

REF: USSN 389.845

Int. Cl. ² C 09 D

Nº 429.412

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un^a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: FORD MOTOR COMPANY.

RESIDENCIA: The American Road, DEARBORN, Michigan

48121 Estados Unidos.

ENUNCIADO: UN METODO DE PREPARACION DE COMPOSICIONES

HOMOGENEAS DE PINTURA EN POLVO TERMOFIJABLES

Prioridad: Patente estadounidense n.º 389.845 del 20.8.73.



120 A-

EXTRACTO DE LA INVENCION

1 Un método de preparación de una composición de
pintura en polvo, termofijable, homogénea, que se cura para
dar un recubrimiento que presenta durabilidad al exterior,
5 adherencia, resistencia al impacto y, en particular capaci-
dad de igualación de color extraordinarias. El método com-
prende: introducción de una composición líquida de pintura,
que incluye al menos un copolímero entrecruzable y un pigmen-
to disperso uniformemente, en una zona de evaporación adap-
10 tada para calentar dicha pintura líquida así como para eva-
porar el disolvente inerte contenido en ella; paso de la
pintura líquida a una zona de separación; evaporación de di-
cho vapor de disolvente para su eliminación; separación de
los componentes no volátiles de dicha pintura en un estado
15 fundido; enfriamiento de los citados componentes no voláti-
les; y pulverización para obtener un polvo.

Esta solicitud se refiere a un procedimiento pa-
ra preparar composiciones de pintura en polvo que son úti-
les para proporcionar recubrimientos superficiales protec-
20 tores y decorativos sobre una diversidad de sustratos que
incluyen vidrio, metal y otros sustratos que puedan resis-
tir la temperatura del curado del polvo. Más particularmen-
te, esta solicitud está dirigida hacia un método de prepara-
ción de composiciones de pintura en polvo termofijables que
25 presentan carácter homogéneo y que se curan para formar un
recubrimiento que exhibe durabilidad al exterior, adheren-
cia, resistencia al impacto y, en particular, capacidad de
igualación de color extraordinarias.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

30 Las composiciones de recubrimiento en polvo para

POOR
QUALITY



1 ser utilizadas en la pintura de superficies se vienen soli-
citando cada vez más en los últimos años por varias razones
entre las que se incluyen las relativas a la ecología, sa-
lud y seguridad. En particular, especialmente, tales compo-
5 siciones de recubrimiento en polvo se solicitan porque eli-
minan la necesidad de disolventes utilizados en los siste-
mas líquidos de pintura como los utilizados comunmente. La
aplicación y secado o curado de estas composiciones líquidas
de pintura requieren, por supuesto, que se volatilice
10 el vehículo disolvente, dando con ello lugar al escape del
disolvente a la atmósfera y creando riesgos para la salud y
la seguridad así como problemas indeseables de contamina-
ción. Las composiciones de recubrimiento en polvo, sin em-
bargo, son curables por el calor de manera que desprenden
15 poco o ningún material al ambiente.

Aunque han sido propuestas numerosas composicio-
nes de pintura en polvo, los recubrimientos formados a par-
tir de tales composiciones presentan diversos problemas en-
tre los que se incluyen poco brillo, pobre desarrollo de co-
20 lor, pobre capacidad de igualación de color y pobre matiza-
do. Los problemas asociados a tales recubrimientos son, por
lo menos en parte, un resultado de los procedimientos con
los que se preparan estos polvos. Los métodos previos de ma-
nufactura de materiales de recubrimiento en polvo incluyen
25 la molienda con bolas, mezclado con hojas en Z y extrusión.

La molienda con bolas es el más sencillo de es-
tos tres métodos. En la manufactura de recubrimientos en
polvo a base de epóxidos, por ejemplo, todos los ingredien-
tes tales como epoxiresinas granuladas, endurecedor o agen-
30 te de curado, pigmentos y aditivos se cargan en un molino



1 de bolas forrado de cerámica. Para pulverizar los materia-
les suelen utilizarse medios de pulverizado cerámicos de
distintos tamaños y formas durante diez a quince horas has-
ta producir una mezcla. Se pueden utilizar otros tipos de mo
5 lienda a bolas para obtener una mezcla similar en un tiempo
más corto. Este método, sin embargo, no proporciona una bue
na dispersión de pigmentos y otros aditivos, dando por re-
sultado así polvos que se curan para llegar a recubrimien-
tos de excepcionalmente poco brillo y opacos. Además un pro
10 cedimiento como éste no permite una igualación satisfactoria
de color y matiz del recubrimiento.

En el mezclado con hojas en Z, se calienta pri-
mero la resina en un mezclador de hojas en Z hasta por lo
menos su punto de fusión y cuando está fundida se añaden
15 lentamente los demás ingredientes excepto el agente de cura
do. En general, la dispersión requiere casi 6 horas, des-
pués de las cuales se reduce la temperatura del mezclador
de hojas en Z y se añade el agente de curado. Tan pronto co
mo el agente de curado se ha mezclado adecuadamente, se en-
20 fría la masa fundida, se pulveriza y se clasifica. Las com
posiciones obtenidas según este procedimiento generalmente
conducen a recubrimientos que tienen una dispersión del pig
mento y brillo inadecuados para el acabado último de auto-
móviles. Lo mismo que ocurre con el procedimiento de la mo
25 lienda a bolas, también es difícil obtener igualación ade-
cuada de color y matiz con este procedimiento. Además, como
se trata de un procedimiento discontinuo, el molino ha de
limpiarse cuidadosamente después de cada marcha de opera-
ción a consecuencia de las incrustaciones de material sen-
30 sible al calor.



1 En el método de extrusión, la resina empleada
se mezcla con los demás ingredientes en un mezclador a ele-
vada velocidad y luego se suministra la mezcla a un extru-
sor calentado. El material extruido se enfría, pulveriza y
5 clasifica. Aunque los recubrimientos obtenidos por este pro-
cedimiento son, por lo general, de mejor calidad que los ob-
tenidos a partir de polvos hechos según los métodos anterio-
res, presentan, como los otros, falta de flexibilidad en la
capacidad de igualación de color y matiz. Otra desventaja
10 de este procedimiento deriva del hecho de que el pigmento
se dispersa por extrusión, con lo que se tienen velocida-
des de extrusión más bajas y un posible entrecruzamiento
prematureo debido a los tiempos más largos de permanencia a
temperaturas elevadas. Este reticulamiento prematuro lle-
15 va a un polvo que da lugar a recubrimientos con imperfeccio-
nes superficiales y poco brillo.

 A causa de las patentes ventajas de los recubri-
mientos en polvo desde el punto de vista de ecología, salud
y seguridad, es deseable la producción de polvos que formen
20 recubrimientos comercialmente aceptables como recubrimien-
tos de superficie de artículos manufacturados tales como au-
tomóviles. Según esto, es objeto de esta invención desarro-
llar un procedimiento de preparación de composiciones de
polvo termofijables que, al ser calentadas a una temperatu-
25 ra adecuada sobre un sustrato, forman recubrimientos que
presentan brillo, durabilidad al exterior, adherencia y re-
sistencia al impacto buenos. Es otro objeto de esta inven-
ción preparar una composición de pintura en polvo de tal ma-
30 nera que el polvo pueda igualarse en color y matiz frente a
patrones antes de su aplicación a una superficie.



1

BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION

Los objetos anteriores se alcanzan, según esta invención, por un procedimiento de preparación de composiciones en polvo de una cierta composición, procedimiento que comprende:

5

(A) introducción de una composición de pintura líquida que comprende una solución de

10

(1) un copolímero que contiene grupos funcionales reticulables y preferiblemente que tengan una temperatura de transición vítrea (T_g) en el intervalo de aproximadamente 40°C a aproximadamente 90°C y un peso molecular medio (\bar{M}_n) entre 1000 y 15.000 aproximadamente;

15

(2) pigmento; y

(3) disolvente inerte

en una zona de evaporación adaptada para calentar dicha disolución así como para evaporar dicho disolvente inerte;

20

(B) suministro de calor a la citada solución mientras pasa la misma a través de dicha zona de evaporación y mantenimiento de la temperatura dentro de la citada zona de evaporación a un nivel

25

(1) por encima del punto de fusión de dicho copolímero pero por debajo del punto en el que tiene lugar la degradación o reticulamiento de dicho copolímero

(2) por encima de la temperatura a la que dicho disolvente inerte empieza a evaporarse;

30

(C) paso de la citada solución desde la zona de evaporación a la zona de separación y, mientras se mantiene la temperatura dentro de dicha zona de separación por encima del



1 punto de fusión de dicho copolímero, evaporar dicho disol-
vente para su eliminación y permitir que los componentes no
volátiles de dicha composición de pintura, que incluye el
citado polímero, se reúnan en estado fundido;

5 (D) separación de los citados componentes no volátiles des-
de la citada zona de separación;

(E) enfriamiento de los citados componentes no volátiles
para formar un material sólido; y

10 (F) pulverización de dicho material sólido para formar un
polvo uniformemente pigmentado.

Se podrán deducir otros objetos y posibles ven-
tajas de la invención de la descripción detallada de la in-
vención cuando se lea junto con los diseños adjuntos en que
la:

15 FIGURA 1 muestra un diagrama esquemático de un
dispositivo adecuado para llevar a cabo la invención; y


FIGURA 2 muestra una vista parcial ampliada del
evaporador de placas de la Figura 1.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

20 Composiciones útiles en el Procedimiento de la Invención

Las composiciones que pueden tratarse según el
método de esta invención para preparar pinturas en polvo ter-
mofijas son composiciones líquidas de pinturas que con-
tienen todos o casi todos los ingredientes de la pintura en
25 polvo deseada disueltos en un disolvente inerte. El compo-
nente primario de la composición es un copolímero que con-
tienen grupos funcionales que pueden entrecruzarse o curar-
se por exposición a temperatura elevada. Resultan útiles
tanto los copolímeros que se reticulan con un agente de
30 reticulación como los que se reticulan sin necesidad

20 AGO. 1954



1 de agente de reticulación. Preferiblemente los copolí-
meros de las composiciones de pintura líquidas útiles en es-
te procedimiento tienen una temperatura de transición ví-
5 trea (T_g) en el intervalo de 40°C a 90°C y un peso molecu-
lar medio (\bar{M}_n) entre 1000 y 15.000. Más particularmente, el
copolímero preferido deberá tener un peso molecular entre
aproximadamente 2000 y aproximadamente 8500. Una temperatu-
ra de transición vítrea que se prefiere para el copolímero
está en el intervalo de 50° a 80°C con un peso molecular
10 (\bar{M}_n) en el intervalo de 3000 a 6500. La temperatura de tran-
sición vítrea especialmente preferida es, sin embargo, de
60°C a 70°C con un peso molecular (\bar{M}_n) en el intervalo de
3000 a 4000.

15 Además en la solución del copolímero debe dis-
persarse un pigmento para obtener el deseado color en la
composición líquida. Al dispersar la deseada pigmentación
antes de separar el disolvente, de acuerdo con el procedi-
miento, es posible conseguir una condición de polvos para
20 una igualación uniforme y precisa de color y matiz con pin-
turas anteriores. El líquido pigmentado puede pulverizarse
así, o aplicarse de otra forma, sobre paneles de ensayo y
compararse con paneles patrón para igualación de color y ma-
tiz, según los procedimientos conocidos por los especialis-
tas en la técnica de igualación de color de pinturas líquidas.
25 Si la igualación no está conseguida, se puede disper-
sar, fácilmente, pigmento adicional con cuidado en la compo-
sición líquida. La inclusión y dispersión uniforme de pig-
mento en una composición de pintura líquida que ha de con-
vertirse en último lugar en una pintura en polvo representa
30 así una significativa ventaja del procedimiento de esta in-

1 vención.

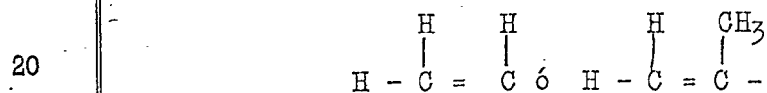
Además del copolímero y pigmento, la solución del copolímero puede incluir un agente de control de fluencia. Tales agentes de control de fluencia deberán tener un peso molecular (\bar{M}_n) por encima de 100. Preferiblemente, sin embargo, el peso molecular (\bar{M}_n) deberá ser por encima de aproximadamente 1000 y más preferiblemente entre aproximadamente 6000 y 20.000. Todavía pueden disolverse o dispersarse además en la solución de copolímero un agente de entrecruzamiento para dicho copolímero así como diversos otros aditivos tales como catalizadores y agentes antiestáticos. Estos materiales pueden, naturalmente, mezclarse con polvo pigmentado uniformemente después del tratamiento según la invención, si se desea. Sin embargo, la calidad del recubrimiento obtenido de las pinturas en polvo es generalmente superior si estos materiales se dispersan en la composición de pintura líquida antes del tratamiento. La razón para la superioridad de los resultados es que el proceso de la invención efectúa una dispersión mucho más cuidadosa y uniforme de estos aditivos en el polvo que la que puede efectuarse por mezclado subsiguiente.

Un ejemplo de composición que puede dispersarse o disolverse en disolvente inerte y ser tratada de acuerdo con el método de esta invención para formar una composición de pintura en polvo es la descrita en la Patente U.S. Nº 3.730.930 3.758.635; 3781.379; 3.787.520; 3.758.633; 3.758.634; 3.781.380; 3.758.632; 3.752.870 y 3.787.340 y en la solicitud U.S. número de serie 172.223, solicitada el 16 de agosto, 1.971, y ahora abandonada. La Patente y las solicitudes pendientes describen y reivindican composiciones de pintura en pol

1 vo, cuya química se prefiere para los polvos producidos por
el método de la presente invención. Como antes se ha señala
do, las composiciones de pintura líquida que se tratan se-
5 gún la invención, incluyen todos o casi todos los componen-
tes de la deseada pintura en polvo. Así pues, la química se
ñalada en las patentes y solicitud mencionadas antes se apli-
ca lo mismo a las composiciones líquidas de esta invención,
siendo la única diferencia la inclusión en esta invención
del disolvente inerte que al final se elimina. Aunque la ma-
10 teria objeto de esta Patente y Solicitudes se discute poco
después, las descripciones completan de la Patente y soli-
citudes se incorporan aquí como referencia.

15 Los copolímeros señalados en las Patentes y soli-
citud antes señaladas y los que son preferidos para la ob-
tención de las pinturas en polvo según esta invención están
formados preferiblemente de monómeros acrílicos.

El término monómero acrílico tal como se emplea
aquí se refiere a un monómero que tiene un grupo terminal



Entre los copolímeros representativos de los que
se entrelazan sin necesidad de agente de entrecruzamiento
están los descritos en las Patentes núms. 3.758.632 y
3.787.340. El copolímero de la Patente nº 3.787.340 tiene
25 un peso molecular (\bar{M}_n) entre 2000 y 15.000 aproximadamente
y puede contener, por ejemplo, (a) monómeros con insatura-
ción etilénica que contienen cantidades aproximadamente es-
tequimétricas de grupos funcionales hidróxilo y grupos fun-
cionales carboxilo, y (b) monómeros con insaturación etilénica
30 ca que no contienen grupos funcionales. El copolímero debe con

1 tener de aproximadamente 8% en peso a aproximadamente 25% en
peso del monómero que suministra el grupo funcional hidroxilo
al copolímero y entre aproximadamente 5% en peso y apro-
ximadamente 20% en peso del monómero que suministra la fun-
5 ción carboxilo. El copolímero de la patente número 3.758.632
tiene un peso molecular (M_n) entre 3000 y aproximadamente
10.000 y puede contener, por ejemplo, (a) cantidades aproxi-
madamente estequiométricas de monómeros funcionales con insa-
turación etilénica, uno que lleva grupos funcionales epóxido
10 y el otro que lleva grupos funcionales anhídrido y (b) monó-
meros con insaturación etilénica que no contienen grupos fun-
cionales. El monómero que proporciona los grupos funciona-
les epóxido deberá estar presente en una cantidad de 2-12%
en peso del copolímero y el monómero que suministra los gru-
15 pos funcionales anhídrido deberá estar presente en la canti-
dad de 2-8% en peso del copolímero.

Todas las demás descripciones, excepto la nº de
serie 172.226, se refieren a copolímeros de metacrilato de
glicidilo o acrilato de glicidilo y otros diversos monóme-
20 ros no saturados sin funcionalidad. Los monómeros de fun-
ción epóxido en los copolímeros deberán estar presentes en
la cantidad de aproximadamente 8 a aproximadamente 30 por
ciento en peso y los copolímeros deberán tener un peso mo-
lecular (M_n) entre aproximadamente 2500 y aproximadamente
25 8.500. Los monómeros con insaturación etilénica sin funcio-
nalidad incluyen monómero tales como metacrilato de metilo,
metacrilato de butilo, acrilato de butilo, acrilato de eti-
lo, acrilato de 2-etilhexilo, estireno, alfa-metilestireno,
acrilonitrilo y metacrilonitrilo.

30 En la Patente y solicitudes antes mencionados se

1 señalan diversos agentes de reticulación útiles para el cu-
rado de tales copolímeros de función epóxido y, en una bre-
ve enumeración, incluyen: ácidos dicarboxílicos alifáticos,
5 saturados, de cadena recta; una mezcla de ácidos dicarboxí-
licos saturados alifáticos de cadena recta y ácidos monocar-
boxílicos alifáticos saturados de cadena recta; difenoles
que tienen pesos moleculares en el intervalo de 110 a 550;
poliesteres terminados en carboxilo o epoxiesteres; resinas
10 terminadas en hidroxilos fenólicos; anhídridos de ácidos
dicarboxílicos; y diversos compuestos que contienen átomos
de nitrógeno terciarios.

La Patente U.S. nº 3.758.633 describe un copolíme-
ro que contiene monómeros funcionales carboxílicos y otros
monómeros saturados sin grupos funcionales tales como los
15 anteriores, estando el copolímero reticulado con un compues-
to funcional epóxido.

Naturalmente, hay que hacer notar que los detalles
con respecto a cada uno de los polímeros discutidos antes
se señalan en las diversas patentes y aplicaciones menciona-
20 das antes. La cantidad de agente de entrecruzamiento que se
mezcla con una cantidad dada de copolímero es, en general,
la suficiente para proporcionar de 0,8 a 1,1 grupos funcio-
nales de entrecruzamiento en el copolímero. En cualquier
caso, las cantidades necesarias para conseguir un buen en-
25 trecruzamiento se señalan en cada una de las solicitudes y
en la patente.

Los agentes de control de fluencia señalados en las
anteriores patentes y solicitudes pueden ser polímeros acrí-
licos que tienen una temperatura de transición vítrea por
30 debajo de la temperatura de transición vítrea del copo



1 límero de la mezcla. Entre los polímeros acrílicos preferi-
dos que pueden utilizarse para el agente de control de
fluencia están poli(acrilato de laurilo), poli(acrilato de
5 butilo), poli(acrilato de 2-etilhexilo), poli(metacrilato
de laurilo) y poli(metacrilato de isodécilo). El agente de
control de fluencia puede ser también un polímero fluorado
que tiene una tensión superficial, a la temperatura de hor-
neado del polvo, más bajo que la del copolímero utilizado
10 en la mezcla. Por supuesto, pueden también emplearse otros
agentes de control de fluencia que exhiben las anteriores
características de tensión superficial y que son conocidos
por los especialistas en estas técnicas.

15 En general, el pigmento constituye de aproxima-
damente 3 a aproximadamente 45% en peso de un recubrimiento
de polvo. Los pigmentos descritos en la patente y aplicacio-
nes señaladas antes que resultan adecuados incluyen, aunque
no se limitan a ellos, los siguientes: silicocromato de plo-
mo básico (naranja); dióxido de titanio (blanco); dióxido
de titanio más azul ultramar (azul); azul de ftalocianina
20 más dióxido de titanio (azul); verde de ftalocianina más
dióxido de titanio (verde); amarillo de ferrita más dióxido
de titanio (amarillo); negro de humo (negro); negro de óxi-
do de hierro (negro); óxido verde de cromo más dióxido de
titanio (verde); rojo quindo más dióxido de titanio (rojo);
25 y pigmento naranja transparente de óxido de hierro (naran-
ja). Los diversos pigmentos se introducen, por lo general,
en soluciones de pintura líquida como bases de molido que
contienen cantidades concentradas de los pigmentos disper-
sos en un disolvente inerte según los procedimientos bien co-
30 nocidos en la técnica de preparación de composiciones de pin-



1 tura líquidas.

Los diversos tipos de copolímeros útiles para la obtención de las composiciones líquidas de pinturas que pueden ser reducidas a polvos de acuerdo con el procedimiento de esta invención pueden obtenerse por diversidad de técnicas conocidas en la especialidad, que incluyen: polimerización en solución, polimerización en emulsión, polimerización en suspensión, polimerización en bloque, etc. Sin embargo, se prefieren las técnicas de polimerización en solución sobre todo porque conducen por sí mismas a la más expeditiva producción de polvos según esta invención. Si se emplea la polimerización en solución solamente es necesaria la adición de los diversos aditivos tales como agentes de control de fluencia, agentes de reticulación, selecciones de pigmento, etc., directamente a la solución del copolímero a continuación de la polimerización. Esta solución se puede tratar directamente entonces de acuerdo con el procedimiento previamente discutido. Esto contrasta con el empleo de polímeros formados por otras técnicas de polimerización que requieren la recuperación del copolímero y subsiguiente disolución en un disolvente adecuado. Por supuesto esto tiene como consecuencia que las bases molidas del pigmento utilizadas para colorear las composiciones líquidas de pinturas se puedan preparar más eficazmente si el copolímero se obtiene inicialmente en solución. Además es más fácil preparar los copolímeros de bajo peso molecular útiles en los recubrimientos de polvos por las técnicas de polimerización en solución. Para llevar a cabo tal polimerización en solución se pueden utilizar numerosos disolventes inertes bien conocidos de los especialistas en estas técnicas.

5

10

15

20

25

30



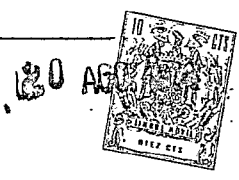
20 HU

1 Entre los disolventes adecuados, están benceno, tolueno, xi
leno, n-butilalcohol, iso-butilalcohol, sec-butilalcohol,
acetato de isobutilo, acetato de n-butilo, metil-etil-ceto
5 na, dietilcetona, metil-isobutil-cetona y metil-n-propilce
tona.

Método de tratamiento de composiciones
según la Invención

10 Según el método de esta invención, la composi-
ción líquida de pintura, que comprende preferiblemente por
lo menos un copolímero que contiene grupos funcionales |
reticulables como ya se ha definido, un pigmento, y un agen
te de control de fluencia dispersos en un disolvente iner-
te, se introduce en un dispositivo para transformar la pin-
tura líquida en un polvo. Un ejemplo de aparato de los mu-
chos tipos de sistemas de evaporación y separación que pue-
15 den utilizarse para llevar a cabo el procedimiento de esta
invención es el descrito por la Patente U.S. nº 3.073.380.
La Figura 1 es un diagrama que muestra un aparato adecuado
para llevar a cabo el procedimiento e incluye medios de eva-
poración y separación de la patente anterior. Aunque des-
20 pués se discuten con mayor detalle las secciones de evapora-
ción y separación del aparato, la descripción se incorpora
aquí como referencia. Ha de hacerse notar, por supuesto,
que esta descripción se incluye únicamente como un ejemplo
de un tipo de aparato que puede ser utilizado y que no in-
25 tenta ser limitativa.

30 Con referencia ahora a la Figura 1, de acuerdo
con la invención se carga la composición de pintura líquida
en un mezclador de pintura, indicado así, y allí se agita
para mantener una dispersión completa y uniforme del pig-



1 mento y los demás aditivos en la composición líquida. Desde
este mezclador se lleva la composición líquida a una unidad
de almacenado a través de una válvula de flotación, que no
aparece en la figura, manteniéndose unicamente la cantidad
5 de composición suficiente, en la unidad de almacenado, ne-
cesaria para permitir un suministro continuo del material
al resto del aparato. Desde la unidad de almacenado se pasa
la composición líquida, a través de la tubería de alimenta-
ción 2, con una bomba 4 de desplazamiento positivo a veloci-
10 dad variable a una zona de evaporación a una velocidad que
varía, preferiblemente, entre aproximadamente 90,6 kg y
226,5 kg (200-500 libras) por hora, siendo la velocidad de
alimentación preferida 181,2 kg por hora (400 libras por ho-
ra). Cuando la composición de pintura líquida es transporta-
15 da de la unidad de almacenado por la bomba de velocidad va-
riable 4, puede pasar a través de un filtro, que no aparece
en la figura, para eliminar cualquier material extraño.

Después de pasar a través de la bomba 4, el lí-
quido se transporta a través de la tubería 6 a la zona de
20 evaporación que puede constar de un evaporador de placas co-
mo se indica, en forma general, en 8. Mientras la composi-
ción líquida, está en el evaporador de placas, el disolvente
inerte y otras impurezas volátiles son evaporados al pasar
la composición entre las placas que forman un camino tortuo-
25 so. El material pasa a través del evaporador como una mezcla
homogénea de los vapores de los componentes volátiles y par-
tículas dispersas del polímero fundido.

El evaporador de placas, cuya disposición de pla-
cas se muestra en la Figura 2 en vista parcial en sección
30 transversal, comprende una serie de placas 10 que van colo-



1 cadas con una cierta relación de espaciado por empaquetadu-
ras 12. Las placas forman una unidad compacta en el marco
14 por un medio de compresión 16 que comprime las placas
5 de las placas separadas por empaquetaduras define una serie
de espacios entre ellas de manera que alternan pasos de ma-
terial y de medio de calefacción. La primera placa de un
par que forma un paso de material tiene una puerta de entra-
da 18, y la segunda placa tiene una puerta de salida 20.
10 Con el empleo de las empaquetaduras 12, se constituyen espa-
cios alternados para el flujo del medio de calefacción, tal
como vapor sobrecalentado, o similar, que se utiliza para
efectuar la calefacción de las paredes de los espacios que
forman el paso del material. La puerta de salida en la últi-
15 ma placa lleva a la salida 22 que se conecta con la línea
24 que transporta el producto a la zona de separación que
puede llevar un separador cónico indicado en líneas genera-
les en 26.

20 Como ya se ha señalado, los pasajes alternados
del evaporador proporcionan un camino para un medio de cale-
facción, tal como vapor sobrecalentado u otro medio de ca-
lefacción que depende de la temperatura requerida en el eva-
porador, de manera que la composición de pintura líquida
25 que pasa a través de los restantes pasajes alternados se
puede calentar a la temperatura necesaria para efectuar la
deseada evaporación de componentes volátiles. El medio de
calefacción se suministra al cambiador de calor de placas
de evaporación de una fuente, que no se presenta en la fi-
gura, y se recicla continuamente desde el cambiador de ca-
30 lor de placas de evaporación a un calentador para mantener



1 la necesaria temperatura. El medio de calefacción deberá es
tar a una temperatura tal que sirva para calentar la compo-
sición de pintura líquida hasta un nivel de temperatura de
5 (1) por encima de la temperatura a la que empieza a evapo-
rarse el disolvente inerte de la composición de pintura lí-
quida; (2) por encima del punto de fusión del copolímero,
pero por debajo del punto en el que tiene lugar la degrada-
ción del copolímero; y (3) por debajo de la temperatura a
10 la que tiene lugar la reticulación del polímero. Por su
puesto, a los especialistas les será fácil ver las tempera-
turas a las que las diferentes composiciones líquidas de
pintura pueden tratarse según este método, considerando el
copolímero particular empleado, el disolvente inerte parti-
15 cular en el cual se dispersa el copolímero, el particular
agente de reticulación, etc. En sentido amplio, las com-
posiciones líquidas de pintura, dentro de la esfera de esta
invención, pueden tratarse a un intervalo de temperatura en-
tre aproximadamente 60° y 315,6° C (140° y 600° F). Sin em-
20 bargo, la temperatura dentro de la zona de evaporación se
mantiene, preferiblemente, dentro del intervalo entre 121,1° C
y 200° C aproximadamente (250-395° F).

En el funcionamiento, el evaporador térmico par-
25 ticular, presentado en el dibujo, está distribuido en los
llamados pasos de material donde una empaquetadura, manteni-
da entre la cara en contracorriente de una placa y las ca-
ras a favor de la corriente de la placa precedente, guía la
composición de pintura líquida y genera vapor de los compo-
nentes volátiles de la misma desde una abertura de entrada
en un extremo de una placa a una abertura de descarga en el
30 extremo opuesto de la placa adyacente a favor de la corrien-



1 te. Un "paso de calefacción" se presenta donde la empaqueta
dura se mantiene entre la cara en contracorriente de una
placa y la cara a favor de la corriente de la siguiente pla
ca adyacente y guía el medio de calefacción entre una aber
5 tura de entrada en un extremo de una placa a una abertura
de salida en otro extremo de la siguiente placa. De esta
forma, el paso de material lleva aplicado el calor sobre el
lado opuesto de cada una de las dos placas que limitan con
él lo que da una relación extremadamente buena de la super
10 ficie de transferencia de calor a la masa del material en
tratamiento. Rapidamente se induce la corriente turbulenta
de la composición de pintura líquida por su paso a través
del área de sección transversal extremadamente pequeña del
pasaje cuando entra en contacto con la superficie relativa
15 mente grande a través de la cual pasa el calor. En estas
condiciones la excelente transmisión de calor hace que la
temperatura del material se eleve rápidamente a un punto en
el cual haya una generación de vapor. Tienen lugar cambios
bruscos sucesivos en la dirección de la corriente cuando la
20 composición de la pintura líquida, que comprende ahora una
mezcla del material resinoso fundido y de vapor disolvente
inerte, pasa desde un paso de material al paso de material
siguiente. Los cambios en la dirección, junto con la velo
25 cidad que se mantiene por control de la sección transversal
del pasaje y la generación de vapor, mantienen el vapor en
mezcla íntima con los componentes de polímero fundido en to
do momento mientras el material está dentro de la zona de
calefacción o evaporación. Esta velocidad y turbulencia ase
30 guran un buen intercambio de calor y originan un elevado
grado de volatilización, así como una mezcla completa y uni



1 forme de todos los componentes no volátiles de la composi-
ción de pintura. La turbulencia inhibe, asimismo, casi por
completo, el depósito de los materiales sólidos de la forma
que normalmente tiene lugar de la evaporación de un mate-
5 rial delicado sobre una superficie caliente.

La mezcla homogénea de componentes volátiles y
componentes de polímero fundidos en combinación con los
otros diversos aditivos de la composición de pintura pasa a
través de la línea 24 a un separador cónico 26 como se indi-
10 có antes. El separador cónico se mantiene a una temperatu-
ra tal que el material que está allí se mantiene a una tem-
peratura por encima del punto de fusión de los componentes
no volátiles y por encima de la temperatura de volatiliza-
ción del disolvente. El separador cónico se calienta por
15 una camisa que no aparece en la figura. El separador se man-
tiene también a una presión reducida entre aproximadamente
10 y aproximadamente 500 mm de Hg, preferiblemente entre 20
y 30 mm de Hg aproximadamente por la bomba de vacío 30. Des-
de la tubería 24 al evaporador de placas se mantiene un ré-
20 gimen abierto, manteniéndose también una presión reducida
dentro del evaporador de placas 8. Esta presión reducida
aumenta la velocidad con que el material puede pasar a tra-
vés de la zona de evaporación y al mismo tiempo hace más
completa la vaporización de los componentes volátiles. Los
25 componentes volátiles de la composición de pintura líquidas
se sacan del separador a través de la línea 28 y se conden-
san en el refrigerante, como se ha indicado, antes de pasar
a un receptor de disolvente. Los componentes no volátiles
de la composición líquida de pintura se acumulan entonces
30 en el fondo del separador donde se mantienen en un estado



1 fundido debido al suministro de calor al separador.

Desde el separador se lleva la mezcla de polímero fundida por medio de una bomba 34 de velocidad variable a través de la línea 32. El material es transportado a través de los rodillos de distribución 36 sobre una cinta refrigerada 38 donde se enfría el polímero por debajo de su punto de fusión y forma un material laminado sólido. El material que cae por el extremo de la cinta refrigerada se rompe con una cuchilla, que no aparece en la figura, y cae sobre un transportador 42. El transportador 42 lleva el material a una tolva 44 a través de la cual cae en un pulverizador 46. El pulverizador 46 muele el material al tamaño apropiado para su utilización como una pintura en polvo, por ejemplo, en el intervalo entre aproximadamente 100 y 400 mallas, y el polvo se transporta por vacío a los depósitos de recogida 48. Desde los depósitos de recogida 48 pasa el material a través del tamiz 50 para su clasificación por tamaños de partícula y se transporta luego a una estación de pesada 52.

20 Hay que hacer notar que, como se ha indicado antes, queda dentro del marco de esta invención emplear otros dispositivos que comprendan las mismas etapas de la evaporación y separación de los diversos componentes de la composición de pintura líquida. También se tendrá en cuenta que diversas composiciones de pintura líquida distintas de las definidas específicamente en la anterior descripción detallada pueden tratarse según esta invención. Entre tales composiciones se incluyen las que contienen epóxidos y poliésteres como copolímero así como otros copolímeros conocidos por su utilidad para obtener pinturas en polvo. Además hay

1 que entender que los siguientes ejemplos específicos se presentan como ilustrativos pero no limitativos.

Ejemplo I

5 Se prepara una composición de pintura en polvo de la forma señalada a continuación:

Preparación de una Solución de Resina A

10 Se añaden 100 partes en peso de tolueno a un matraz de reacción equipado con agitador, termómetro, refrigerante de agua y embudo de adición de monómero y se calienta a la temperatura de reflujo de aproximadamente 110°C. Se añade
15 gota a gota una mezcla de 45 partes en peso de metacrilato de metilo, 40 partes en peso de metacrilato de butilo 15 partes en peso de acrilato de glicidilo, y 3 partes en peso de peroxoato de t-butilo a través del embudo de adición de monómero durante un periodo de aproximadamente 3 horas mientras se agita y se mantiene la temperatura en el reflujo. Se
20 continua después refluendo durante 3 horas más después de las cuales el monómero se ha convertido prácticamente por completo en polímero. La solución de resina resultante tiene una viscosidad de burbuja Gardner Holdt de F a H 25°C.

Preparación de base molida de pigmento

25 Se prepara una base molida de pigmento dióxido de titanio por pulverización con arena de 60 partes en peso de dióxido de titanio, 30 partes en peso de solución de Resina A y 10 partes en peso de tolueno a una finura Hegman de 7,5.

Preparación de solución de pintura

30 Se prepara una solución de pintura blanca por mezcla de 45 partes en peso de la base molida de pigmento de dióxido de titanio con 57 partes en peso de Solución de



1 Resina A y 0,3 partes de poli(acrilato de laurilo) ($M_n =$
10.000) agitando al mismo tiempo durante 20 minutos.

5 Se lleva esta solución de pintura blanca al ma
tiz deseado de blanco con trazas de la base molida del pig-
mento coloreado por aplicaciones repetidas a los paneles de
ensayo.

Preparación de polvo

10 La anterior solución de pintura se lleva a un
depósito de alimentación donde se mueve continuamente con
un agitador. Se lleva luego la solución, a través de una tu
bería de alimentación, con una bomba de desplazamiento posi
tivo de velocidad variable a una velocidad de 181,2 kg por
hora (400 libras) a un cambiador de calor de placas que se
calienta con vapor sobrecalentado a $9,8 \text{ kg cm}^{-2}$ (140 psi)
15 manteniéndose así una temperatura de 171° a $176,7^{\circ}\text{C}$ ($340-$
 350°F). Los componentes volátiles de la solución de pintura
que constan de tolueno y pequeñas cantidades de impurezas y
monómeros sin reaccionar, se evaporan en el cambiador de ca
lor de placas para formar una doble corriente fluida de una
20 fase continua de vapor sobrecalentado de los componentes vo
látiles y una fase discontinua de los componentes no volá
tiles de la solución de pintura. Los componentes no voláti
les de la solución de pintura están suspendidos en la fase
vapor y están expuestos continuamente a una nueva superfi
25 cie calentada dando lugar a un líquido que se concentra pro
gresivamente.

30 La mezcla de componentes volátiles y no voláti
les pasa desde el cambiador de calor de placas al interior
de un separador cónico que se calienta por el mismo vapor
sobrecalentado de antes que fluye a través de una camisa



1 que rodea al separador. El separador se mantiene también a
una presión de aproximadamente 30 mm de Hg. Los componentes
volátiles de la mezcla se condensan en un refrigerante de
agua y se recogen en un depósito receptor. Los componentes
5 no volátiles o producto gotean por gravedad al fondo del
separador en forma fundida. Este polímero fundido se bom-
bea entonces a una cinta refrigerada equipada con un rodi-
llo de distribución para un enfriamiento rápido a forma só-
lida. El producto sólido se saca de la cinta refrigerada
10 por una cuchilla y se deposita en un depósito de producto
desde donde se transporta a un pulverizador para molido.
Después de la molienda, el polvo pigmentado uniformemente
se carga en un molino de bolas y se le añaden 3,5 partes en
peso de ácido azelaico.

15 Recubrimiento de sustratos

Después de mezclar cuidadosamente el agente de
reticulación y el polvo pigmentado, se pulveriza la com-
posición de pintura en polvo sobre paneles de acero sometidos
a un campo eléctrico utilizando una pistola de pulveri-
20 zación electrostática de polvo que trabaja a una tensión
de carga de 50 KV. Después de la pulverización se calienta
el panel a 175°C durante 20 minutos. La pintura exhibe una
buena dureabilidad al exterior, adherencia, resistencia al
impacto y excelente capacidad de igualación de color. La
25 misma composición presenta también una buena adherencia so-
bre paneles de vidrio, latón, zinc, aluminio, cobre y bron-
ce.

Ejemplo II

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo I con la
excepción de que se añade el agente de entrecruzamiento a



1 la solución de pintura antes de la introducción de la misma
en el cambiador de calor de placas. Se disuelven 3,5 partes
de ácido azelaico en metanol y se añade esta solución a la
solución de pintura que contiene el pigmento, el agente de
5 control de flujo y el copolímero.

La composición de pintura en polvo preparada de
esta solución de pintura se trata de igual manera que en el
Ejemplo I, se pulveriza y clasifica por tamaño de partículas.
Se aplica el polvo electrostáticamente como antes a varios
10 paneles de pruebas. Los recubrimientos exhiben buena durabi-
lidad al exterior, adherencia, resistencia al impacto y ca-
pacidad de igualación de color.

Ejemplo III

Se prepara una composición de pintura en polvo
15 de la manera señalada a continuación:

Preparación de Solución de Resina A

Se carga un matraz de reacción equipado con un
agitador, termómetro, refrigerante de agua y embudo de adi-
ción de monómero, con 100 partes en peso de metiletiletona
20 y se calienta a la temperatura de reflujo de aproximadamente
80°C. Se añade, gota a gota, por el embudo de adición de mo-
nómero, una mezcla de 42 partes en peso de metacrilato de me-
tilo, 18 partes en peso de acrilato de glicidilo, 40 partes
en peso de metacrilato de butilo y 3 partes en peso de pe-
25 roctoato de t-butilo, a lo largo de un periodo de aproxima-
damente 3 horas mientras se agita y se mantiene el disolven-
te a reflujo. Se continúa refluendo otras tres horas más,
después de las cuales los monómeros se han convertido prac-
ticamente por completo en polímero.

30



1 Preparación de base molida de pigmento

Se prepara una base molida de pigmento de dióxido de titanio por dispersión de 60 partes en peso de dióxido de titanio, 30 partes en peso de Solución de Resina A y 10 partes en peso de metiletilcetona.

5 Se prepara una base molida pastel por dispersión de 10 partes en peso de óxido verde de cromo con 70 partes de Solución de Resina A y 20 partes de metiletilcetona.

Preparación de solución de pintura

10 Se prepara una solución de pintura verde pastel mezclando 17,8 partes en peso de base molida de pigmento de dióxido de titanio con 69,1 partes en peso de Solución de Resina A, 2,7 partes de base molida de óxido verde de cromo y 0,3 partes de poli(acrilato de laurilo) ($M_n = 10.000$) con 15 agitación durante 20 minutos.

La solución de pintura verde se aplica sobre paneles de ensayo y el color se iguala al matiz deseado de verde con trazas de la base molida.

Preparación de Polvo

20 Se lleva la solución de pintura anterior a través de un evaporador de placas como el descrito en el Ejemplo I a una velocidad de 181,2 kg por hora. La temperatura en el evaporador térmico de placas se mantiene a aproximadamente 121,1°C (250°F). La mezcla de vapor y componentes 25 no volátiles se lleva entonces a un separador cónico que se mantiene a una presión de 60 mm de Hg donde se separa el vapor del disolvente y se deja acumular el polímero fundido en el fondo del separador. El polímero fundido se enfría entonces y se pulveriza como en el Ejemplo I

30 Después de la etapa de pulverización el polvo



1

Ejemplo V

Se prepara una composición de pintura en polvo de la manera señalada a continuación:

5

Se prepara una mezcla de monómeros que tiene la siguiente composición: metacrilato de glicidilo 15% en peso, acrilato de butilo 20% en peso y metacrilato de metilo 65% en peso. Se disuelve 4% en peso de un catalizador 2,2'-azobis-(2-metil-propionitrilo) (AIBN) en la mezcla de monómeros. Se añade lentamente la mezcla a tolueno a reflujo (100 partes) que se agita vigorosamente en atmósfera de nitrógeno. Se dispone un refrigerante en la parte alta de la vasija que contiene el tolueno para condensar los vapores de tolueno y hacerlos volver a la vasija. Se añade la mezcla de monómeros a través de una válvula de regulación y se controla la velocidad de adición para mantener una temperatura de reflujo con una pequeña fracción de calor, solamente, suministrada de un calentador externo. Después de completa la adición de mezcla de monómeros, se mantiene el reflujo por calor externo durante tres horas más. El polímero tiene una temperatura de transición vítrea de 65°C y un peso molecular (\bar{M}_n) de 3.000.

10

15

20

Preparación de la base molida

25

Se prepara una base molida de pigmento de dióxido de titanio por triturado con arena de 60 partes de dióxido de titanio, 30 partes de la anterior solución de resina y 10 partes de tolueno.

30

Se prepara una base molida azul por trituración con arena de 10 partes de pigmento de ftalocianina azul con 70 partes de solución de resina y 20 partes de tolueno.



1 Preparación de Solución de Pintura

5 Se prepara una solución de pintura azul pastel por mezcla de 17,8 partes en peso de base molida de pigmento de dióxido de titanio con 69,1 partes de la solución de resina, 2,7 partes de la base molida azul, 0,038 de trietilendiamina, 0,019 partes de cloruro de tetraetilamonio y 0,76 partes de poli(metacrilato de laurilo) ($M_n = 6.000$).

Preparación de Polvo

10 Se lleva la solución de pintura antes preparada a través de un evaporador y separador como en el Ejemplo I. El polímero fundido se enfría, pulveriza y se muele con bolas con 3,54 partes de ácido subérico.

Recubrimiento de sustratos

15 La composición de polvos anterior se pulveriza electrostáticamente sobre varios sustratos como en el Ejemplo I y se cura por calor a 150°C durante 15 minutos. El recubrimiento obtenido tiene buena adherencia sobre acero, vidrio, latón, zinc, aluminio, cobre y bronce. Los recubrimientos exhiben así mismo buena resistencia al impacto y excelente capacidad de igualación de color.

Ejemplo VI

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo V con la excepción de que el agente de reticulación se añade a la solución de pintura antes de introducir la misma en el cambiador de calor de placas. La composición de pintura en polvo preparada a partir de esta solución de pintura se trata de la misma manera que en el Ejemplo I, se pulveriza y se clasifica por tamaño de partículas. Después de la igualación de color frente a paneles de ensayo patrón, se aplican los polvos a varios sustratos y se calientan a 150°C du-

25

30



1 rante 15 minutos.

Ejemplo VII

5 Se prepara una composición de pintura en polvo como sigue: Se prepara una mezcla de monómeros que tienen la siguiente composición: metacrilato de glicidilo 15% en peso, metacrilato de metilo 45% en peso y metacrilato de butilo 40% en peso. Se disuelve 3% en peso del catalizador AIBN en la mezcla de monómero, la cual se añade entonces lentamente a tolueno a reflujo y se trata de la manera fijada en el Ejemplo V para formar un copolímero que tiene una temperatura de transición vítrea de 53°C y un peso molecular (\bar{M}_n) de 4.000.

15 Se prepara una base molida de pigmento de dióxido de titanio por triturado con arena de 60 partes en peso de dióxido de titanio, 30 partes en peso de la solución de resina anterior y 10 partes en peso de tolueno.

20 Se prepara una solución de pintura blanca mezclando 45 partes en peso de base molida de pigmento dióxido de titanio con 57 partes en peso de la anterior solución de resina, 0,07 partes en peso de bromuro de tetrabutylamonio, y 0,175 partes en peso de poli(acrilato de laurilo) (\bar{M}_n 10.000). Esta solución de pintura blanca se aplica a paneles de ensayo y se iguala el color al matiz deseado de blanco con trazas de base molida de pigmento coloreado.

25 Se trata a continuación esta solución de pintura en el cambiador de calor de placas y separador discutidos en el Ejemplo I con la excepción de que se mantiene la temperatura en la zona de evaporación a 232,2°C (450°F) y la presión a 120 mm de Hg en el separador.

30 Se saca la composición de pintura fundida del



1 separador, se enfría y pulveriza para obtener un polvo pigmentado. Este polvo se carga entonces en un molino de bolas donde se mezcla cuidadosamente con 0,74 partes en peso de ácido láurico y 3,17 partes de ácido azelaico.

5 La composición de pintura en polvo que contiene agente de reticulación se aplica electrostáticamente a varios sustratos que se calientan entonces a 175°C durante 20 minutos. La composición de recubrimiento exhibe adherencia, resistencia al impacto y capacidad de igualación de color buenos.

10

Ejemplo VIII

 Se repite el procedimiento del Ejemplo VII con la excepción de que se añaden dos agentes de reticulación (ácidos laurico y azelaico) a la solución de pintura antes de la introducción de la misma en el cambiador de calor de placas que se mantiene a una temperatura de 250°C mientras el separador se mantiene a una presión de 10 mm de Hg.

15

Ejemplo IX

 Se prepara una composición de pintura en polvo de la forma señalada a continuación:

20

 En la composición de pintura de este Ejemplo se emplea el mismo polímero que el preparado en el Ejemplo VII. Se prepara una base molida de pigmento dióxido de titanio por pulverización de 60 partes de dióxido de titanio, 30 partes de la solución de resina y 10 partes de tolueno. Se prepara una base molida amarilla por trituración de 10 partes de pigmento amarillo de ferrita con 70 partes de solución de resina y 20 partes de tolueno.

25

 Se prepara una solución de pintura amarillo pastel por mezcla de 17,8 partes en peso de base molida de pig

30



1 mento dióxido de titanio con 69,1 partes de la solución de
resina, 2,7 partes de la base molida amarilla, 0,076 partes
de bromuro de tetrabutilamonio y 0,190 partes de poli(acrila
5 to de laurilo) ($M_n = 10.000$). Se aplica esta solución de pin-
tura sobre varios paneles de ensayo y se iguala el color y
matiz frente a paneles patrón.

La solución de pintura contrastada en color se
trata a continuación hasta obtenerse un polvo fino según las
técnicas de tratamiento señaladas en el Ejemplo I y se mue-
10 le con molino de bolas con 4,58 partes de Bisfenol A. El pol-
vo resultante se clasifica por tamaños de partículas y se
aplica a un panel de acero sometido a un campo eléctrico em-
pleando una pistola de pulverización electrostática de pol-
vo que funciona a una tensión de carga de 50 KV. Después de
15 la pulverización, se calienta el panel a 175°C durante 20
minutos. El recubrimiento obtenido sobre el panel tiene una
buena adherencia, resistencia al impacto y capacidad de iguala-
ción de color así como buena resistencia al tolueno, ga-
solina, butanona o metanol.

20

Ejemplo X

Se repite el procedimiento del Ejemplo IX con
la excepción de que el Bisfenol A se añade a la solución de
pintura antes de la introducción de la misma en un cambiador
de calor de placas.

25

Ejemplo XI

Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

30

Se prepara una mezcla de monómeros que tiene la
siguiente composición: metacrilato de alicidilo 15% en pe-
so, metacrilato de metilo 50% en peso y estireno 35% en pe-

1 no. Se hacen reaccionar los monómeros según el procedimiento señalado en el Ejemplo V utilizando 3% en peso del catalizador AIBN. El copolímero resultante tiene un peso molecular de 4500 y una temperatura de transición vítrea de 90°C.

5 Se prepara una base molida de pigmento de dióxido de titanio por pulverización con arena de 60 partes de dióxido de titanio, 30 partes de la anterior solución de resina y 10 partes de tolueno. Se prepara una base molida amarilla por trituración con arena de 10 partes de amarillo de ferrita con 70 partes de la solución de resina y 20 partes de tolueno.

10 Se prepara una solución de pintura amarillo pastel por mezcla de 17,8 partes de la base molida de pigmento dióxido de titanio con 69,1 partes de la solución de resina, 2,7 partes de base molida amarilla, 0,38 partes de cloruro de tetrametilamonio y 0,76 partes de poli(acrilato de 2-etilhexilo). Se contrasta el color de esta composición de pintura líquida por aplicación a paneles de ensayo y ajuste de color y matiz con pigmento adicional. Se trata entonces la solución de acuerdo con el procedimiento señalado en el Ejemplo I. El polvo fino obtenido se muele entonces con bolas con 14,9 partes en peso de un agente de entrecruzamiento terminado en carboxilo que se prepara como sigue: se cargan 500 g de Epon 1001 (equivalente epóxido 500 g) en una cápsula de acero inoxidable de 500 ml que tiene una maneta de calefacción. Se calienta la epoxiresina a 110°C. Mientras se agita la epoxiresina se añaden 194 gramos de ácido azelaico. Después de un tiempo de reacción de 30 minutos, se obtiene una mezcla homogénea. La resina de la mezcla, que está a medio reaccionar, se vierte en un recipiente de

15
20
25
30



1 aluminio y se enfría. La mezcla sólida se pulveriza para pa
sar a través de un tamiz de 100 mallas utilizando un mezcla
dor.

5 La composición de pintura en polvo preparada co
mo se ha dicho, se aplica electrostáticamente a varios sus-
tratos y se calienta a una temperatura de 170°C durante un
periodo de 30 minutos. Los recubrimientos exhiben adheren-
cia, resistencia al impacto y capacidad de igualación de co
lor buenas.

10 Ejemplo XII

Se repite el procedimiento del Ejemplo XI con
la excepción de que se añade el agente de reticulación ,
terminado en carboxilo, a la solución de pintura antes de
la introducción de la misma en el cambiador de calor de pla
cas.

15 Ejemplo XIII

Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

20 Se mezclan juntos los monómeros, metacrilato de
glicidilo 15% en peso, metacrilato de metilo 45% en peso y
metacrilato de butilo 40% en peso. Se disuelve en la mezcla
de monómeros un 3% en peso de catalizador AIBN. Se añade
25 lentamente la mezcla a alcohol sec-butílico a reflujo (100
partes) que se agita vigorosamente en atmósfera de nitróge-
no. Se dispone un refrigerante en la parte alta del reci-
piente de alcohol para condensar los vapores de alcohol y
hacerlos volver al recipiente. La mezcla de monómeros se
añade a través de una válvula de regulación y el ritmo de
adición se controla manteniendo una temperatura de reflujo
30 con sólo una pequeña fracción de calor suministrada desde



1 un calentador externo. Después que se ha completado la adi-
ción de monómero, se mantiene el reflujo con una fuente de
calor externo durante tres horas adicionales. El copolímero
obtenido según este procedimiento de polimerización en solu-
5 ción tiene una temperatura de transición vítrea de 53°C y
un peso molecular ($\bar{M}_n = 4.000$).

Se prepara una base molida de pigmento de dióxi-
do de titanio por pulverización con arena de 60 partes en
peso de dióxido de titanio, 30 partes de la anterior solu-
10 ción de resina y 10 partes en peso de alcohol sec-butílico.
Se prepara una solución de pintura por mezcla de 45 partes
en peso de la base molida de pigmento de dióxido de titanio
con 57 partes en peso de la solución de resina, 0,076 partes
de bromuro de tetrabutilamonio, y 0,175 partes de poli(acri-
15 lato de laurilo) ($\bar{M}_n = 10.000$). Se trata esta solución se-
gún el procedimiento señalado en el Ejemplo I con la excep-
ción de que se mantiene la temperatura en la zona de evapo-
ración a 87,78°C (190°F) y la presión en el separador a 25
mm de Hg. El polvo fino se muele entonces con bolas con
20 14,9 partes de un agente en reticulación terminado en
hidróxilos fenólicos como se discute en la solicitud nº de
serie 172.225.

La composición de pintura en polvo preparada se-
gún se ha dicho se aplica a varios sustratos y se calienta
25 a una temperatura de 175°C durante 20 minutos. Los recubri-
mientos presentan adherencia, resistencia al impacto y ca-
pacidad de igualación de color buenas.

Ejemplo XIV

Se repite el procedimiento del Ejemplo XIII con
30 la excepción de que se añade el agente de reticulación



1 a la solución de pintura antes de la introducción de la mis
ma en el cambiador de calor de placas.

Ejemplo XV

5 Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

Se mezclan los monómeros, metacrilato de 2-hi-
droxietilo 10% en peso, ácido metacrílico 6,7% en peso, me-
tacrilato de metilo 43,3% en peso, metacrilato de butilo
40% en peso, y se les añade 4 g de iniciador peroxipivalato
10 de t-butilo. Se cargan cien partes en peso de benceno en un
matraz de un litro que vá equipado de embudo de llave, re-
frigerante, agitador, termómetro y entrada de nitrógeno. Se
calienta el matraz a 80° para refluir el disolvente. Mien-
tras se mantiene la temperatura de reacción a 80°C, se aña-
15 de la mezcla de monómeros, gota a gota, a lo largo de un
periodo de dos horas. Después que la adición es completa,
se continua la reacción por un periodo de otras dos horas.
El contenido del matraz se enfria a la temperatura ambiente.

20 Se prepara una base molida de pigmento de dióxi-
do de titanio por mezcla de 60 partes de dióxido de tita-
nio, 30 partes de la solución anterior de resina y 10 par-
tes de benceno. Se prepara una base molida verde por mez-
cla de 10 partes de pigmento verde de ftalocianina con 70
partes de la solución de resina y 20 partes de benceno.

25 Se prepara una solución de pintura verde pastel
por mezcla de 17,8 partes en peso de la base molida de pig-
mento dióxido de titanio con 69,1 partes de la solución de
resina, 2,7 partes de la base molida verde, 7,7 partes de
poli(acrilato de 2-etilhexilo) ($\bar{M}_n = 9.000$) y 0,38 partes
30 de ácido fosfórico. Se trata esta solución de pintura de



1 acuerdo con el procedimiento señalado en el Ejemplo I con la
excepción de que se mantiene el calor en el cambiador de ca
lor de placas a 93,33°C (200°F) y se mantiene la presión en
el separador a 15 mm de Hg.

5 El polvo pulverizado obtenido a partir de este
procedimiento se aplica a varios sustratos y se cura por
calentamiento a 175°C durante un periodo de 20 minutos. Los
recubrimientos obtenidos presentan adherencia, resistencia
al impacto y capacidad de igualación de color buenas.

10 Ejemplo XVI

Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

15 Se prepara la siguiente mezcla de monómeros: me-
taacrilato de glicidilo 5% en peso, metacrilato de metilo 55%
en peso y metacrilato de butilo 40% en peso. Se mezcla tres
por ciento de catalizador AIBN con los monómeros y se disuel
ve la mezcla entera en 100 partes de tolueno. Se lleva a car
bo la reacción de acuerdo con el procedimiento señalado en
el Ejemplo V y el copolímero resultante tiene una temperatu
ra de transición vítrea de 58°C y un peso molecular de 4000.

20 Se prepara una base molida de pigmento de dióxido
de titanio por mezcla de 60 partes de la solución de re-
sina y 10 partes de tolueno. Se prepara una base molida ro-
ja por mezclado de 10 partes de pigmento rojo quindo con 70
partes de la solución de resina y 20 partes de tolueno.

25 Se prepara una solución de pintura roja por mez-
cla de 17,8 partes en peso de base molida de pigmento de dió
xido de titanio con 69,1 partes de la solución de resina,
2,7 partes de la base molida roja, 0,76 de bromuro de tetra
30 butilamonio y 0,190 partes de poli(acrilato de laurilo)

**POOR
QUALITY**



1 (Mn = 10.000). Se pulveriza esta solución sobre paneles de
ensayo y se igualan en color y matiz con paneles patrón.
Después de este contraste se trata la solución hasta la ob
tención de polvo según el procedimiento señalado en el Ejem
5 plo I.

Después que el material sólido se ha pulveriza-
do a la forma de polvo, se lleva a un mezclador de elevada
velocidad donde se mezcla con ello 2,1 partes de anhídrido
maleico. Esta composición de pintura en polvo se deposita
10 entonces electrostáticamente sobre varios sustratos. Los re
cubrimientos presentan buena adherencia, buena resistencia
al impacto y capacidad de igualación de color y matiz.

Ejemplo XVII

15 Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

Se mezclan juntos los siguientes monómeros: 15
partes de metacrilato de 2-hidroxietilo, 25 partes de acri-
lato de etilo, 60 partes de metacrilato de metilo. A esta
mezcla se añaden 4 partes de AIBN. Se calienta a la tempera
20 tura de reflujo de 85°C un matraz de cuatro bocas de un li-
tro que contiene 50 ml de tolueno y 50 ml de metiletilceto-
na. Se añade la mezcla de monómeros, gota a gota, en un pe-
riodo de hora y media a la mezcla de reacción que se mantie
ne a 85°C. Después que la adición de monómero es completa,
25 se añaden 0,5 g de AIBN y se continua el reflujo durante me
dia hora adicional para completar la polimerización.

Se prepara una base molida de pigmento de dióxi
do de titanio por mezcla de 60 partes de dióxido de tita-
nio, 30 partes de la anterior solución de resina y 10 par-
tes de tolueno.
30



1 Se prepara una solución de pintura blanca por
mezcla de 45 partes en peso de base molida de dióxido de ti-
tanio, 57 partes de la anterior solución de resina, 0,28
partes de cloruro de zinc, 0,245 de poli(acrilato de lauri-
5 lo) ($M_n = 5.000$). Esta solución se mezcla cuidadosamente
y se aplica a paneles de ensayo para contraste de color. Se
trata entonces la pintura para pulverizarla según el proce-
dimiento señalado en el Ejemplo I. Se aplica entonces el
polvo por pulverizado electrostático a varios sustratos.

10 Ejemplo XIX

Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

15 Se obtiene una mezcla de monómeros que tiene la
siguiente composición: metacrilato de glicidilo 18% en peso,
acrilato de etilo 20% en peso, metacrilato de metilo 40% en
peso y cloruro de vinilo 22% en peso. Se polimeriza la mez-
cla de monómeros según el procedimiento fijado en el Ejem-
plo V utilizando un 2% en peso del catalizador AIBN como
iniciador.

20 Se prepara una base molida de pigmento dióxido
de titanio como en los ejemplos precedentes pero con la an-
terior solución de resina. Se prepara una composición de
pintura líquida mezclando 45 partes de la base molida con
57 partes de la anterior solución de resina, 0,035 partes
25 de cloruro de trimetilbencilamonio y 0,7 partes de poli(acri-
lato de 2-etilhexilo) ($M_n = 11.000$). Esta composición de
pintura líquida se pulveriza sobre paneles de ensayo y se
igualada en color y matiz por adición de pequeñas cantidades
de pigmento coloreado. Esta composición de pintura líquida
30 se reduce entonces a polvo siguiendo el tratamiento que su-



1 pone el procedimiento del Ejemplo I. El polvo que resulta se
carga en un mezclador de velocidad elevada con 0,7 partes
de N,N-dimetilanilina. Este polvo se aplica a varios sustra
tos y se calienta a 170°C durante 15 minutos.

5 Ejemplo XX

Se repite el procedimiento del Ejemplo XIX con
la excepción de que se añade la N,N-dimetilanilina a la
composición de la pintura líquida antes de su tratamiento
a polvo.

10 Ejemplo XXI

Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

Se prepara la siguiente mezcla de monómeros:
ácido metacrílico 5% en peso, metacrilato de metilo 50% en
15 peso y metacrilato de butilo 45% en peso. Esta mezcla de
monómeros es polimerizada según el procedimiento señalado
en el Ejemplo V con tres por ciento en peso de AIBN añadido
como catalizador.

Se preparan bases molidas de pigmento azul y dióxido
20 xido de titanio, como en los ejemplos precedentes, pero con
la anterior solución de resina. Se prepara una composición
de pintura líquida mezclando 17,8 partes de la base molida
de dióxido de titanio, 69,1 partes de la solución de resi-
na, 2,7 partes de la base molida azul, 0,076 partes de bro-
25 muro de tetrabutylamonio y 0,190 partes de acrilato de po-
lilaurilo ($\bar{M}_n = 10.000$). El copolímero así obtenido tiene
una Tg (Temperatura de transición vítrea) de 53°C y un peso
molecular (\bar{M}_n) de 4.000. Esta composición de pintura líquida
se pulveriza sobre paneles de ensayo y se contrasta en
30 color. Se trata entonces el líquido para obtener polvo según



1 con los procedimientos del Ejemplo I con la excepción de
que se mantiene la temperatura en la zona de evaporación a
104,4°C (220°F) y la presión en la zona de separación a 50
5 partes de Epon 1001 (véase pags. 4-66 del Handbook of Epo-
xy Resins). La composición de pintura resultante se aplica
a varios sustratos y se cura por calefacción a 175°C duran
te 20 minutos.

Ejemplo XXII

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo XXI con
la excepción de que el Epon 1001 se añade antes de conver-
tir la pintura líquida en un polvo.

Ejemplo XXIII

15 Se prepara una composición de pintura en polvo
como sigue:

Se mezclan los monómeros, 4 partes de anhídrido
maleico, 4 partes de estireno, 6 partes de metacrilato de
glicidilo, 46 partes de metacrilato de metilo y 40 partes
de metacrilato de butilo con 3 partes del iniciador peroxi
20 pivalato de t-butilo y 100 partes de benceno en un matraz
de un litro que va equipado con un embudo de llave, refri-
gerante, agitador, termómetro y entrada de nitrógeno. La
mezcla de monómero se coloca en el embudo de llave y el ma-
traz se calienta a 80°C a reflujo. Mientras se mantiene la
25 temperatura de reacción a 80°C, se añade el monómero gota a
gota en un periodo de dos horas. Después que se ha comple-
tado la adición, se continua la reacción durante otras dos
horas. Después se enfría el contenido del matraz a la tem-
peratura ambiente.

30 Se obtiene una solución de pintura líquida a

1 partir de esta solución por combinación de 45 partes de una
base molida de dióxido de titanio, 57 partes de la solución
de resina y 0,105 partes de poli(acrilato de 2-etilhexilo)
($\bar{M}_n = 9.000$). Se trata este líquido para su conversión a
5 polvo como se señala en el Ejemplo 1 con la excepción de que
se mantiene la temperatura a 300°F. Se aplica el polvo obte-
nido a varios sustratos y se cura por calefacción a 175°C
durante 20 minutos.

10 A la vista de esta descripción, se les puede ocu-
rrir muchas modificaciones de esta invención a los especia-
listas en la técnica. Se pretende que todas estas modifica-
ciones que caigan dentro del verdadero marco de esta invención
queden incluidas dentro de los términos de las reivindicacio-
nes adjuntas.

15 En resumen, la Patente de Invención que se solici-
ta, deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

20 1. Un método de preparación de composiciones homo-
geneas de pintura en polvo termofijables que comprende

(A) hacer pasar una composición de pintura líquida
formada por una solución de

25 1) un copolímero que contiene grupos funcionales
reticulables y que tiene una temperatura de transición vi-
trea en el intervalo de 40°C a 90°C y un peso molecular me-
dio entre aproximadamente 1000 y aproximadamente 15.000.

2) pigmento y,

3) disolvente inerte,



30 a través de una zona de evaporación que comprende un camino
sinuoso de sección transversal relativamente estrecha, pro-
longado en dirección lateral a la dirección de la corriente

- 1 de dicha solución a través de dicha zona;
- (B) calentar dicha solución mientras está dentro de dicha zona de evaporación a una temperatura
- 5 1) por encima del punto de fusión del mencionado copolímero pero por debajo del punto en el que tiene lugar la degradación;
- 2) por encima de la temperatura a la cual el mencionado disolvente inerte comienza a evaporarse, provocando así una turbulencia de corriente de dicha solución dentro de dicha zona de evaporación y manteniendo de esta forma una mezcla homogénea íntimamente ligada de los vapores de los componentes volátiles de dicha solución y las partículas en dispersión de componentes no volátiles de dicha solución;
- 10 (C) pasar la mencionada mezcla homogénea desde dicha zona de evaporación a una zona de separación y manteniendo entretanto, la temperatura en la mencionada zona de separación por encima del punto de fusión de dicho copolímero, dando lugar a que se separe el mencionado vapor de disolvente y permitiendo recoger los componentes no volátiles en estado fundido;
- 15 (D) eliminar los mencionados componentes no volátiles de dicha zona de separación.
- 20 (E) enfriar dichos componentes no volátiles para formar un material sólido,
- (F) granular dicho material sólido para formar partículas uniformemente pigmentadas.
- 25 2. Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha zona de separación se mantiene a una pre
- 30

1 sión entre 10 y 500 mm Hg.

3. Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende

5 A) hacer pasar una composición de pintura líquida formada por una solución de

1) un copolímero obtenido a partir de acrilato de glicidilo o metacrilato de glicidilo y un monómero con insaturación etilénica en las proporciones necesarias para obtener un copolímero con una temperatura de transición vítrea en el intervalo de 40°C y a 90°C y un peso molecular medio en el intervalo de 2.500 a 8.500

2) un agente de control de fluidez,

3) pigmento,

15 4) disolvente inerte,

a través de una zona de evaporación mantenida a presión reducida, dicha zona de evaporación comprende un camino sinuoso de sección transversal relativamente estrecha, prolongado en dirección lateral a la dirección de la corriente de dicha solución a través de la zona,

20 B) calentar dicha solución mientras está dentro de dicha zona de evaporación a una temperatura.

(1) por encima del punto de ebullición de dicho copolímero pero por debajo del punto en el que tiene lugar la degradación.

(2) por encima de la temperatura a la cual el mencionado disolvente inerte comienza a evaporarse.

30 provocando así una turbulencia de corriente de dicha solución dentro de dicha zona de evaporación y manteniendo de esta

1

forma una mezcla homogénea intimamente ligada de los vapores de los componentes volátiles de dicha solución y las partículas en dispersión de los componentes no volátiles de dicha solución.

5

(C) pasar la mencionada mezcla homogénea donde dicha zona de evaporación a una zona de separación y manteniendo la temperatura en la mencionada zona de separación por encima del punto de fusión de dicho copolímero, dando lugar a que se separe el mencionado vapor y permitiendo recoger dichos componentes no volátiles en estado fundido.

10

(D) eliminar dichos componentes no volátiles de dicha zona de separación,

15

(E) enfriar dichos componentes no volátiles para formar un material sólido por depósito de los mismos sobre una superficie refrigerada,

(F) granular dicho material sólido para formar partículas uniformemente pigmentadas.

20

4. Un método según la reivindicación 3, caracterizado porque dicha zona de evaporación comprende un cambiador de calor de placa.

25

5. Un método según la reivindicación 3, caracterizado porque se mantiene la temperatura en dicha zona de evaporación entre aproximadamente 121°C (250°F) y aproximadamente 315,6°C (600°F).

30

6. Un método según las reivindicaciones anteriores caracterizado porque dicha zona de separación se mantiene a una presión de 20 a 30 mm Hg.

7. Un método según las reivindicaciones anteriores,

1

caracterizado porque dichos componentes no volátiles se enfrían por depósito sobre una superficie refrigerada.

5

8. Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende:

10

(A) preparar un copolímero que contiene grupos funcionales reticulables en un disolvente inerte, dicho copolímero tiene una temperatura de transición vítrea de entre 40°C y 90°C y un peso molecular medio de entre aproximadamente 1000 y 15000,

15

(B) agregar un agente de control de fluidez,
(C) agregar pigmento en dicha solución de copolímero,
(D) pasar una solución que comprende los ingredientes de (A), (B) y (C) en una zona de evaporación que comprende un camino sinuoso de sección transversal relativamente estrecha, prolongado en dirección lateral a la dirección de la corriente de dicha solución a través de dicha zona,

20

(E) calentar dicha solución mientras está dentro de dicha zona de evaporación a una temperatura.

25

1. por encima del punto de fusión de dicho copolímero, pero por debajo del punto en el que tiene lugar la degradación.
2. por encima de la temperatura a la cual dicho disolvente inerte comienza a evaporarse.

30

provocando así una turbulencia de corriente de dicha solución dentro de dicha zona de evaporación y manteniendo de esta

1 forma una mezcla homogénea íntimamente ligada de los vapores de los componentes volátiles de dicha solución y las partículas en dispersión de componentes no volátiles de dicha solución;

5 (F) pasar dicha mezcla homogénea desde dicha zona de evaporación hasta una zona de separación, manteniendo, entretanto la temperatura en la mencionada zona de separación por encima del punto de fusión de dicho copolímero, dando lugar a que se separe el mencionado vapor de disolvente y permitiendo recoger los componentes no volátiles en estado fundido;

10 (G) separar los mencionados componentes no volátiles de dicha zona de separación,

15 (H) enfriar dichos componentes no volátiles para formar un polvo uniformemente pigmentado.

9. Un método según la reivindicación 8, caracterizado porque dichas zonas de evaporación y separación se mantienen a presión reducida.

20 10. Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende:

25 (A) polimerización del acrilato de glicidilo o metacrilato de glicidilo con un monómero con insaturación etilénica en un disolvente inerte en proporciones tales como para obtener un copolímero con una temperatura de transición vítrea en el intervalo de 40°C a 90°C y un peso molecular medio en el intervalo de 2500 a 8500;

30 (B) introducción de un agente de control de fluidez que tiene un peso molecular medio de al menos 100 en dicha solución de copolímero;

1

(C) introducción de pigmento en dicha solución de copolímero;

5

(D) introducción de la composición de pintura líquida obtenida a partir de los ingredientes de (A), (B) y (C) en una zona de evaporación adaptada para calentar dicha solución así como para evaporar dicho disolvente inerte;

10

(E) suministro de calor a dicha solución mientras pasa la misma a través de la zona de evaporación y se mantiene la temperatura de dicha zona de evaporación a un nivel

(1) por encima del punto de fusión de dicho copolímero pero por debajo del punto en el que tiene lugar la degradación;

(2) por encima de la temperatura a la que dicho disolvente inerte empieza a evaporarse;

15

(F) paso de dicha solución desde la citada zona de evaporación a una zona de separación y, mientras se mantiene la temperatura dentro de dicha zona de separación al mismo nivel que en (D), inducir la separación del vapor del disolvente y permitir que los componentes no volátiles de dicha composición de pintura se reúnan en un estado fundido;

20

(G) separación de los componentes no volátiles de dicha zona de separación;

(H) enfriamiento de dichos componentes no volátiles para formar un material sólido; y

25

(I) pulverización de dicho material sólido para formar un polvo uniformemente pigmentado.

30

11. Un método según las reivindicaciones 1, 3, 8, y 10, caracterizado porque dicha zona de evaporación comprende un cambiador de calor de placas.

12. Un método según las reivindicaciones 1, 3, 8 y

1

10, caracterizada porque dicha zona de evaporación y separación se mantienen a presión reducida.

5

13. Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha composición de pintura líquida incluye un agente de reticulación para dicho copolímero.

10

14. Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho agente de reticulación para dicho copolímero se mezcla con dicho polvo pigmentado después de la pulverización.

15. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

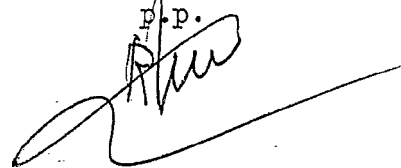
UN METODO DE PREPARACION DE COMPOSICIONES HOMOGENEAS DE PINTURA EN POLVO TERMOFIJABLES.

15

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de cuarenta y nueve páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

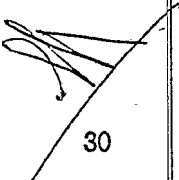
Madrid, 20 agosto 1.974
BERNARDO UNGRIA

P.P.



20

25



30

20 AGO 1974

20 AGO 1974

20 AGO 1974

FIG. 1

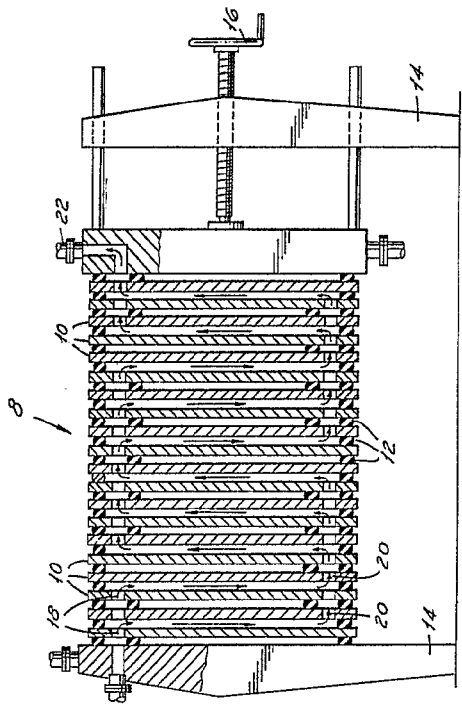
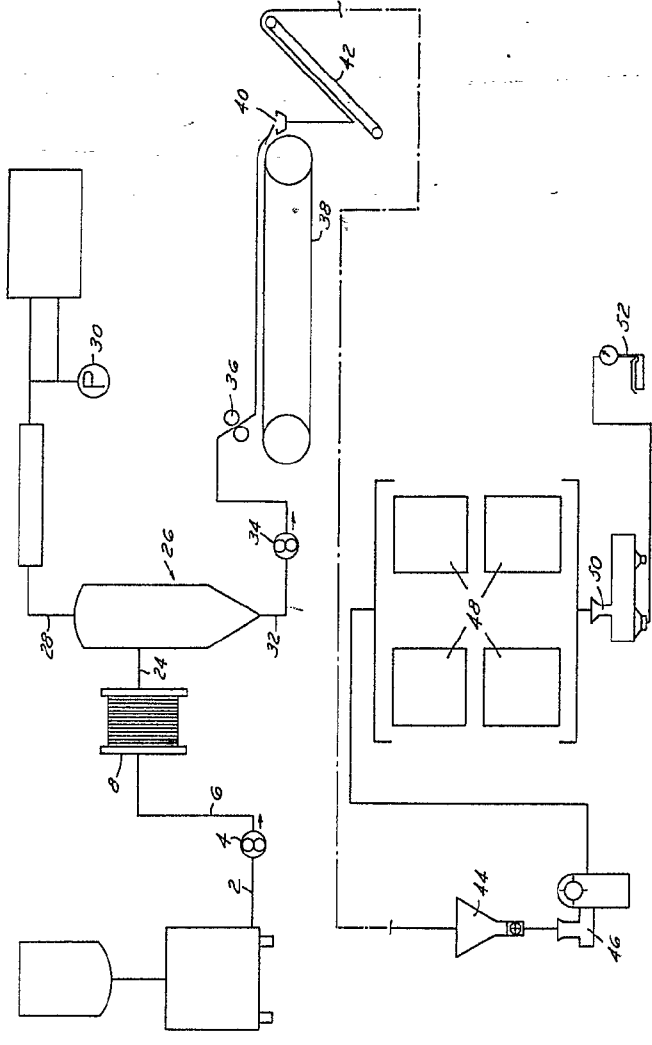
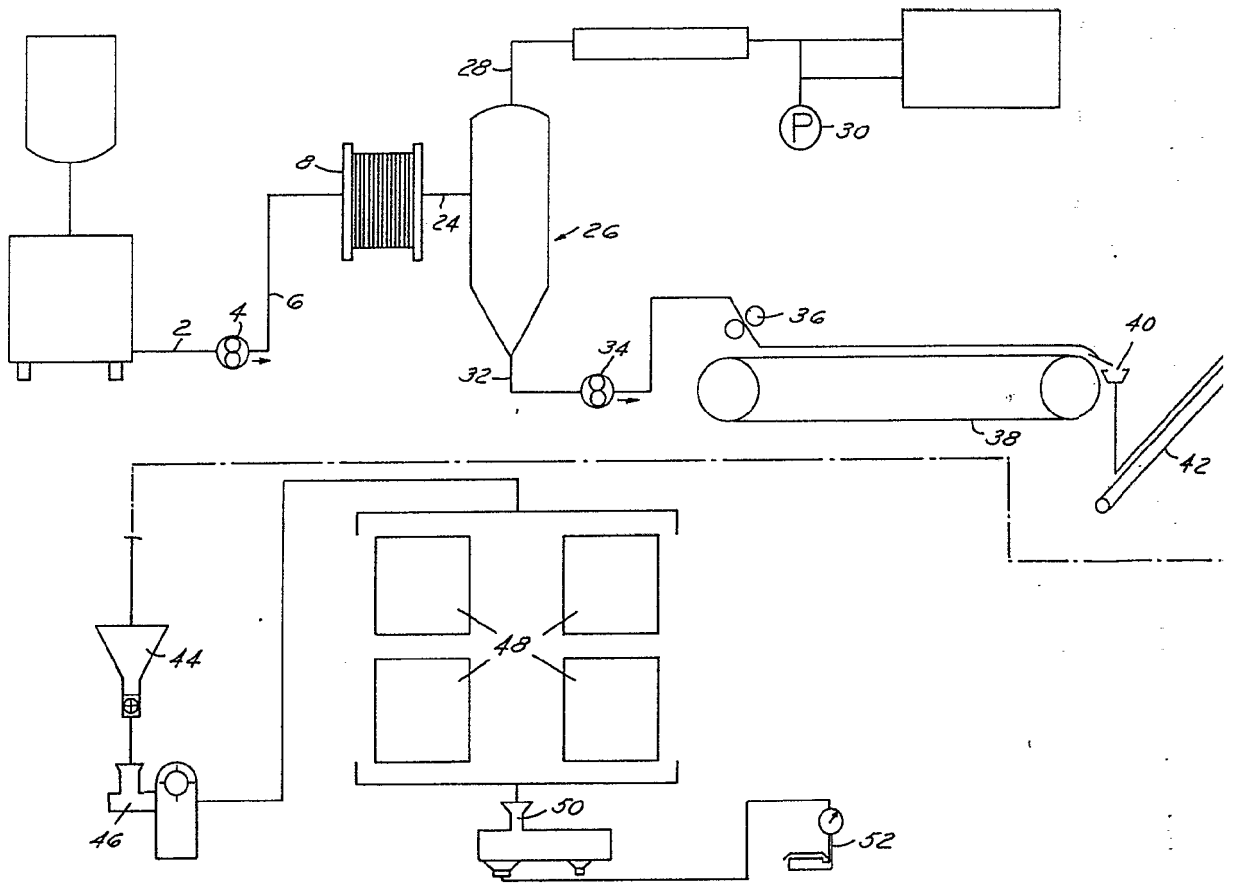


FIG. 2

ESCALA VARIABLE
 Madrid, 20 Agosto de 1.974
 BERNARDO UNGRIA
 p.p.

FIG. 1



20 AGO 1974
20 AGO 1974

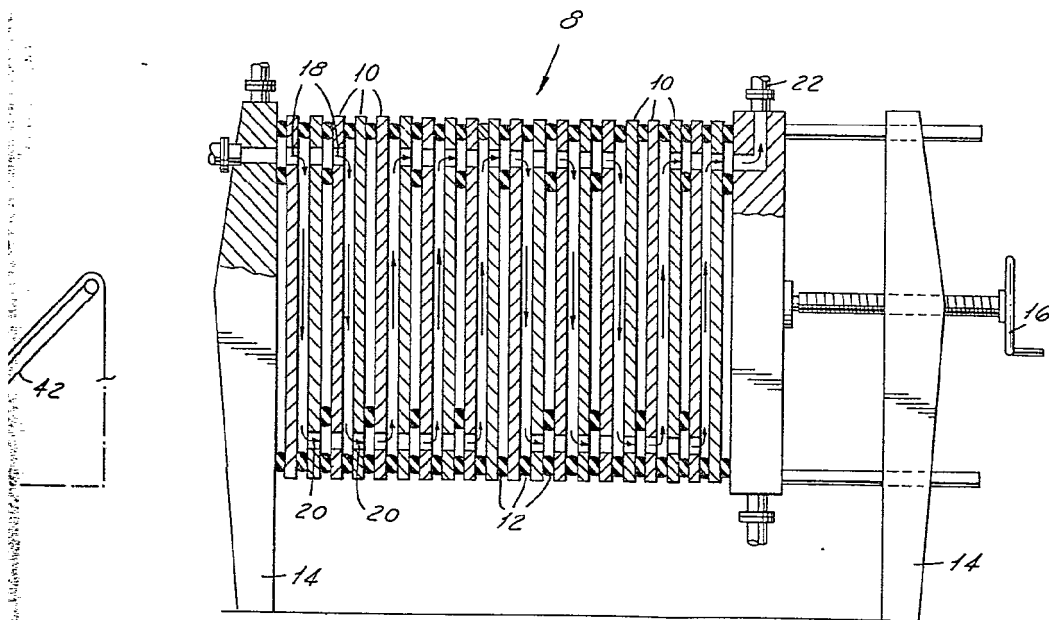


FIG. 2

ESCALA VARIABLE
Madrid, 20 Agosto de 1.974
BERNARDO UNGRIA
P.P.