimientos obtenidos sobre
30 todos los paneles de ensayo, después de que la composición
de revestimiento ha sido cocida a una temperatura de 130°C

411894

21



1 durante 30 minutos, son de buena calidad y resistentes a los disolventes antes mencionados.

EJEMPLO 19

5 Se prepara una mezcla de monómeros con la siguiente composición: 15 % en peso de acrilato de glicidilo, 10 % en peso de acrilato de 2-etilhexilo, 50 % en peso de metacrilato de metilo, 15 % en peso de metacrilonitrilo y 10 % en peso de α -metilestireno. A partir de esta mezcla de monómeros se forma un copolímero en tolueno, por el procedimiento indicado en el Ejemplo 1. En este caso, se añade
10 4 % en peso del catalizador AIBN.

15 Se prepara una solución de ácido dicarboxílico disolviendo 11,1 partes en peso de ácido azelaico en 100 partes en peso de isopropanol. La solución de ácido dicarboxílico se agrega a una solución de copolímero que contiene 100 partes en peso de copolímero y 233 partes de tolueno. Se mezclan las dos soluciones y a las mismas se añaden los siguientes materiales, mezclándolos con ellas: 0,5 partes
20 en peso de bromuro de tetraetilamonio, 2,5 partes de poli(acrilato de laurilo) y 30 partes de dióxido de titanio. Todos los materiales mencionados se mezclan íntimamente entre sí, se evaporan los disolventes, se prepara una composición de revestimiento en polvo y se aplica como se ha
25 descrito en el procedimiento del Ejemplo 1. El revestimiento obtenido sobre cada panel de ensayo, después de curar la composición de revestimiento en polvo a una temperatura de 135°C durante 30 minutos, es de buena calidad. Los revestimientos son resistentes al tolueno, gasolina, metanol
30 y butanona e insolubles en los mismos.

x x x

411894

- 26 -

21



1 Aquí hemos descrito un método de manufactura de una
composición de revestimiento en polvo en el que las compo-
siciones de revestimiento se formulan en solución. Para los
5 expertos en la técnica resultarán evidentes muchas modifi-
caciones de los métodos de esta invención a la vista de es-
ta memoria. Pretendemos que todas estas modificaciones que
caen dentro del verdadero espíritu y alcance de esta invén-
ción quedan incluidas dentro de las reivindicaciones del
apéndice.

10 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

15 1. Un método de preparación de una composición de re-
vestimiento en polvo que contiene como constituyentes prin-
cipales de la misma: (a) un copolímero de acrilato de gli-
cidilo o de metacrilato de glicidilo y un compuesto etilé-
nicamente insaturado, (b) un agente reticulante a base de
ácido dicarboxílico y (c) otros materiales adecuados como
20 un pigmento, un agente de control de la fluidez, un catali-
zador y similares; cuyo método comprende las operaciones de
preparar una solución de dicho copolímero en un disol-
vente adecuado;

25 preparar una solución de dicho ácido dicarboxílico en
un alcohol con un punto de ebullición comprendido entre 60^o
y 120^oC, cuyo alcohol actúa como disolvente de dicho ácido;

 mezclar dicha solución de copolímero con dicha solución
de ácido dicarboxílico para formar una solución intermedia;

30 mezclar los otros materiales adecuados citados con la
solución intermedia para formar una solución final y



411894

21

1
5
10
15
20
25
30

evaporar los disolventes citados de dicha solución final para formar una composición de revestimiento en polvo.

2. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo según la Reivindicación 1, en el que:

dicha solución de copolímero contiene de 30 % a 50 % en peso de dicho copolímero y en el que el alcohol se encuentra presente en la solución citada de ácido dicarboxílico en una proporción del 15 al 50 % del peso de los disolventes totales en la solución de copolímero y en la solución de ácido dicarboxílico citadas.

3. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo según la Reivindicación 1, en el que los otros materiales adecuados citados se mezclan con la solución de ácido dicarboxílico antes de mezclar dicha solución de ácido dicarboxílico y dicha solución de copolímero.

4. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo según la Reivindicación 1, en el que los otros materiales adecuados citados se mezclan con la solución de copolímero antes de mezclar dicha solución de ácido dicarboxílico y dicha solución de copolímero.

5. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo que contiene como constituyentes principales de la misma: (a) un copolímero de acrilato de glicidilo o de metacrilato de glicidilo y un compuesto etilénicamente insaturado, en proporciones tales que se obtiene un copolímero con una temperatura de transición vítrea comprendida entre 40° y 90°C y un peso molecular (\bar{M}_n) comprendido entre 2500 y 8500, encontrándose presentes el acrilato de glicidilo o el metacrilato de glicidilo citados en

411894

- 28 -

21



1 dicho copolímero en una proporción comprendida entre 8 %
en peso como mínimo y el 25 % en peso como máximo, (b) un
ácido dicarboxílico alifático saturado, de cadena lineal,
conteniendo de 4 a 20 átomos de carbono por molécula, en
5 la proporción de 0,8 a 1,1 grupos carboxílicos por cada gru-
po epoxi en dicho copolímero y (c) otros materiales adecua-
dos para esta composición entre los que se encuentran un
pigmento, un agente de control de la fluidez, un cataliza-
dor y similares; cuyo método comprende las operaciones de:

10 preparar una solución de dicho copolímero en un di-
solvente adecuado, conteniendo dicha solución de copolímero
de 30 a 50 % en peso del copolímero;

15 preparar una solución de ácido dicarboxílico en un
alcohol con un punto de ebullición comprendido entre 60°
y 120°C, encontrándose presente dicho alcohol en la solu-
ción de ácido dicarboxílico en una proporción comprendida
entre 15 y el 50 % del peso de los disolventes totales en
las soluciones de copolímero y de ácido dicarboxílico;

20 mezclar dicha solución de copolímero con dicha solu-
ción de ácido dicarboxílico para formar una solución inter-
media;

mezclar los otros materiales adecuados citados con
dicha solución intermedia para formar una solución final y

25 evaporar los disolventes citados de dicha solución
final para producir una composición de revestimiento en
polvo.

30 N
6. Un método de preparación de una composición de
revestimiento en polvo según la Reivindicación 5, en el que
el disolvente del citado copolímero está seleccionado entre
el grupo formado esencialmente por benceno, tolueno y xile-

411894



1

no y en el que el citado alcohol está seleccionado entre el grupo formado esencialmente por metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, alcohol sec-butílico y alcohol terc-butílico.

5

7. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo según la Reivindicación 5, en el que los otros materiales adecuados citados se mezclan con la solución de ácido carboxílico y la solución de copolímero citadas.

10

8. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo según la Reivindicación 5, en el que los otros materiales adecuados citados se mezclan con dicha solución de copolímero antes de mezclar la solución de ácido dicarboxílico con la citada solución de copolímero.

15

9. Un método de preparación de una composición de revestimiento en polvo que contiene como constituyentes principales de la misma: (a) un copolímero de acrilato de glicidilo o de metacrilato de glicidilo y un compuesto etilénicamente insaturado, (b) un agente reticulante a base de ácido dicarboxílico y (c) otros materiales adecuados tales como un pigmento, un agente de control de la fluidez, un catalizador y similares; cuyo método comprende las operaciones de:

20

25

preparar una solución de dicho copolímero en un disolvente adecuado;

mezclar un alcohol con un punto de ebullición comprendido entre 60° y 120°C con dicha solución de copolímero, siendo el citado alcohol disolvente del ácido dicarboxílico,

30

mezclar dicho ácido dicarboxílico con la solución mencionada de copolí-

21



411894

1 mero que contiene el citado alcohol para formar una solución intermedia ;
mezclar los otros materiales adecuados citados con
dicha solución intermedia para formar una solución final;
5 evaporar los citados disolventes de dicha solución
final para formar una composición de revestimiento en polvo.

10 10. Un método de preparación de una composición de
revestimiento en polvo según la Reivindicación 9, en el que
la citada solución de copolímero contiene de 30 a 50 % en
peso de copolímero y en el que dicho alcohol se encuentra
presente en la citada solución intermedia y en una propor-
ción comprendida entre el 15 y el 50 % del peso de los di-
solventes totales contenidos en dicha solución intermedia.

15 11. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la patente de invención que se solicita:
UN METODO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE REVESTIMIEN
TO EN POLVO.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de treinta páginas
mecnografiadas.

Madrid, 21 febrero 1.973

BERNARDO UNGRIA
p.p.

25

30