



ESPAÑA

19 ES	21	NUMERO	432.636	20 A.1
	22	FECHA DE PRESENTACION	5.12.74	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
422.471	6.12.73	Estados Unidos
506.490	16.9.74	" "

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09D	

64 TITULO DE LA INVENCION  
MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN METODO DE PREPARACION DE PINTURAS EN POLVO.

71 SOLICITANTE (ES)  
FORD MOTOR COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
The American Road, DEARBORN, Michigan, Estados Unidos.

72 INVENTOR (ES)  
Melville J. Camelon; Rodney C. Gibeau, de nacionalidad canadiense y estadounidense respectivamente, los cuales han cedido sus derechos a la Cía. solicitante.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE  
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

**CONCEDIDA**  
19 ENE. 1977



1 das de nuevo y su tamaño de partícula reducido. Los revesti-  
mientos producidos a partir de estos polvos se caracterizan  
por un bajo nivel de brillo y mal aspecto policromático.

5 Otra técnica básica para la manufactura de materia-  
les de revestimiento en polvo es la llamada técnica de prepa-  
ración de solución y separación del disolvente que puede ser  
efectuada por más de un método. Esta técnica general implica  
la preparación de un material de revestimiento en un disol-  
10 vente orgánico, la separación del disolvente de los sólidos  
de la pintura y la separación-clasificación por tamaños. Asi-  
mismo, puede ser necesaria o no alguna forma de pulverización,  
según el método de separación del disolvente utilizado.

15 La separación del disolvente puede llevarse a cabo  
por técnicas convencionales de secado por atomización o por  
separación con intercambio de calor donde los componentes de  
una solución de pintura son separados por volatilización del  
disolvente más volátil y separación del disolvente volatili-  
20 zado de los sólidos de la pintura no volatilizados por fuer-  
zas de gravedad. Como las laminillas metálicas pueden ser  
agregadas después de la pulverización, si es necesario pulve-  
rizar cuando se utiliza cualquiera de los métodos de separa-  
ción del disolvente, pueden evitarse daños a las laminillas  
metálicas durante la pulverización utilizando la técnica de  
preparación de solución y separación de disolvente. Sin em-  
25 bargo, surgen problemas relativos a la distribución y orienta-  
ción de las laminillas metálicas cuando el material de reves-  
timiento en polvo es aplicado al substrato que ha de ser re-  
vestido. Esto es especialmente cierto cuando el método de  
aplicación es el de pulverización electrostática, que es el  
30 método más comúnmente empleado para aplicar la capa final de

1 pintura a los automóviles y a otras diversas manufacturas me-  
tálicas. En estas aplicaciones, las laminillas tienden a  
orientarse al azar con un bajo porcentaje de las mismas para-  
lelas al substrato. El resultado neto es un alto grado de  
5 protuberancia metálica con poco brillo metálico y un bajo fac-  
tor de brillo.

Así, cuando se utiliza uno cualquiera de los métodos  
antes descritos para producir revestimientos de pintura en  
polvo pigmentados con metales de acuerdo con los procedimien-  
10 tos de la técnica anterior, se requiere una relación de alu-  
minio a pigmento no metálico considerablemente mayor que la  
misma relación en una pintura líquida para poder conseguir un  
grado de brillo y un aspecto metálico iguales a los obtenidos  
con las pinturas líquidas. Además, permanece el problema de  
15 la protuberancia de laminillas metálicas incluso aunque se  
consiga el brillo y el aspecto metálico.

En las pinturas líquidas, se sabe como recubrir par-  
cialmente las laminillas de aluminio utilizadas como pigmento  
para aumentar la eficiencia de pulverización electrostática  
20 de estas pinturas. En la patente estadounidense 3.575.900, se  
describe un método para precipitar la resina de la solución  
para que recubra la laminilla de aluminio en forma coloidal.  
Esta solución se usa después tal como se obtiene o mezclada  
con otra solución para uso. El autor de la patente señala es-  
25 pecíficamente que, aunque puede ser muy conveniente llamar a  
esto encapsulación, no se pretende indicar que las partículas  
de aluminio queden completamente envueltas. La resina descri-  
ta para este fin es un copolímero de cloruro de vinilo y monó-  
meros monoetilénicamente insaturados que contienen alrededor  
30 de 60 a 90 % en peso de cloruro de vinilo. Las laminillas de

1 aluminio también son parcialmente recubiertas en la patente  
estadounidense 3.532.662. Aquí el revestimiento se lleva a  
cabo con un copolímero estadístico de metacrilato de metilo  
y ácido metacrílico adsorbido sobre el pigmento. Por este mé-  
5 todo, se prepara una dispersión de las partículas sólidas en  
una fase líquida continua que comprende un líquido orgánico  
que contiene en solución un polímero que es adsorbido por las  
partículas y un estabilizante y modificando la polaridad de  
la fase continua de manera que el polímero sea insoluble en  
10 ella, siendo el estabilizante un compuesto que contiene un  
componente de anclaje que se asocia con el polímero adsorbido  
sobre la superficie de la partícula y un componente en cadena  
colgante que es solvatado por la fase continua modificada y  
proporciona una vaina estabilizante alrededor de las partícu-  
15 las. Se alega que esto mejora el "mojado" de las partículas  
tratadas por la composición de revestimiento del tipo de dis-  
persión de material formador de película.

Las pinturas en polvo tienen ciertas ventajas sobre  
las pinturas líquidas convencionales ya que están esencialmen-  
20 te exentas de disolventes volátiles pero también presentan pro-  
blemas que difieren de los encontrados con las pinturas líqui-  
das. Estas diferencias incluyen las relativas al empleo de la-  
minillas de aluminio como componente productor de color. Por  
ejemplo, cuando se emplean en las pinturas líquidas laminillas  
25 parcialmente recubiertas por un precipitado de resina, queda  
un disolvente orgánico y otros componentes de la solución para  
evitar la exposición directa de la laminilla a la atmósfera  
y a otras influencias externas. Además, en las pinturas en  
polvo, si la laminilla de aluminio está revestida, el reves-  
30 timiento debe ser un sólido relativamente seco y el tamaño,

1 el peso y la continuidad de la encapsulación orgánica son to-  
dos ellos factores que afectan a la distribución de estas par-  
tículas cuando son pulverizadas electrostáticamente con el  
polvo que es el principal formador de película de la composi-  
5 ción de revestimiento.

Las laminillas de aluminio revestidas, es decir, la-  
minillas de aluminio individualmente encapsuladas en una pe-  
lícula termoplástica continua, mezcladas con el formador de  
película principal en partículas de una pintura en polvo y  
10 pulverizadas electrostáticamente sobre un substrato metálico  
en gran parte se orientarán paralelamente al substrato. Es-  
to reduce considerablemente o elimina la protuberancia de  
las laminillas. Desgraciadamente, sin embargo, permanece la  
tendencia a que estas laminillas revestidas adopten una orien-  
15 tación paralela al substrato próxima a la superficie externa  
del revestimiento curado. Esto puede producir dos resultados  
indeseables. El primero de ellos es un aspecto insuficiente  
de la profundidad metálica en el revestimiento donde las la-  
minillas metálicas se observan a través de varias profundida-  
20 des de una película que está habitualmente coloreada con un  
componente no metálico productor de color. El segundo es un  
efecto "plateado" indeseable que domina al componente no me-  
tálico productor de color si la concentración de las lamini-  
llas paralelas al substrato y próximas a la superficie es de-  
25 masiado alta.

#### LA INVENCION

El predominio del efecto "plateado" en los acabados  
policromáticos, resultante de una superabundancia de lamini-  
llas de aluminio próximas y paralelas a la superficie exter-  
30 na de un revestimiento curado, es evitado y se consigue la va-

1 riación de profundidad del componente metálico productor de  
color en los acabados policromáticos o monocromáticos inclu-  
yendo una sal de amonio adecuada, preferiblemente un haluro  
de tetraalquilamonio, en el revestimiento termoplástico en  
5 el que las laminillas de aluminio son encapsuladas antes de  
la mezcla con el polvo principal formador de película. Para  
evitar innecesarias repeticiones de la descripción, esta in-  
vención será descrita haciendo referencia al uso de los ha-  
luros de tetraalquilamonio preferidos.

10 El uso de estas sales como catalizadores y agentes  
antiestáticos en el formador de película principal de una  
composición de revestimiento en polvo es conocido por las  
patentes estadounidenses 3.730.930, 3.758.632, 3.758.633,  
3.758.634 y 3.758.635. Estas sales pueden ser utilizadas  
15 en el formador de película principal de las composiciones de  
revestimiento de esta invención pero este uso no consigue  
los resultados de la invención. Los papeles respectivos de  
estas sales en la película encapsulante y en el formador de  
película principal de la composición en polvo son bastante  
20 interesantes. Se ha descubierto que el límite superior efec-  
tivo para la concentración de estas sales en la película en-  
capsulante es considerablemente más alto cuando el formador  
de película principal también contiene estas sales que cuan-  
do el formador de película principal no contiene estas sales.  
25 Así, cuando el formador de película principal de la composi-  
ción de revestimiento en polvo contiene más de alrededor de  
0,05, v.g. 0,05 a 0,15 % en peso de estas sales, la concen-  
tración en la película encapsulante puede oscilar aproxima-  
damente entre 0,05 y 20, de preferencia entre 0,05 y 10 partes  
30 en peso por cada 100 partes en peso del formador de película

1 termoplástico empleado para encapsular las laminillas. Por  
otra parte, si el formador de película principal está exento  
de estas sales, el intervalo efectivo para emplear estas sa-  
5 les en la película encapsulante es alrededor de 0,05 a 12 par-  
tes en peso por cada 100 partes en peso del formador de peli-  
cula termoendurecible.

La variación de profundidad deseada también puede con-  
seguirse mezclando níquel en polvo con las laminillas de alu-  
minio encapsuladas en una relación en peso de níquel en pol-  
10 vo a laminillas de aluminio encapsuladas comprendida entre  
1:4 y 5:1. Estas composiciones de revestimiento están descri-  
tas en nuestras solicitudes de patentes núms. :

15 presentadas en la misma fecha que ésta. El níquel en polvo  
puede utilizarse cuando se desee en las composiciones de re-  
vestimiento de esta invención. El uso de haluros de tetra-  
alquilamonio de acuerdo con esta invención permite reducir  
la cantidad de níquel en polvo empleada en combinación con  
las laminillas de aluminio revestidas para conseguir un re-  
sultado dado. Normalmente, esta reducción se producirá en un  
20 factor de 1/10 aproximadamente.

Los haluros de tetraalquilamonio preferidos para uso  
en esta invención contienen de 1 a 4 átomos de carbono en  
sus grupos alquilo, v.g. bromuro, cloruro y yoduro de tetra-  
metilamonio; bromuro, cloruro y yoduro de tetraetilamonio y  
25 bromuro, cloruro y yoduro de tetrabutilamonio. Otros haluros  
de amonio adecuados son los haluros de tetraalquilamonio sus-  
tituido con arilo, alquilarilo, ariloxi y alcoxi tal como bro-  
muro, cloruro y yoduro de dodecildimetil(2-fenoxietil)amonio,  
bromuro de dietil(2-hidroxietil)metilamonio, etc.

30 Además también se pueden utilizar los hidroháluros de

1 monoaminas, diaminas y aminas terciarias. Otro grupo de ad-  
tivos que puede ser utilizado son los poli(etilenoxi)fosfa-  
tos de alquilo como, por ejemplo, poli(etilenoxi)fosfato de  
dibutilo o poli(etilenoxi)fosfatos de alquilarilo tales como,  
5 por ejemplo, poli(etilenoxi)fosfato de etilbencilo.

Las laminillas de aluminio que se incorporan a las  
pinturas en polvo para proporcionar un componente metálico  
productor de color son encapsuladas aquí en un revestimiento  
orgánico termoplástico, continuo y delgado, a través del cual  
10 es visible la partícula de aluminio para el ojo humano. Este  
revestimiento es preferiblemente transparente pero puede ser  
translúcido. El término "esencialmente transparente" en el  
sentido utilizado aquí se refiere a los materiales que son  
transparentes o translúcidos o parcialmente transparentes y  
15 parcialmente translúcidos.

Como estos pigmentos metálicos se utilizan en la ma-  
yoría de los casos en acabados policromáticos, la composición  
de revestimiento en polvo normalmente contendrá por lo menos  
un componente no metálico productor de color. El "componente  
20 no metálico productor de color" puede ser un pigmento, colo-  
rante o tinte en partículas y puede ser orgánico, v.g. negro  
de humo o inorgánico, v.g. una sal metálica.

El componente de aluminio productor de color está cons-  
tituido en la mayoría de los casos por laminillas de aluminio  
25 en forma de pasta de aluminio. Para evitar innecesarias com-  
plicaciones de la descripción de este invento, estas lamini-  
llas de aluminio serán utilizadas para ilustrarlo. Se sobre-  
entiende, sin embargo, que este método es aplicable a cual-  
quier aluminio en partículas utilizado como componente pro-  
ductor de color en un material de revestimiento en polvo. Es-  
30

1       tos incluyen las partículas de aluminio que son exclusivamen-  
te de aluminio, partículas orgánicas recubiertas de aluminio  
y partículas de un metal emparedado entre polímeros con los  
bordes del metal expuestos.

5               De acuerdo con esta invención, las partículas del me-  
tal revestido se mezclan, es decir, se mezclan en frío, con  
el resto del material de revestimiento después de que el for-  
mador de película principal está en forma de partículas. El  
componente no metálico productor de color puede ser mezclado  
10       con el polvo formador de película antes, durante o después de  
la adición de las partículas metálicas revestidas pero prefe-  
riblemente este componente se agrega antes de las partículas  
metálicas revestidas. Este orden de mezcla evita la degra-  
dación de las partículas metálicas en cualquiera de las opera-  
ciones de preparación del polvo formador de película.

15               El formador de película empleado para recubrir las par-  
tículas metálicas de acuerdo con esta invención puede ser  
igual o diferente del formador de película principal del ma-  
terial de revestimiento en polvo. El formador de película  
20       utilizado para recubrir las partículas metálicas es un forma-  
dor de película termoplástico orgánico que puede adoptar la  
forma de un polímero auto-reticulable o de un polímero quími-  
camente funcional y un agente reticulante que reaccione con  
el mismo. En la realización preferida, también es reticula-  
25       ble con el formador de película principal de la composición  
de revestimiento en polvo.

30               El método preferido de revestimiento de las laminillas  
de aluminio consiste en dispersar las laminillas, preferi-  
blemente en forma de pasta de aluminio, en una pequeña canti-  
dad de formador de película orgánico termoplástico y un di

1 solvente para el formador de película que sea adecuado para  
el secado por atomización y en el que el haluro de tetra-  
alquilamonio está íntimamente dispersado. Después la disper-  
sión se seca por atomización mediante técnicas convencionales  
5 de secado por atomización. Como la cantidad de formador de  
película es pequeña con respecto a la cantidad de laminillas  
metálicas, el resultado neto es una laminilla metálica recu-  
bierta con un revestimiento continuo, relativamente delgado,  
del formador de película conteniendo el haluro de tetraalquil-  
10 amonio en oposición a una laminilla metálica incrustada en  
una partícula relativamente grande del formador de película.

Más específicamente, primero se dispersan las lamini-  
llas de aluminio en alrededor del 2 al 200 % en peso del for-  
mador de película termoplástico, calculado sobre el peso real  
15 de las laminillas de aluminio, es decir, alrededor de 2 a  
200 partes en peso de formador de película termoplástico por  
cada 100 partes en peso de laminillas de aluminio. En una rea-  
lización donde el revestimiento de estas laminillas es rela-  
tivamente ligero, las laminillas de aluminio se disporean en  
20 alrededor de 2 a 30 % en peso de formador de película termo-  
plástico, calculado sobre el peso real de las laminillas de  
aluminio, es decir, alrededor de 2 a 30 partes en peso de for-  
mador de película termoplástico por cada 100 partes en peso  
de laminillas de aluminio. En la mayoría de las aplicaciones,  
25 se encontrará ventajoso utilizar entre 10 y 200 y preferible-  
mente entre unas 30 y unas 70 partes en peso de formador de  
película termoplástico por cada 100 partes en peso de lami-  
nillas de aluminio. Cuando se utilizan partículas metálicas  
de densidad diferente, el peso de las laminillas de aluminio  
30 de la misma superficie específica puede ser utilizado para

1 determinar la cantidad de formador de película a emplear en  
el revestimiento de las partículas metálicas. Cuando se em-  
plea menos de alrededor del 2 % en peso del formador de pe-  
lícula, puede no producirse una encapsulación completa de  
5 las laminillas metálicas. Cuando se emplea más de alrededor  
del 30 % en peso del formador de película, debe tenerse cui-  
dado de controlar la operación de secado por atomización pa-  
ra reducir al mínimo la formación de una cantidad excesiva  
de partículas esféricas conteniendo más de una laminilla me-  
10 tálica. La incidencia de una cobertura total es alta en el  
intervalo de 30 a 70 antes descrito. Estas partículas esféri-  
cas pueden ser separadas de las otras laminillas de aluminio  
revestidas por tamizado. La inclusión de grandes partículas  
de múltiples láminas en un revestimiento curado comunica un  
15 aspecto irregular. Puede obtenerse un resultado similar si se  
mezclan las laminillas metálicas sin recubrir con el forma-  
dor de película principal de una pintura en polvo mientras  
este último se encuentra en estado líquido y después se sepa-  
ra el disolvente.

20 La pasta de aluminio está formada por laminillas de  
aluminio, habitualmente alrededor de 60 a 70 % en peso, en  
una cantidad menor, habitualmente alrededor del 30 al 40 %  
en peso, de un disolvente hidrocarbonado líquido que sirve  
como lubricante, v.g. esencia mineral. Durante la operación  
25 de molienda que produce las laminillas de aluminio puede agre-  
garse una pequeña cantidad de un lubricante adicional, v.g.  
ácido esteárico. Everett J. Hall es el autor de un método de  
batir el aluminio en laminillas finas con bolas de acero pu-  
limentadas en un molino giratorio mientras las laminillas son  
30 humedecidas con un hidrocarburo líquido. Véase la patente

1 estadounidense 1.569.484 (1926). La descripción detallada de  
la pasta de aluminio, su manufactura, el tamaño de las lami-  
nillas, los ensayos, los usos en pintura, etc., se encuentran  
en Aluminum Paint and Powder, J.D. Edwards y Robert I. Wray,  
5 3ª Edición (1955), Library of Congress Catalog Card Number:  
55-6623, Reinhold Publishing Corporation, 430 Park Avenue,  
New York, New York, Estados Unidos y la misma se incorpora  
aquí por referencia.

10 El formador de película termoplástico empleado para  
revestir las laminillas de aluminio puede ser igual o diferen-  
te del formador de película principal de la composición de  
revestimiento en polvo. Cuando el formador de película prin-  
cipal es termoplástico, se prefiere que el formador de pelí-  
cula empleado para revestir las laminillas de aluminio sea  
15 de la misma composición que el formador de película princi-  
pal.

Los mejores revestimientos acrílicos termoplásticos  
en polvo conocidos por los presentes solicitantes son copolí-  
meros de monómeros  $\alpha, \beta$ -olefinicamente insaturados. Estos es-  
20 tán constituidos exclusiva o predominantemente por monómeros  
acrílicos, es decir, por más del 51 % en peso de monómeros  
acrílicos, siendo el resto hidrocarburos monovinílicos  $C_8-C_{12}$ ,  
v.g. estireno, viniltolueno,  $\alpha$ -metilestireno y terc-butilestireno.  
Los acrilatos y metacrilatos utilizados en cualquiera de es-  
25 tas realizaciones son preferiblemente ésteres de un alcohol  
monohídrico  $C_1-C_8$  y ácido acrílico o ácido metacrílico o mez-  
clas de ácidos acrílicos y metacrílicos. Uno de estos copolí-  
meros contiene alrededor de 76 a 81 moles % de metacrilato de  
metilo, 1 a 3 moles % de ácido acrílico o ácido metacrílico o  
30 una mezcla de ácidos acrílico y metacrílico, y 16 a 23 moles %

1 de metacrilato de butilo.

Un formador de película termoplástico preferido para  
uso como formador de película principal es un polímero acrí-  
lico con un peso molecular ( $\bar{M}_n$ ) en el intervalo de 30.000 a  
5 80.000 y una temperatura de transición vítrea en el intervalo  
de 60 a 110°C y es ilustrado por la composición de revesti-  
miento en polvo acrílica termoplástica descrita en la solici-  
tud de patente estadounidense nº 172.227, presentada el 16  
de Agosto de 1971. Las descripciones de esta solicitud de pa-  
10 tente se incorporan aquí por referencia. Son ideales para re-  
vestir las laminillas de aluminio para uso con estas pintu-  
ras las mezclas poliméricas de la misma composición pero de  
menor peso molecular.

Cuando se selecciona un formador de película termo-  
15 plástico para uso en el revestimiento de las laminillas de  
aluminio de acuerdo con esta invención, este material debe  
ser operacionalmente compatible con el formador de película  
principal que se va a seleccionar para el formador de pelí-  
cula principal. También el disolvente o los disolventes volá-  
20 tiles empleados para realizar las operaciones de revesti-  
miento en solución y secado por atomización se seleccionan  
teniendo en cuenta la capacidad disolvente del material de  
revestimiento y su eficacia en el secado por atomización.  
Partiendo de este concepto, los detalles para un revestimien-  
25 to de laminillas dado o para un formador de película princi-  
pal dado están, naturalmente, al alcance de los fabricantes  
de pinturas. Teniendo en cuenta lo anterior, otros formadores  
de película termoplásticos que pueden ser utilizados para en-  
capsular las laminillas de aluminio son, aunque no limitati-  
30 vamente: (1) homopolímeros acrílicos, v.g. poli(metacrilato

1 de metilo), poli(acrilonitrilo), poli(metacrilato de etilo)  
y poli(acrilato de metilo), (2) copolímeros acrílicos, v.g.  
copolímeros de acrilato de etilo-metilo, copolímeros de etileno-acrilato de etilo y copolímeros de etileno-metacrilato  
5 de etilo, (3) copolímeros de hidrocarburos vinílicos y acrílicos, v.g. copolímeros de estireno-metacrilato de metilo, copolímeros de estireno-acrilato de metilo y copolímeros de estireno-acrilato de etilo, (4) monopolímeros de hidrocarburos vinílicos, v.g. poliestireno, (5) copolímeros etileno-  
10 alílicos, v.g. copolímeros de etileno-alcohol alílico, copolímeros de etileno-acetato de alilo y copolímeros de etileno-alilbenceno, (6) derivados de celulosa, v.g. acetato de celulosa, butirato de celulosa, propionato de celulosa, acetato-propionato de celulosa y etilcelulosa, (7) poliésteres, (8)  
15 poliamidas, v.g. polihexametilenadipamida, polihexametilen-sebacamida y policaprolactama, (9) poli(vinilbutiral), (10) poli(alcohol vinílico), (11) poli(vinilacetal), (12) copolímeros de etileno-acetato de vinilo, (13) copolímeros de etileno-alcohol vinílico, Los materiales termoplásticos de revestimiento en polvo, su preparación y uso están descritos en  
20 la patente estadounidense 3.532.530 que se incorpora aquí por referencia.

El principal formador de película de la pintura con el que se mezclan las laminillas de aluminio revestidas con un  
25 termoplástico puede ser un formador de película termoendurecible. Los formadores de película preferidos para este fin son los sistemas de copolímeros termoendurecibles que comprenden: (a) un copolímero con función epoxi de monómeros monovinílicos y, como agente reticulante para el mismo, un ácido  
30 dicarboxílico alifático de cadena lineal, saturado,  $C_4-C_{20}$ ,

1 ilustrado por la solicitud de patente estadounidense número  
de serie 172.236, presentada el 16 de Agosto de 1971; (b) un  
copolímero con función epoxi de monómeros monovinílicos y, co-  
mo agente reticulante para el mismo, una mezcla de alrededor  
5 de 90 a 98 % en peso equivalente de un ácido dicarboxílico  
alifático, de cadena lineal, saturado, C<sub>4</sub>-C<sub>20</sub> y alrededor de  
10 a 2 % en peso equivalente de un ácido monocarboxílico ali-  
fático, de cadena lineal, saturado, C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>, ilustrado por  
la patente estadounidense 3.730.930; (c) un copolímero con  
10 función epoxi de monómeros monovinílicos y, como agente re-  
ticulante para el mismo, un difenol con un peso molecular com-  
prendido aproximadamente entre 110 y 550, ilustrado por la  
solicitud de patente estadounidense número de serie 172.228,  
presentada el 16 de Agosto de 1971; (d) un copolímero con  
15 función epoxi de monómeros monovinílicos y, como agente reti-  
culante para el mismo, un polímero terminado en carboxi,  
ilustrado por la solicitud de patente estadounidense número  
de serie 172.229, presentada el 16 de Agosto de 1971; (e) un  
copolímero con función epoxi de monómeros monovinílicos y,  
20 como agente reticulante, un polímero terminado en hidroxí-  
fenólico, ilustrado por la solicitud de patente estadouniden-  
se número de serie 172.225, presentada el 16 de Agosto de  
1971; (f) un copolímero auto-reticulable, con función epoxi  
y función carboxi, de monómeros etilénicamente insaturados,  
25 ilustrado por la solicitud de patente estadounidense número  
de serie 172.238, presentada el 16 de Agosto de 1971; (g) un  
copolímero con función hidroxí y función carboxi de monóme-  
ros monoetilénicamente insaturados, ilustrado por la solici-  
tud de patente estadounidense número de serie 172.237, pre-  
30 sentada el 16 de Agosto de 1971; (h) un copolímero con fun-

1 ción epoxi de monómeros monovinílicos y, como agente reticu-  
lante para el mismo, un anhídrido de un ácido dicarboxíli-  
co, ilustrado por la solicitud de patente estadounidense nú-  
mero de serie 172.224, presentada el 16 de Agosto de 1971;

5 (i) un copolímero con función hidróxi de monómeros monoeti-  
lénicamente insaturados y, como agente reticulante para el  
mismo, un compuesto seleccionado entre ácidos dicarboxílicos,  
melaminas y anhídridos, ilustrado por la solicitud de patente  
estadounidense número de serie 172.223, presentada el 16 de

10 Agosto de 1971; (j) un copolímero con función epoxi de monó-  
meros monovinílicos y, como agente reticulante para el mismo,  
un compuesto conteniendo átomos de nitrógeno terciario, ilus-  
trado por la solicitud de patente estadounidense número de  
serie 172.222, presentada el 16 de Agosto de 1971; (k) un

15 copolímero de un ácido carboxílico  $\alpha,\beta$ -insaturado y un com-  
puesto etilénicamente insaturado y, como agente reticulante  
para el mismo, una resina epoxi conteniendo dos o más grupos  
epoxi por molécula, ilustrado por la solicitud de patente es-  
tadounidense número de serie 172.226, presentada el 16 de

20 Agosto de 1971; (l) un copolímero auto-reticulable, con fun-  
ción epoxi y función anhídrido, de monómeros olefínicamente  
insaturados, ilustrado por la solicitud de patente estado-  
unidense número de serie 172.235, presentada el 16 de Agosto  
de 1971; (m) un copolímero con función epoxi de monómeros

25 monovinílicos y, como agente reticulante para el mismo, un  
polímero terminado en carboxi, v.g. un poliéster terminado en  
carboxi, ilustrado por la solicitud de patente estadounidense  
número de serie 223.746, presentada el 4 de Febrero de 1972;

30 (n) un copolímero con función epoxi de monómeros vinílicos  
y, como agente reticulante para el mismo, un ácido dicarbo-

1 xílico, ilustrado por la solicitud de patente estadounidense  
se número de serie 228.262, presentada el 22 de Febrero de  
1972; (o) un copolímero con función epoxi y función hidroxí  
de monómeros monovinílicos, y, como agente reticulante para  
5 el mismo, un ácido dicarboxílico alifático saturado, de cade-  
na lineal, C<sub>4</sub>-C<sub>20</sub>, ilustrado por la solicitud de patente es-  
tadounidense número de serie 294.874, presentada el 6 de Sep-  
tiembre de 1973; (p) un copolímero con función epoxi de monó-  
menos monovinílicos con una función hidroxí y/o amida opcio-  
10 nal y, como agente reticulante para el mismo, (1) un ácido  
dicarboxílico alifático saturado, de cadena lineal, C<sub>4</sub>-C<sub>20</sub> y  
(2) un polianhídrido, ilustrado por la solicitud de patente  
estadounidense número de serie 344.881, presentada el 6 de  
Septiembre de 1973; (q) un copolímero con función epoxi y  
15 función amida de monómeros monovinílicos y, como agente reti-  
culante para el mismo, un anhídrido de un ácido dicarboxíli-  
co, ilustrado por la solicitud de patente estadounidense nú-  
mero de serie 394.880, presentada el 6 de Septiembre de 1973  
(r) un copolímero con función epoxi y función hidroxí de mo-  
20 nómeros monovinílicos y, como agente reticulante para el  
mismo, un anhídrido de un ácido dicarboxílico, ilustrado por  
la solicitud de patente estadounidense número de serie  
394.879, presentada el 6 de Septiembre de 1973; (s) un copo-  
límico con función epoxi y función amida de monómeros vini-  
25 lílicos y, como agente reticulante para el mismo, un polímero  
terminado en carboxi, ilustrado por la solicitud de patente  
estadounidense número de serie 394.875, presentada el 6 de  
Septiembre de 1973 (t) un copolímero con función epoxi de  
monómeros monovinílicos y, como agente reticulante para el  
30 mismo, un anhídrido monomérico o polimérico y un ácido hi-

1       droxicarboxílico, ilustrado por la solicitud de patente es-  
tadounidense número de serie 394.878, presentada el 6 de Sep-  
tiembre de 1973; (u) un copolímero con función epoxi y fun-  
ción amida de monómeros monovinílicos y, como agente reticu-  
5       lante para el mismo, un anhídrido monomérico o polimérico y  
un ácido hidroxicarboxílico, ilustrado por la solicitud de  
patente estadounidense número de serie 394.877, presentada el  
6 de Septiembre de 1973 y (v) un copolímero con función epoxi  
y función hidroxí de monómeros monovinílicos y, como agente  
10       reticulante para el mismo, un anhídrido monomérico o polimé-  
rico y un ácido hidroxicarboxílico, ilustrado en la solicitud  
de patente estadounidense número de serie 394.876, presenta-  
da el 6 de Septiembre de 1973.

15       Las descripciones de las patentes y solicitudes de  
patentes mencionadas son incorporadas aquí por re-  
ferencia.

20       Otros formadores de película termoendurecibles adecua-  
dos para uso en el revestimiento de partículas metálicas son,  
pero no a título limitativo, los sistemas termoendurecibles  
en los que el componente polimérico es un poliéster, un po-  
liepóxido y poliésteres, poliepóxidos y acrílicos modificados  
con uretano. Como en el caso de los acrílicos descritos más  
específicamente en lo que antecede, estos pueden ser políme-  
ros auto-reticulables o pueden ser una combinación de un po-  
25       límero funcional y un compuesto monomérico co-reactivo que  
sirve como agente reticulante.

30       Las pinturas en polvo termoendurecibles preferidas  
conocidas por los solicitantes para las capas de acabado de  
automóviles, donde encuentran su mayor aplicación los pigmen-  
tos metálicos, están constituidas esencialmente por un copo-

1 límero con función epoxi de monómeros olefínicamente insatu-  
rados y un agente reticulante para el mismo. Estas pinturas,  
a excepción de los pigmentos, también pueden contener agen-  
tes de control de la fluidez, catalizadores, etc., en canti-  
5 dades muy pequeñas.

El copolímero a que nos hemos referido en el párrafo anterior tiene un peso molecular promedio ( $\bar{M}_n$ ) comprendido aproximadamente entre 1500 y 15.000 y una temperatura de transición vítrea en el intervalo de 40 a 90°C. La función epoxi se logra empleando un éster glicídilico de un ácido carboxílico monoetilénicamente insaturado, v.g. acrilato de glicidilo o metacrilato de glicidilo, como uno de los monómeros constituyentes del copolímero. Este monómero debe constituir aproximadamente entre el 5 y el 20 % del peso total. También puede emplearse una función adicional, v.g. una función hidroxilo o una función amida, por inclusión de un hidroxiacrilato o metacrilato C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>, v.g. acrilato de etilo, metacrilato de etilo, acrilato de propilo o metacrilato de propilo o de una amida  $\alpha,\beta$ -olefínicamente insaturada, v.g. acrilamida o metacrilamida, entre los monómeros constituyentes. Cuando se emplea esta función adicional, los monómeros que la proporcionan constituyen alrededor del 2 al 10 % en peso de los monómeros constituyentes. El resto del copolímero, es decir, alrededor del 70 al 93 % en peso de los monómeros constituyentes, está formado por monómeros monofuncionales, olefínicamente insaturados, es decir, siendo la única función la insaturación etilénica. Estos monómeros monofuncionales olefínicamente insaturados están formados, por lo menos en una proporción mayoritaria, es decir, superior al 50 % del peso de los monómeros constituyentes, por monómeros acrílicos. Los

10  
15  
20  
25  
30

1 monómeros acrílicos monofuncionales preferidos para este fin  
son los ésteres de alcoholes monohídricos  $C_1-C_3$  y ácido acrí-  
lico o metacrílico, v.g. metacrilato de metilo, acrilato de  
5 etilo, metacrilato de propilo, acrilato de butilo, metacri-  
lato de butilo, acrilato de hexilo y acrilato de 2-etilhexilo.  
En esta realización preferida, el resto, si hay algo, aparte  
de los monómeros antes mencionados con función epoxi, hidro-  
xi y amida que también tienen una función de insaturación  
olefínica consumida en la formación del copolímero por poli-  
10 merización, está constituido preferiblemente por hidrocarbu-  
ros monovinílicos  $C_8-C_{12}$ , v.g. estireno, viniltolueno,  $\alpha$ -  
metilestireno y terc-butilestireno. Otros monómeros vinílicos  
que son adecuados en pequeñas cantidades, es decir, entre 0  
y 30 % en peso de los monómeros constituyentes, son el clo-  
15 ruro de vinilo, acrilonitrilo, metacrilonitrilo y acetato de  
vinilo.

Los agentes reticulantes empleados con el copolímero  
antes descrito tendrán una función que reaccionará con la  
función del copolímero. Así, todos los agentes reticulantes  
20 mencionados antes de ahora al hablar de las patentes y soli-  
citudes de patentes sobre pinturas en polvo, v.g. ácidos di-  
carboxílicos alifáticos saturados  $C_4-C_{20}$ , mezclas de ácidos  
dicarboxílicos alifáticos saturados  $C_4-C_{20}$  y ácidos monocar-  
boxílicos de un número de átomos de carbono en el mismo inter-  
25 valo, copolímeros terminados en carboxi con un peso molecu-  
lar ( $\bar{M}_n$ ) comprendido entre 50 y 3000, anhídridos monoméricos,  
preferiblemente anhídridos con un punto de fusión compendi-  
do entre 35 y 140°C aproximadamente, v.g. anhídrido ftálico,  
anhídrido maleico, anhídrido ciclohexano-1,2-dicarboxílico,  
30 anhídrido succínico, etc., homopolímeros de anhídridos mono-

1 méricos y mezclas de estos anhídridos e hidroxiaácidos con un  
punto de fusión comprendido entre 40 y 150°C, son adecuados  
para uso como agentes reticulantes para estos copolímeros.  
Las descripciones de todas estas patentes y solicitudes de  
5 patentes aquí mencionadas se incorporan por referencia. En  
general, estos agentes reticulantes se emplean en cantidades  
tales que proporcionan aproximadamente entre 0,3 y 1,5, de  
preferencia entre aproximadamente 0,8 y 1,2 grupos funciona-  
les que pueden reaccionar con los grupos funcionales del co-  
10 polímero por cada grupo funcional del copolímero.

El término "monómero vinílico" en el sentido utilizado  
aquí significa un compuesto monomérico que en su estructura  
molecular contiene el grupo funcional  $\begin{matrix} X & H \\ | & | \\ -C & -C-H \end{matrix}$  donde X es un  
átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

15 El término "α,β-insaturación" en el sentido utiliza-  
do aquí incluye la insaturación olefínica que se encuentra  
entre dos átomos de carbono que están en las posiciones α y  
β con respecto a un grupo activante tal como un grupo carbo-  
xilo, v.g. la insaturación olefínica del anhídrido maleico,  
20 y la insaturación olefínica entre los dos átomos de carbono  
que están en las posiciones α y β con respecto al extremo de  
una cadena alifática carbono-carbono, v.g. la insaturación  
olefínica del ácido acrílico o del estireno.

#### DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

25 La preparación de las laminillas metálicas revestidas  
se lleva a cabo en un disolvente del formador de película  
que sea suficientemente volátil para un eficiente secado  
por atomización y que no reaccione químicamente con el forma-  
dor de película ni con las laminillas metálicas hasta tal  
30 punto que modifique significativamente sus propiedades o

1 aspecto, dentro de los tiempos de contacto empleados para  
llevar a cabo el proceso de secado por atomización. Un di-  
solvente preferido para este fin es el cloruro de metileno.  
5 Otros disolventes que pueden ser utilizados son tolueno,  
xileno, metil-etil-cetona, metanol, acetona y naftas de bajo  
punto de ebullición.

Una formulación típica para un material de alimenta-  
ción para el secadero por atomización de acuerdo con este in-  
vento incluiría los siguientes ingredientes:

	<u>Partes en peso</u>
pasta de aluminio (65 % de Al)	30,00
formador de película	11,00
MeCl <sub>2</sub>	200,00

15 Los parámetros típicos de operación para un secadero  
por atomización convencional, de 3 pies (0,91 m) de diámetro,  
equipado con un atomizador convencional de boquilla para dos  
fluidos, v.g. un gas y un líquido como en la atomización con-  
vencional por aire de pinturas líquidas con pistola de pul-  
verización, son los siguientes:

20 Caudal de aire	197 pies <sup>3</sup> /minuto (5568 dm <sup>3</sup> /minuto)
caudal de alimentación	380 ml/minuto
temperatura de entrada del aire	180°F (82°C)
25 temperatura de salida del aire	80°F (27°C)
cantidad de producto	6 libras/hora (2722 g/hora)

El aluminio revestido, tal como se recibe del secade-  
ro por atomización, se tamiza después por un tamiz del tama-  
ño de partícula deseado, v.g. un tamiz de 44 micras, para  
30 separar las partículas excesivamente grandes. Aproximadamen-

1 te el 20 % del producto en forma de partículas de tamaño ex-  
cesivo se desprecia.

5 El componente en polvo no metálico, denominado en lo  
que sigue "componente en polvo" comprende el componente for-  
mador de película primario y, cuando el acabado ha de ser  
policromático, por lo menos un componente no metálico pro-  
ductor de color. Este componente no metálico productor de  
10 color puede ser un pigmento, colorante o tinte en partículas.  
Para los fines de esta invención, el blanco y el negro serán  
considerados colores ya que deben ser agregados como mate-  
rial reflector de la luz o absorbente de la luz al formador  
de película orgánico para comunicar al acabado un aspecto  
15 blanco o negro de la misma manera que debe agregarse un ma-  
terial al formador de película orgánico para reflejar los  
rayos luminosos que envían al ojo un color mientras absorben  
los otros.

La formulación del componente en polvo no metálico,  
que en el caso de un acabado policromático contiene un com-  
ponente no metálico productor de color, se realiza teniendo  
20 en cuenta el color particular seleccionado para emplear con  
el componente metálico de color y la cantidad de componente  
metálico de color a emplear. El componente en polvo es cuan-  
titativamente formulado teniendo en cuenta la cantidad de  
material que se introduce por adición de las partículas me-  
25 tálicas revestidas.

Una composición típica para el componente en polvo es  
la siguiente:

	<u>Partes en peso</u>
1	formador de película 94,33
	aditivo de control de la fluidez 0,67
	pigmento 5,00

5 La preparación y transformación del componente en polvo no metálico en forma de polvo se consigue por una de las técnicas convencionales de preparación de polvos, v.g. extrusión, secado por atomización o extracción con disolvente. Una vez en forma de polvo, este material se tamiza a través de un tamiz adecuado, v.g. un tamiz de 74 micras.

10 La etapa final en la preparación del material de revestimiento en polvo de esta invención es la mezcla de los dos componentes principales, es decir, el componente metálico en partículas con un revestimiento orgánico termoplástico y el componente en polvo no metálico. Las proporciones exactas de los dos componentes principales, naturalmente, dependerán de la formulación específica y de la cantidad de metal necesaria. En el ejemplo típico antes descrito, si se mezclan alrededor de 98,5 partes en peso del componente en polvo no metálico con alrededor de 1,5 partes en peso del aluminio revestido, se obtiene una pintura de acabado de automóviles "poco metálica".

15 El aspecto del revestimiento acabado, naturalmente, será un factor fundamental en la selección de la concentración total de las laminillas de aluminio en la composición de pintura en polvo total. Esta concentración variará desde un porcentaje en peso de la composición de pintura en polvo muy bajo en algunos acabados policromáticos, es decir, de solamente alrededor del 0,005 % en peso, hasta un porcentaje en peso de la composición de pintura en polvo total mucho

1 más alto en los llamados acabados "Argent", es decir, hasta  
alrededor del 25 % en peso cuando el aluminio es el único  
metal empleado. Si, por ejemplo, el revestimiento secado por  
5 atomización sobre las laminillas constituye alrededor del 2  
al 30 % del peso de las laminillas, entonces el componente  
metálico total de la composición de pintura en polvo cons-  
tituirá aproximadamente entre el 0,005 y el 32,50 % en peso  
de la composición de pintura en polvo total, ventajosamente  
entre 0,25 y 28,75 y preferiblemente entre 0,54 y 28,25 % en  
10 peso, aproximadamente. Estas cifras serán modificadas por el  
peso del níquel en polvo que sustituye a una parte del alumi-  
nio. El polvo formador de película principal y el pigmento  
no metálico, si hay alguno, formarán el resto de la composi-  
ción de pintura en polvo. El pigmento no metálico constitui-  
rá entre 0 y aproximadamente 22 % del peso de la composición  
15 total.

Esta invención será mejor comprendida mediante los  
siguientes ejemplos ilustrativos.

EJEMPLO 1

20 (a) Preparación de las laminillas de aluminio revestidas

Se prepara un material de revestimiento termoplástico  
para revestir las laminillas de aluminio a partir de los si-  
guientes materiales, utilizando el procedimiento después des-  
crito:

	<u>Partes en peso</u>
poli(metacrilato de metilo) $\bar{M}_n = 15.000$	100
poli(metacrilato de laurilo) $\bar{M}_n = 10.000$	2

30 Los ingredientes anteriores se mezclan en una mezcla-

1 dora de volteo de cápsula gemela durante 10 minutos y después se muelen a rodillos a 190°C durante 15 minutos. La mezcla se enfría y se pulveriza hasta que atraviesa un tamiz de 200 mallas.

5 Se combinan 2 partes en peso de esta mezcla termoplástica con 30 partes en peso de pasta de aluminio (35 % en peso de esencia mineral y 65 % en peso de laminillas de aluminio que atraviesan un tamiz de 325 mallas y tienen una superficie específica típica de 7,5 m<sup>2</sup>/g, un diámetro máximo de partícula inferior a 45 micras y la distribución de tamaños de partícula más común está comprendida aproximadamente entre 7 y 15 micras), 0,20 partes en peso de bromuro de tetrabutylamonio y 200 partes en peso de cloruro de metileno, bajo una agitación de pequeño cizallamiento con objeto de dispersar el aluminio en el material termoplástico sin dañar a los copos de aluminio.

15 Una vez que se ha preparado la dispersión anterior, se seca por atomización de manera que produce laminillas de aluminio individuales recubiertas con un delgado revestimiento continuo de polímero seco. Esto se realiza en un secadero por atomización de 3 pies (0,91 m) de diámetro provisto de una boquilla de dos fluidos, en posición en contracorriente, utilizando las siguientes condiciones:

25	caudal de aire en la cámara secadora	200 pies <sup>3</sup> (5660 dm <sup>3</sup> )
	caudal de alimentación de la mezcla	380 ml/minuto
	temperatura de entrada del aire	180°F (82°C)
30	presión de aire para la atomización de dos fluidos	80 libras (5,6 kg/cm <sup>2</sup> )

1 El producto obtenido en este proceso presenta una com  
posición global de aproximadamente 19,5 partes en peso de  
aluminio, 2,0 partes en peso de la mezcla termoplástica antes  
descrita en este ejemplo y una pequeña cantidad del disolven-  
5 te residual, es decir, 0,05 a 0,2 partes, que no se ha vola-  
tilizado durante el proceso de secado por atomización. Este  
producto se tamiza después a través de un tamiz de 44 micras.

(b) Preparación del componente no metálico en polvo

10 Se prepara una pintura en polvo termoplástica a par-  
tir de los siguientes materiales, utilizando el procedimiento  
y los ingredientes descritos a continuación:

	<u>Partes en pes</u>
poli(metacrilato de metilo)	
$\bar{M}_n = 40.000$	100
15 poli(metacrilato de laurilo)	
$\bar{M}_n = 120.000$	2
bromuro de tetrabutilamonio	0,5

Los ingredientes anteriores se mezclan en una mezcla-  
dora de volteo de cápsula gemela durante 10 minutos y después  
20 se muelen a rodillos a 190°C durante 15 minutos. La mezcla  
se enfría y se pulveriza hasta que atraviesa un tamiz de  
200 mallas.

25 El componente en polvo no metálico de la composición  
de revestimiento en polvo se prepara mezclando 188 partes en  
peso de este material termoplástico con los siguientes mate-  
riales:

	<u>Partes en peso</u>
poli(acrilato de laurilo)	
$\bar{M}_n = 10.000$	1,34
pigmento verde ftalo	2,77
30 pigmento amarillo de óxido de hierro	7,24

1           Se obtiene una mezcla homogénea de los ingredientes  
anteriores moliendo a bolas durante 2 horas. Después esta mez  
cla se extruye a 100°C en una extruidora amasadora. El sólido  
así obtenido se pulveriza en un molino de impactos, es decir,  
5 un molino de impactos con clasificación por aire y se tamiza  
a través de un tamiz de 200 mallas.

(c) Preparación del material de revestimiento en polvo

10           Se produce un material de revestimiento en polvo de  
acuerdo con esta invención mezclando 1,65 partes en peso de  
las laminillas de aluminio revestidas con 98,35 partes en pe  
so del componente en polvo no metálico. Se obtiene una mezcla  
homogénea de los dos componentes volteando rápidamente el ma  
terial en una vasija parcialmente llenada durante 20 minutos,  
en las condiciones ambiente, es decir, alrededor de 65 a  
15 75°F (18 a 24°C). Cuando se prepara el polvo por este método,  
resultará evidente para los expertos en la técnica que los  
tiempos reales de mezcla pueden variar algo con el tamaño de  
la vasija y con la acción mecánica.

20           El polvo así obtenido se pulveriza después sobre un  
substrato de acero eléctricamente conectado a tierra, con una  
pistola pulverizadora de polvo electrostática convencional,  
que opera a un voltaje de carga de unos 50 KV. Después de pul  
verizar, el substrato recubierto se calienta a unos 392°F  
25 (200°C) durante unos 20 minutos. El revestimiento así obteni  
do presenta buena orientación y variación de la profundidad  
de las partículas metálicas.

EJEMPLO 2

30           Se prepara un material de revestimiento en polvo si  
guiendo el procedimiento del Ejemplo 1, con las siguientes  
diferencias: (1) La mezcla inicial para la preparación de las

1 laminillas de aluminio revestidas tiene la siguiente composición:

	<u>Partes en peso</u>
5 pasta de aluminio (65 % en peso de aluminio y 35 % en peso de esencia mineral)	30,00
bromuro de tetrabutilamonio	
mezcla termoplástica	
(a) poli(metacrilato de metilo) $\bar{M}_n = 12.000$ 100	
(b) poli(metacrilato de laurilo) $\bar{M}_n = 9000$ 2	5,46
10 poli(acrilato de butilo) $\bar{M}_n = 9000$	0,03
cloruro de metileno	250,00

Este material se mezcla y se seca por atomización como en el Ejemplo 1 y en el material resultante las laminillas presentan un revestimiento que es aproximadamente 2,5 veces más grueso que el de las laminillas revestidas del Ejemplo 1. La composición empírica del producto secado por atomización es en peso la que sigue:

	<u>Partes en peso</u>
20 aluminio (seco)	19,5
material de revestimiento termoplástico	5,49

(2) Como la cantidad de revestimiento sobre las laminillas de aluminio es aquí suficientemente grande para constituir un factor significativo, se tiene en cuenta cuando se formula el componente en polvo no metálico. Aquí, el componente en polvo no metálico se prepara combinando 188 partes en peso del componente en polvo no metálico del Ejemplo 1 (b) con los siguientes ingredientes:

30

1

Partes en peso

poli(acrilato de laurilo)

$\bar{M}_n = 10.000$

1,33

pigmento verde ftalo

1,85

5

óxido de hierro amarillo

9,18

La transformación subsiguiente del componente en polvo no metálico es igual a la del Ejemplo 1.

10

(3) La mezcla de componente metálico revestido y del componente en polvo no metálico es alterada debido al espesor del revestimiento sobre las laminillas de aluminio. La relación aquí es 1,93 partes en peso de aluminio revestido con 98,08 partes en peso del componente en polvo no metálico. El revestimiento en polvo resultante mantiene el mismo nivel de pigmento y, a exclusión del bromuro de tetraalquilamonio, tiene la siguiente composición:

15

Partes en peso

aluminio

1,50

material de revestimiento termoplástico

93,58

20

pigmento verde ftalo

1,50

óxido de hierro amarillo

3,42

25

Este material se mezcla, se tamiza, se pulveriza electrostáticamente sobre un substrato de acero y se cura por la acción del calor como en el Ejemplo 1. El acabado obtenido tiene propiedades similares a la de los revestimientos preparados en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 3

30

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que el componente en polvo no metálico (b) se prepara por el mismo procedimiento pero con materiales diferentes. Aquí,

1 el formador de película termoplástico está constituido por los siguientes materiales:

		<u>Partes en peso</u>
5	poli(metacrilato de metilo) $\bar{M}_n = 60.000$	100
	poli(metacrilato de tridecilo) $\bar{M}_n = 80.000$	4
	cloruro de tribencilamonio	0,2

EJEMPLO 4

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que el formador de película para revestir las laminillas de aluminio en (a) se prepara por el mismo procedimiento pero con diferentes materiales y el componente en polvo no metálico (b) se prepara por el mismo procedimiento pero con materiales diferentes: El formador de película utilizado para  
15 revestir las laminillas de aluminio (a) en este ejemplo es una mezcla de:

		<u>Partes en peso</u>
20	poli(metacrilato de metilo) $\bar{M}_n = 10.000$	100,0
	poli(metacrilato de butilo) $\bar{M}_n = 15.000$	6,0
	cloruro de trimetilbencilamonio	0,02

El formador de película del componente en polvo no metálico (b) en este ejemplo es una mezcla de:

		<u>Partes en peso</u>
25	poli(metacrilato de metilo) $\bar{M}_n = 80.000$	100,0
	poli(metacrilato de butilo) $\bar{M}_n = 100.000$	6,0
30	cloruro de estearildimetilbencilamonio	0,6

EJEMPLO 5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que el formador de película del componente en polvo no metálico (b) se prepara por el mismo procedimiento pero con materiales diferentes. Aquí, el formador de película termoplástico está constituido por los siguientes materiales:

Partes en peso

copolímero de acrilato ( $\bar{M}_n = 15.000$ ) (75 partes metacrilato de metilo y 25 partes de metacrilato de butilo)	100
poli(acrilato de 2-etilhexilo) $\bar{M}_n = 10.000$	0,8
bromuro de tetraetilamonio	0,3

EJEMPLO 6

Se repite el procedimiento del Ejemplo 5 con la única excepción de que el copolímero de 75 partes de metacrilato de metilo y 25 partes de metacrilato de butilo se sustituye por una cantidad igual de un copolímero de 60 partes de metacrilato de metilo y 40 partes de metacrilato de butilo ( $\bar{M}_n = 80.000$ ).

EJEMPLO 7

Se repite el procedimiento del Ejemplo 5 con la única excepción de que el copolímero de 75 partes de metacrilato de metilo y 25 partes de metacrilato de butilo se sustituye por una cantidad igual de un copolímero de 80 partes de metacrilato de metilo y 20 partes de acrilato de etilo ( $\bar{M}_n = 80.000$ ).

EJEMPLO 8

Se repite el procedimiento del Ejemplo 5 con la única excepción de que el copolímero de 75 partes de metacrilato de metilo y 25 partes de metacrilato de butilo se sustituye por

1 una cantidad igual de un copolímero de 85 partes de estireno  
y 15 partes de acrilato de butilo.

EJEMPLO 9

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la dife-  
rencia de que el formador de película del componente en polvo  
no metálico (b) se prepara por el mismo procedimiento pero  
con materiales diferentes. Aquí, el formador de película ter-  
moplástico está constituido por los siguientes materiales:

	<u>Partes en peso</u>
10 copolímero de acrilato - $\bar{M}_n = 40.000$ (un copolímero de 98 partes de me- tacrilato de metilo y 2 partes de metacrilato de glicidilo)	100
poli(acrilato de butilo) $\bar{M}_n = 50.000$	0,8
bromuro de tetrametilamonio	0,2

15 EJEMPLO 10

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la di-  
ferencia de que el formador de película del componente en  
polvo no metálico (b) se prepara utilizando los materiales y  
procedimientos indicados a continuación.

20 Se prepara un copolímero acrílico con función epoxi  
de monómeros vinílicos como sigue.

<u>Ingredientes</u>	<u>Partes en peso</u>
metacrilato de glicidilo	15
metacrilato de metilo	45
25 metacrilato de butilo	40

Los ingredientes anteriores se mezclan entre sí. Se  
disuelven 3 partes en peso de 2,2'-azo-bis(2-metilpropioni-  
trilo), en adelante denominado AIBN, en la mezcla de monóme-  
ros. La mezcla se agrega lentamente sobre 100 partes de to-  
lueno a reflujo y se agita fuertemente bajo atmósfera de ni-  
30

1 trógeno. En la parte superior de la vasija de tolueno se dis-  
pone un condensador para condensar los vapores de tolueno y  
devolverlos a la vasija. La mezcla de monómeros se agrega  
a través de una válvula reguladora, y la velocidad de adi-  
5 ción se controla para mantener la temperatura de reflujo  
(109-112°C) suministrando sólo una pequeña fracción del ca-  
lor desde un calentador externo. Una vez completada la adi-  
ción de la mezcla de monómeros, se mantiene el reflujo me-  
diante la fuente de calor externa durante 3 horas adiciona-  
10 les.

La solución se vierte en bandejas de acero inoxidable  
de poco fondo. Estas bandejas se colocan en una estufa de  
vacío y el disolvente se evapora. A medida que se separa el  
disolvente, la solución de copolímero se vuelve más concen-  
15 trada. La temperatura de la estufa de vacío se eleva hasta  
unos 110°C. Se continúa secando hasta que el contenido en di-  
solvente del copolímero es inferior al 3 %. Se enfrían las  
bandejas y el copolímero se recoge y se muele hasta que atra-  
viesa un tamiz de 20 mallas. El copolímero tiene una tempera-  
20 tura de transición vítrea de 53°C y un peso molecular  
( $\bar{M}_n$ ) de 4000.

Se mezclan 100 partes en peso del copolímero moli-  
do con los siguientes materiales:

	<u>Partes en peso</u>
25 ácido azelaico	10,0
bromuro de tetrabutilamonio	0,2
poli(acrilato de laurilo) ( $\bar{M}_n =$ 10.000)	0,5

30 Los materiales se mezclan entre sí en un molino de  
bolas durante 2 horas. La mezcla se muele a rodillos a 85-

1 90°C durante 5 minutos. El sólido obtenido se muele en un  
molino de bolas y el polvo se tamiza con un tamiz de 140  
mallas.

EJEMPLO 11

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 10 con la di-  
ferencia de que el formador de película del componente en  
polvo no metálico se prepara como en el Ejemplo 10 emplean-  
do 166 partes en peso del copolímero con función epoxi mo-  
lido del Ejemplo 10, 22,64 partes en peso de ácido azelaico,  
10 0,30 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio y 1,33  
partes de poli(acrilato de laurilo),  $\bar{M}_n = 10.000$ .

EJEMPLO 12

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de las siguientes diferencias:

15 (1) El revestimiento de las laminillas de aluminio  
se prepara a partir de 30 partes en peso de la misma pasta  
de aluminio empleada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso  
de aluminio), 0,4 partes en peso de bromuro de tetraetil-  
amonio y 4,7 partes en peso del material de revestimiento ter-  
20 moplástico.

(2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se ajusta  
25 el componente en polvo no metálico y se emplea con las la-  
minillas de aluminio revestido en una cantidad tal que da un  
material de revestimiento en polvo para ser pulverizado con  
el mismo nivel de carga de pigmento que en este mismo mate-  
rial en el Ejemplo 1.

30 El material de revestimiento en polvo resultante es  
electrostáticamente pulverizado sobre un substrato de acero  
y curado por la acción del calor sobre el mismo, como en el  
Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene un aspecto similar

1 al obtenido en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 13

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, con las siguientes diferencias:

5 (1) El revestimiento de las laminillas de aluminio se prepara a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio empleada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio), 0,2 partes en peso de bromuro de tetraetilamonio y 0,98 partes en peso del material de revestimiento termoplástico.

10 (2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se ajusta el componente en polvo no metálico y se emplea con las laminillas de aluminio revestidas en una cantidad tal que da el material de revestimiento en polvo que ha de ser pulverizado con el mismo nivel de carga de pigmento que el mismo material del Ejemplo 1.

15 El material de revestimiento en polvo resultante es electrostáticamente pulverizado sobre un substrato de acero y curado por la acción del calor sobre el mismo, como en el Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene un aspecto similar al obtenido en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 14

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con las diferencias:

25 (1) El revestimiento de las laminillas de aluminio se prepara a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio utilizada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio), 0,2 partes en peso de yoduro de tetraetilamonio y 2,93 partes en peso del material de revestimiento termoplástico.

30

1 (2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se  
ajusta el componente en polvo no metálico y se emplea con  
las laminillas de aluminio revestido en una cantidad tal que  
da el material de revestimiento en polvo que ha de ser pul-  
5 verizado con el mismo nivel de carga de pigmento que el mis-  
mo material en el Ejemplo 1.

El material de revestimiento en polvo resultante es  
electrostáticamente pulverizado sobre un substrato de acero  
y curado por la acción del calor sobre el mismo, como en el  
10 Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene un aspecto similar  
al obtenido en el Ejemplo 1.

#### EJEMPLO 15

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, con las  
siguientes diferencias:

15 (1) El revestimiento de las laminillas de aluminio  
se prepara a partir de 30 partes en peso de pasta de alumi-  
nio (19,5 partes en peso de aluminio), 0,3 partes en peso  
de cloruro de tetrabutilamonio y 1,76 partes en peso del  
material termoplástico.

20 (2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se  
ajusta el componente en polvo no metálico y se emplea con  
las laminillas de aluminio revestidas en una cantidad tal  
que da el material de revestimiento en polvo que ha de ser  
pulverizado con el mismo nivel de carga de pigmento que el  
25 mismo material en el Ejemplo 1.

El material del revestimiento en polvo resultante  
se pulveriza electrostáticamente sobre un substrato metálico  
y se cura por la acción del calor sobre el mismo, como en  
el Ejemplo 1, y el acabado resultante tiene un aspecto simi-  
30 lar al obtenido en el Ejemplo 1.

1

EJEMPLO 16

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, con las siguientes diferencias:

5

(1) El revestimiento de las laminillas de aluminio se prepara a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio empleada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio), 0,3 partes en peso de bromuro de tetraetilamonio y 2,54 partes en peso del material de revestimiento termoplástico.

10

(2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se ajusta el componente en polvo no metálico y se emplea con las laminillas de aluminio revestidas en una cantidad tal que da el material de revestimiento en polvo que ha de ser pulverizado con el mismo nivel de carga de pigmento que el mismo material en el Ejemplo 1.

15

El material de revestimiento en polvo resultante es electrostáticamente pulverizado sobre un substrato metálico y curado por la acción del calor sobre el mismo, como en el Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene un aspecto similar al obtenido en el Ejemplo 1.

20

EJEMPLO 17

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con las siguientes diferencias:

25

(1) Se prepara el revestimiento de las laminillas de aluminio a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio empleada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio), 0,20 partes en peso de bromuro de tetraetilamonio y 0,39 partes en peso del material de revestimiento termoplástico.

30

(2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se

1 ajusta el componente en polvo no metálico y se emplea con  
las laminillas de aluminio revestidas en una cantidad tal  
que da el material de revestimiento en polvo que ha de ser  
5 pulverizado con el mismo nivel de carga de pigmento que es-  
te mismo material en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 18

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, a excep-  
ción de que el componente en polvo no metálico es un copo-  
límico con función epoxi y función hidroxilo de monómeros vi-  
10 nílicos, preparado como sigue:

<u>Sustancias reaccio- nantes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Porcentaje en peso so- bre las sustancias reac- cionantes totales</u>
metacrilato de glicidilo	225,0	15
15 metacrilato de hidroxio- etilo	75,0	5
metacrilato de butilo	600,0	40
estireno	75,0	5
metacrilato de metilo	525,0	35

Los monómeros citados se mezclan en las proporciones  
20 establecidas y se añaden a la mezcla de monómeros 70,0 g  
(4,5 % basado sobre los pesos combinados de las sustancias  
reaccionantes) de 2,2'-azo-bis(2-metilpropionitrilo), en  
adelante denominado AIBN. La solución se añade gota a gota  
durante un periodo de 3 horas sobre 1500 ml de tolueno a  
25 100-108°C, bajo atmósfera de nitrógeno. Después se añaden  
a lo largo de media hora 0,4 g de AIBN disueltos en 10 ml  
de acetona y se continúa refluendo durante 2 horas más.

La solución de polímero en tolueno se diluye en  
1500 ml de acetona y se coagula en 16 litros de hexano. El  
30 polvo blanco se seca en una estufa de vacío a 55°C durante

1 24 horas. Este copolímero tiene un peso molecular  
 $M_w/M_n = 6750/3400$  y el peso molecular por grupo epoxi es al-  
rededor de 1068.

5 Se produce un material termoendurecible mezclando  
166 partes del copolímero con función epoxi y función hidro-  
xi con 22,65 partes en peso de ácido azelaico y 1,34 partes  
en peso de poli(acrilato de laurilo) -  $\bar{M}_n = 10.000$ .

10 Se obtiene una mezcla homogénea de los ingredientes  
anteriores moliendo a bolas durante 2 horas. Después esta  
mezcla se extruye a 100°C en una extruidora amasadora. El  
sólido así obtenido se pulveriza en un molino de impacto, es  
decir, un molino de impacto con clasificación neumática y se  
tamiza a través de un tamiz de 200 mallas.

#### EJEMPLO 19

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 18 a excep-  
ción de que en lugar del ácido azelaico se emplea una canti-  
dad funcionalmente equivalente de poli(anhídrido azelaico).

#### EJEMPLO 20

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 19 a excep-  
ción de que alrededor del 35 % del poli(anhídrido azelaico)  
se sustituye por una cantidad funcionalmente equivalente de  
ácido 12-hidroxiesteárico.

#### EJEMPLO 21

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 18 con las  
siguientes diferencias:

(1) El copolímero con función epoxi y función hidro-  
xi se sustituye por un copolímero con función epoxi y fun-  
ción amida preparado a partir de los componentes citados a  
continuación en la forma después descrita:

30

	<u>Sustancias reaccionantes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Porcentaje en peso sobre las sustan- cias reaccionantes totales</u>
1	metacrilato de glicidilo	45	15
5	acrilamida	15	5
	metacrilato de butilo	111	37
	metacrilato de metilo	129	43

Los monómeros antes mencionados se mezclan en las proporciones indicadas y a la mezcla se añaden 11,0 g de 2,2'-azo-bis(2-metilpropionitrilo), en adelante denominado AIBN. La mezcla se agrega lentamente sobre 200 ml de tolueno calentado a 80-90°C que está siendo agitado 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 devolver el tolueno condensado a la vasija. La mezcla de monómeros se agrega a través de una válvula reguladora y la velocidad de adición se controla para mantener una temperatura de reacción de 90-110°C, suministrándose el resto del calor desde un calentador externo. Una vez completada la adición de la mezcla de monómeros (3 horas), se añaden a lo largo de un periodo de media hora 0,8 g de AIBN disueltos en 10 ml de acetona y se continúa refluendo durante 2 horas más.

La solución resultante de polímero en tolueno se diluye con 200 ml de acetona y se coagula en 2 litros de hexano. El polvo blanco se seca a vacío por encima de 55°C, durante 24 horas. Se determina que su peso molecular es  $M_w/M_n = 1000$  aproximadamente.

(2) El ácido azelaico se sustituye por una cantidad funcionalmente equivalente de un agente reticulante formado

1 por un polímero terminado en carboxi. Este agente reticulante se prepara de la siguiente forma: en un vaso de acero inoxidable de 500 ml, con una mufla de calefacción, se introducen 500 g de una resina epoxi comercial, Epon 1001  
5 (equivalente epóxido 450-525, intervalo de fusión 64-76°C y peso molecular promedio 900). La resina epoxi se calienta a 110°C. Mientras se agita la resina epoxi, se añaden 194 g de ácido azelaico. Después de un tiempo de reacción de 30 minutos, se obtiene una mezcla homogénea. La resina de la  
10 mezcla, que solamente ha semi-reaccionado, se vierte sobre una bandeja de aluminio y se enfría. La mezcla sólida se reduce a polvo hasta que atraviesa un tamiz de 100 mallas empleando una mezcladora. La resina de la mezcla solo ha semi-reaccionado porque si hubiera reaccionado totalmente no podría ser reducida a polvo.  
15

#### EJEMPLO 22

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que el poli(acrilato de laurilo) -  $\bar{M}_n = 10.000$  se sustituye por una cantidad equivalente de perfluorooctanoato de polietilenglicol ( $\bar{M}_n = 3400$ ).  
20

#### EJEMPLO 23

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que las laminillas de aluminio son revestidas con poli(acrilonitrilo)  $\bar{M}_n = 15.000$  y este revestimiento asciende al 5 % del peso de las laminillas de aluminio.  
25

#### EJEMPLO 24

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que las laminillas de aluminio se revisten con polihexametilenadipamida  $\bar{M}_n = 5000$  y este revestimiento asciende al 3 % en peso de las laminillas de aluminio.  
30

EJEMPLO 25

1 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de  
que las laminillas de aluminio se revisten con butirato de  
celulosa  $\bar{M}_n = 10.000$ , el disolvente es metanol y este reves-  
5 timiento asciende al 5 % en peso de las laminillas de alumi-  
nio. La temperatura del secadero por atomización se ajusta pa-  
ra compensar el cambio de disolvente.

EJEMPLO 26

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que las laminillas de aluminio se recubren con un poliés-  
ter, es decir, ftalato de glicol  $\bar{M}_n = 5000$ , el disolvente es  
acetona y este revestimiento asciende al 10 % en peso de las  
laminillas de aluminio. La temperatura del secadero por ato-  
mización se ajusta para compensar este cambio de disolvente.

EJEMPLO 27

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que las laminillas de aluminio se revisten con un copo-  
límero de estireno-metacrilato de metilo  $\bar{M}_n = 15.000$ , el di-  
solvente es acetona y este revestimiento asciende al 13 % en  
20 peso de las laminillas de aluminio. La temperatura del seca-  
dero por atomización se ajusta para compensar el cambio de di-  
solvente.

EJEMPLO 28

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de  
que las laminillas de aluminio se revisten con acetato de  
celulosa  $\bar{M}_n = 15.000$ , el disolvente es metanol y este revesti-  
miento asciende al 7 % en peso de las laminillas de aluminio.  
La temperatura del secadero por atomización se ajusta para  
30 compensar el cambio de disolvente.

EJEMPLO 29

1 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que las laminillas de aluminio se revisten con poliestire-  
no, el disolvente es tolueno y el revestimiento asciende al  
5 2,5 % del peso de las laminillas de aluminio. La temperatura  
del secadero por atomización se ajusta para compensar este  
cambio de disolvente.

EJEMPLO 30

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de  
que el componente en polvo no metálico contiene bromuro de  
tetrabutylamonio en la proporción de 0,14 % en peso y los re-  
vestimientos termoplásticos sobre las laminillas de aluminio  
contienen bromuro de tetrabutylamonio en la proporción media  
de 20 partes en peso por cada 100 partes en peso de formador  
15 de película orgánico termoplástico.

EJEMPLO 31

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que el componente en polvo no metálico contiene bromuro  
de tetrabutylamonio en la proporción de 0,07 partes en peso  
y el revestimiento termoplástico sobre las laminillas de alu-  
minio contiene bromuro de tetrabutylamonio en una proporción  
media de 10 partes en peso por 100 partes en peso de forma-  
dor de película orgánico termoplástico.

EJEMPLO 32

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que el componente en polvo no metálico contiene bromuro  
de tetrabutylamonio en la proporción de 0,05 % en peso y el  
revestimiento termoplástico sobre las laminillas de aluminio  
contiene bromuro de tetrabutylamonio en la proporción media  
30 de 1 parte en peso por cada 100 partes en peso de formador de

1 película orgánico termoplástico.

EJEMPLO 33

Se repite el procedimiento del Ejemplo 8 a excepción  
de que el bromuro de tetrabutylamonio se sustituye por una  
5 cantidad equivalente de cloruro de tetrabutylamonio.

EJEMPLO 34

Se repite el procedimiento del Ejemplo 8 a excepción  
de que el bromuro de tetrabutylamonio se sustituye por una  
cantidad equivalente de yoduro de tetrabutylamonio.

10 EJEMPLO 35

Se repite el procedimiento del Ejemplo 8 a excepción  
de que el bromuro de tetrabutylamonio se sustituye por una  
cantidad equivalente de bromuro de tetramethylamonio.

EJEMPLO 36

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 8 a excepción  
de que el componente en polvo no metálico contiene un 1 %  
en peso de bromuro de dodecildimetil(2-fenoxietil)amonio en  
lugar del bromuro de tetrabutylamonio y los revestimientos  
termoplásticos sobre las laminillas de aluminio contienen,  
20 en lugar de bromuro de tetrabutylamonio, bromuro de dodecil-  
dimetil(2-fenoxietil)amonio en una proporción media de 5 par-  
tes en peso por cada 100 partes en peso del formador de pe-  
lícula termoplástico.

EJEMPLO 37

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción  
de que el componente en polvo no metálico contiene un 1 % en  
peso de bromuro de dietil(2-hidroxietil)metilamonio en lugar  
del bromuro de tetrabutylamonio y los revestimientos termo-  
plásticos sobre las laminillas de aluminio contienen, en lu-  
30 gar del bromuro de tetrabutylamonio, bromuro de dietil(2-

1 hidroxietil)metilamonio en la proporción media de 3 partes  
en peso por cada 100 partes en peso del formador de película  
la termoplástico.

EJEMPLO 38

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción  
de que el componente en polvo no metálico contiene 0,1 % en  
peso de bromuro de tetrabutilamonio y los revestimientos so-  
bre las laminillas de aluminio contienen bromuro de tetra-  
butilamonio en la proporción media de 12 partes en peso por  
10 cada 100 partes en peso del formador de película termoplás-  
tico.

EJEMPLO 39

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción  
de que las laminillas de aluminio revestidas se sustituyen  
por un volumen igual de una mezcla de níquel en polvo y la-  
minillas de aluminio revestidas preparadas de la misma mane-  
ra que las utilizadas en el Ejemplo 1 y conteniendo una con-  
centración de bromuro de tetrabutilamonio igual a la conte-  
nida en las laminillas revestidas del Ejemplo 1. La relación  
20 ponderal de níquel en polvo a laminillas de aluminio reves-  
tidas en este ejemplo es de 1,5:1.

EJEMPLO 40

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 15 a excepción  
de que la relación ponderal de níquel en polvo a laminillas  
de aluminio revestidas es de 2,5:1.

EJEMPLO 41

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que el revestimiento de las laminillas de aluminio se  
prepara a partir de 30 partes en peso de la misma pasta de  
aluminio empleada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de

1 aluminio) y 4,7 partes en peso del material de revestimiento  
termoplástico empleado en el Ejemplo 1, 0,4 partes en peso  
de bromuro de tetrabutylamonio y 0,03 partes en peso de po-  
li(acrilato de laurilo).

5 El acabado curado obtenido tiene buenas propiedades  
físicas y buena variación de profundidad en la posición  
del pigmento metálico.

#### EJEMPLO 42

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que el revestimiento de las laminillas de aluminio se  
prepara a partir de 30 partes en peso de la pasta de alumi-  
nio utilizada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de alu-  
minio) y 2,93 partes en peso del material de revestimiento  
termoplástico empleado en el Ejemplo 1, 0,29 partes en peso  
15 de bromuro de tetrabutylamonio y 0,02 partes en peso de po-  
li(acrilato de laurilo).

El acabado curado obtenido tiene buenas propiedades  
físicas y buena variación de profundidad en la posición  
del pigmento metálico.

#### EJEMPLO 43

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción  
de que el revestimiento de las laminillas de aluminio se pre-  
para a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio  
empleada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio)  
25 y 1,76 partes en peso del material de revestimiento termo-  
plástico empleado en el Ejemplo 1, 0,18 partes en peso de  
bromuro de tetrabutylamonio y 0,01 partes en peso de poli-  
(acrilato de laurilo) -  $\bar{M}_n = 10.000$ .

30 El acabado curado obtenido tiene buenas propiedades  
físicas y buena variación de profundidad en la posición  
del pigmento metálico.

EJEMPLO 44

1  
5  
Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que el revestimiento de las laminillas de aluminio se prepara a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio utilizada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio) y 2,54 partes en peso del material de revestimiento termoplástico empleado en el Ejemplo 1, 0,25 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio y 0,01 partes en peso de poli-(acrilato de laurilo) -  $\bar{M}_n = 10.000$ .

10  
El acabado curado obtenido tiene buenas propiedades físicas y buena variación de profundidad en la posición del pigmento metálico.

EJEMPLO 45

15  
20  
Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que el revestimiento de las laminillas de aluminio se prepara a partir de 30 partes en peso de la pasta de aluminio utilizada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio) y 0,39 partes en peso del material de revestimiento termoplástico empleado en el Ejemplo 1, 0,04 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio y 0,002 partes en peso de poli-(acrilato de laurilo) -  $\bar{M}_n = 10.000$ .

25  
El acabado curado obtenido tiene buenas propiedades físicas y buena variación de profundidad en la posición del pigmento metálico.

EJEMPLO 46

30  
Se repite el procedimiento del Ejemplo 10 a excepción de que en lugar del copolímero con función epoxi del Ejemplo 1 se emplea una cantidad funcionalmente equivalente de un copolímero con función epoxi y función hidroxilo de monómeros  $\alpha, \beta$ -olefínicamente insaturados y el ácido azelaico se sus

1 tituye por una cantidad funcionalmente equivalente de poli-  
(anhídrido azelaico). El copolímero con función epoxi y fun-  
ción hidroxil empleado en este ejemplo se prepara a partir de  
los componentes citados a continuación en la forma después  
5 descrita:

<u>Sustancias reaccio-</u> <u>nantes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Porcentaje en peso so-</u> <u>bre las sustancias reac-</u> <u>cionantes totales</u>
metacrilato de glicidilo	225,0	15
metacrilato de hidroxietilo	75,0	5
10 metacrilato de butilo	600,0	40
estireno	75,0	5
metacrilato de metilo	525,0	35

Los monómeros mencionados se mezclan en las propor-  
ciones indicadas y a la mezcla de monómeros se añaden 70,0 g  
15 (4,5 % sobre los pesos combinados de las sustancias reaccio-  
nantes) de 2,2'-azo-bis(2-metilpropionitrilo), en adelante  
denominado AIBN. La solución se añade gota a gota a lo largo  
de un periodo de 3 horas sobre 1500 ml de tolueno a 100-108°C  
bajo atmósfera de nitrógeno. Después se añaden a lo largo de  
20 un periodo de media hora 0,4 g de AIBN disueltos en 10 ml de  
acetona y se continúa refluendo durante 2 horas más.

La solución de polímero en tolueno se diluye en  
1500 ml de acetona y se coagula en 16 litros de hexano. El pol-  
vo blanco se seca en una estufa de vacío a 55°C durante 24 ho-  
25 ras. Este copolímero tiene un peso molecular  $M_w/M_n = 6750/3400$   
y el peso molecular por grupo epoxi es aproximadamente 1068.

El acabado curado obtenido a partir del polvo pigmen-  
tado con aluminio de este ejemplo tiene buenas propiedades fí-  
sicas y las laminillas de aluminio presentan buena orienta-  
30 ción y buena variación de la profundidad.

1

EJEMPLO 47

5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 46 con la única diferencia de que alrededor del 35 % del poli(anhídrido azelaico) se sustituye por una cantidad funcionalmente equivalente de ácido 12-hidroxiesteárico.

EJEMPLO 48

10

Se repite el procedimiento del Ejemplo 10 a excepción de que en lugar del copolímero con función epoxi del Ejemplo 10 se emplea un copolímero con función epoxi y función amida de monómeros  $\alpha, \beta$ -olefínicamente insaturados y en lugar del ácido azelaico se emplea una cantidad funcionalmente equivalente de un polímero terminado en carboxi. El copolímero con función epoxi y función amida empleado en este ejemplo se prepara a partir de los siguientes componentes en la forma después descrita:

15

<u>Sustancias reaccionantes</u>	<u>Gramos</u>	<u>Porcentaje en peso sobre las sustancias reaccionantes totales</u>
metacrilato de glicidilo	45	15
acrilamida	15	5
20 metacrilato de butilo	111	37
metacrilato de metilo	129	43

25

Los monómeros mencionados se mezclan en las proporciones indicadas y a la mezcla se añaden 110 g de 2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), en adelante denominado AIBN. La mezcla se añade lentamente sobre 200 ml de tolueno calentado a 80-90°C que está siendo fuertemente agitado bajo atmósfera de nitrógeno. En la parte superior de la vasija de tolueno se coloca un condensador para condensar los vapores de tolueno y devolver el tolueno condensado a la vasija. La mezcla de

30

monómeros se agrega a través de una válvula reguladora y la

1 velocidad de adición se controla para mantener una temperatura  
de reacción de 90-110°C, suministrándose el resto del calor  
desde un calentador externo. Una vez completada la adición de  
la mezcla de monómeros (3 horas), se añaden 0,8 g de AIBN di-  
5 sueltos en 10 ml de acetona, a lo largo de media hora, y se con-  
tinúa refluendo durante 2 horas más.

La solución resultante de polímero en tolueno se di-  
luye con 200 ml de acetona y se coagula en 2 litros de hexa-  
no. El polvo blanco se seca en la estufa de vacío a 55°C du-  
10 rante 24 horas. Se determina que su peso molecular es  
 $M_w/M_n = 6700/3200$  y el PME (peso molecular por grupo epóxido)  
es alrededor de 1000.

El polímero terminado en carboxi que ha de utilizarse  
como agente reticulante se prepara a partir de los siguientes  
15 materiales de la forma siguiente: en un vaso de acero inoxi-  
dable de 500 ml, provisto de una mufia de calefacción, se in-  
troducen 500 g de una resina epoxi comercial, Epon 1001  
(equivalente epóxido 450-525, intervalo de fusión 64-75°C,  
peso molecular promedio 900). La resina epoxi se calienta a  
20 110°C. Mientras se agita la resina epoxi, se añaden 194 g de  
ácido azelaico. Después de un tiempo de reacción de 30 minutos,  
se obtiene una mezcla homogénea. La resina de la mezcla, que  
solo ha reaccionado parcialmente, se vierte en una bandeja  
de aluminio y se enfría. La mezcla sólida se reduce a polvo  
25 hasta que atraviesa un tamiz de 100 mallas mediante el uso de  
una mezcladora. Esta resina solo ha reaccionado parcialmente  
porque si hubiera reaccionado por completo no podría ser re-  
ducida a polvo. Una parte del polímero terminado en carboxi  
se pesa para formar una composición de revestimiento en polvo  
30 de acuerdo con esta invención.

1 El acabado curado obtenido a partir del polvo pigmentado con aluminio de este ejemplo tiene buenas propiedades físicas y las laminillas de aluminio presentan buena orientación y buena variación de profundidad.

5

EJEMPLO 49

Se repite el procedimiento del Ejemplo 10 a excepción de que en lugar del copolímero con función epoxi del Ejemplo 10 se emplea una cantidad funcionalmente equivalente de un copolímero con función hidroxil y en lugar del ácido azelaico se emplea una cantidad funcionalmente equivalente de hexametoximelamina.

10

El copolímero con función hidroxil empleado en este ejemplo se prepara a partir de los siguientes componentes en la forma después descrita:

15

<u>Partes en peso</u>	<u>Sustancias reaccionantes</u>
metacrilato de 2-hidroxietilo	15
acrilato de etilo	25
metacrilato de metilo	60

20

Un matraz de cuatro bocas y 1 litro de capacidad, que contiene 150 ml de metil-etil-cetona, se calienta hasta que el contenido del matraz se encuentra a una temperatura de reflujo de 85°C. Se añade gota a gota, durante un periodo de hora y media, una mezcla de los monómeros antes citados y 4 partes en peso de 2,2'-azo-bis(2-metilpropionitrilo), en adelante denominado AIBN, en una cantidad total de 208 g, sobre la mezcla de reacción que se mantiene a 85°C. Una vez completada la adición de los monómeros, se añaden gota a gota 0,5 g de AIBN (disueltos en 20 g de tolueno). Se continúa refluendo durante media hora más para completar la polimeriza-

25

30

1 ción.

La solución se vierte en bandejas de acero inoxidable de poco fondo. Estas bandejas se colocan en una estufa de vacío y se evapora el disolvente. A medida que se separa el disolvente, el copolímero se vuelve más concentrado. La temperatura de la estufa de vacío se eleva a 110°C. Se continúa secando hasta que el contenido en disolvente del copolímero es inferior al 3 %. Se enfrían las bandejas y el copolímero se recoge y se muele hasta que atraviesa un tamiz de 20 mallas.

El acabado curado obtenido a partir del polvo pigmentado con aluminio de este ejemplo tiene buen aspecto físico y las laminillas de aluminio están distribuidas con buena orientación y variación de la profundidad.

15 EJEMPLO 50

Se repite el procedimiento del Ejemplo 10 a excepción de que en lugar del copolímero con función epoxi y el ácido azelaico se emplea una cantidad funcionalmente equivalente de un copolímero auto-reticulante.

20 El copolímero auto-reticulante empleado en este ejemplo se prepara a partir de los siguientes componentes, en la forma después descrita:

<u>Sustancias reaccionantes</u>	<u>Gramos</u>
metacrilato de glicidilo	30
25 ácido metacrílico	21
metacrilato de metilo	129
metacrilato de butilo	120

Los monómeros antes citados se mezclan con 12 g de un iniciador, es decir, peroxipivato de terc-butilo. Se cargan 300 g de benceno en un matraz de 1 litro que está equi-

1 pado con un embudo de decantación. El matraz se calienta a  
80°C y con ello refluye el disolvente. Mientras se mantiene  
la temperatura de reacción a 80°C, se agrega gota a gota la  
mezcla de monómeros a lo largo de un periodo de 2 horas. Una  
5 vez completada la adición, se prosigue la reacción durante  
otras 2 horas. Entonces se enfría el contenido del matraz a  
la temperatura ambiente. Se mezclan 100 ml de la solución re-  
sultante con 0,3 g de poli(acrilato de 2-etilhexilo). Se dis-  
persa la mezcla y después se seca en una estufa de vacío a  
10 70°C. El revestimiento en polvo obtenido se muele hasta que  
atraviesa un tamiz de 200 mallas.

El acabado curado obtenido a partir del polvo pigmenta-  
do con aluminio de este ejemplo tiene buen aspecto físico y  
las laminillas de aluminio están distribuidas con buena orien-  
15 tación y variación de la profundidad.

#### EJEMPLO 51

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la única  
diferencia de que las laminillas de aluminio revestidas se  
mezclan con el polvo formador de película principal en una  
20 proporción tal que constituyen el 0,1 % del peso de la compo-  
sición total de pintura en polvo.

#### EJEMPLO 52

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la única  
diferencia de que las laminillas de aluminio revestidas se  
25 mezclan con el polvo principal formador de película en una  
cantidad tal que constituyen el 32,50 % del peso de la compo-  
sición total de pintura en polvo.

#### EJEMPLO 53

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, con la única  
30 diferencia de que las laminillas de aluminio revestidas se

1 mezclan con el polvo formador de película principal en una  
proporción tal que constituyen el 0,25 % del peso de la com-  
posición total de pintura en polvo.

EJEMPLO 54

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la única  
diferencia de que las laminillas de aluminio revestidas se  
mezclan con el polvo formador de película principal en una  
proporción tal que constituyen el 28,75 % del peso de la com-  
posición total de pintura en polvo.

10

EJEMPLO 55

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la única  
diferencia de que las laminillas de aluminio revestidas se  
mezclan con el polvo principal formador de película en una  
proporción tal que constituyen el 0,45 % del peso de la compo-  
sición total de pintura en polvo.

15

EJEMPLO 56

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con las dife-  
rencias de que las laminillas de aluminio revestidas son el  
único pigmento metálico empleado y constituyen el 10 % del pe-  
so de la composición total de pintura en polvo. En este ejem-  
plo, no se emplean pigmentos no metálicos.

20

EJEMPLO 57

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con las di-  
ferencias de que las laminillas de aluminio revestidas son el  
único pigmento metálico utilizado y constituyen el 1 % del pe-  
so de la composición total de pintura en polvo. En este ejem-  
plo, los pigmentos no metálicos constituyen el 21,9 % del pe-  
so de la composición total de pintura en polvo.

25

EJEMPLO 58

30

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con las si-

1 guientes diferencias de composición. Las laminillas de alumi-  
nio revestidas se mezclan con el polvo formador de película  
principal en una proporción tal que constituyen el 31,0 %  
del peso de la composición total de pintura en polvo y el  
5 polvo formador de película principal contiene, como único pig-  
mento no metálico, un pigmento verde ftalo en una proporción  
tal que constituye el 0,25 % del peso de la composición total  
de pintura en polvo.

EJEMPLO 59

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con las si-  
guientes diferencias de composición. Las laminillas de alumi-  
nio revestidas se mezclan con el polvo formador de película  
principal en una proporción tal que constituyen el 4,0 % del  
peso de la composición total de pintura en polvo y el polvo  
15 formador de película principal contiene una mezcla de pigmen-  
tos exentos de metales en una proporción tal que constituyen  
el 22 % del peso de la composición total de pintura en polvo.  
La mezcla de pigmentos exentos de metales está constituida  
predominantemente por amarillo de cromo con flaventron (ama-  
20 rillo orgánico), óxido de hierro rojo y negro de humo presen-  
te en proporciones comprendidas entre cantidades traza y más  
del 1 % en peso.

EJEMPLO 60

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la si-  
guiente diferencia de composición: las laminillas de alumi-  
nio revestidas se mezclan con el polvo principal formador de  
película en una proporción tal que constituyen el 0,5 % del  
peso de la composición total de pintura en polvo.

EJEMPLO 61

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción

1 de que las laminillas de aluminio revestidas se sustituyen  
por un volumen igual de una mezcla de níquel en polvo y lami-  
nillas de aluminio revestidas preparadas de la misma forma  
que las utilizadas en el Ejemplo 1 y conteniendo una concen-  
5 tración de bromuro de tetrabutlamonio igual a la contenida  
en las laminillas revestidas del Ejemplo 1. La relación pon-  
deral de níquel en polvo a laminillas de aluminio revestidas  
en este ejemplo es de 1,5:1.

EJEMPLO 62

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 15 a excepción  
de que la relación ponderal de níquel en polvo a laminillas  
de aluminio revestidas es de 2,5:1.

EJEMPLO 63

15 Se prepara una serie de pinturas en polvo, A-E, a  
partir de los siguientes materiales en la forma después des-  
crita y más tarde se pulverizan electrostáticamente como en  
el Ejemplo 1 con fines de ensayo:

Etapa I. Se mezclan íntimamente los materiales ci-  
tados a continuación:

20

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	<u>Partes en peso</u>				
1. pasta de aluminio (65 % de metal)	30,00	30,00	30,00	30,00	30,00
2. mezcla termoendure cible	9,75	13,65	19,5	29,25	39,00
25 (a) resina*	8,58	12,01	17,16	25,74	34,32
(b) poli(anhídri- do azelaico)	1,17	1,64	2,34	3,51	4,68
% basado sobre el peso del aluminio	50,00	70,00	100,00	150,00	200,00
3. poli(acrilato de laurilo)	0,06	0,08	0,12	0,18	0,23

	A	B	C	D	E
	Partes en peso				
1					
4. bromuro de tetra butilamonio	0,45	0,63	0,9	1,125	1,8
5					
5. cloruro de meti- leno	250,00	250,00	250,00	250,00	250,00

\* copolímero con función epoxi del Ejemplo 1.

10 Etapa II. Esta mezcla se seca después por atomiza-  
ción como en los ejemplos precedentes y se obtiene un pro-  
ducto que comprende laminillas de aluminio encapsuladas en  
una mezcla termoendurecible de resina y agente reticulante,  
donde los pesos relativos de los componentes son los siguien-  
tes:

	A	B	C	D	E
	Partes en peso				
15					
1. laminillas de alu- minio	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5
2. mezcla termoendu- recible	9,75	13,65	19,50	29,25	39,00
20					
3. poli(acrilato de laurilo)	0,06	0,08	0,12	0,18	0,23
4. bromuro de tetra- butilamonio	0,45	0,63	0,9	1,125	1,8

25 Etapa III. Estas laminillas de aluminio encapsuladas  
se tamizan a través de un tamiz de 44 micras. Todas las par-  
tículas que quedan sobre el tamiz son rechazadas.

30 Etapa IV. Se prepara una mezcla en polvo no metáli-  
ca mezclando íntimamente los materiales citados a continua-  
ción, después de lo cual la mezcla se reduce a polvo y se ta-  
miza a través de un tamiz de 75 micras. Todas las partículas  
que quedan sobre el tamiz se rechazan.

	A	B	C	D	E
Partes en peso					
1. resina*	166	166	166	166	166
5 2. ácido azelaico	22,64	22,64	22,64	22,64	22,64
3. poli(acrilato de laurilo)	1,34	1,34	1,34	1,34	1,34
4. pigmentos					
(a) verde ftalo	2,03	2,03	2,04	2,06	2,08
10     (b) óxido de hierro amarillo	8,04	8,07	8,11	8,18	8,25

\* copolímero con función epoxi del Ejemplo 1.

15 Etapa V. Se forma una mezcla uniforme a partir de las laminillas de aluminio encapsuladas de la Etapa III y la mezcla en polvo no metálico de la Etapa IV en las siguientes proporciones relativas:

	A	B	C	D	E
Partes en peso					
20 1. laminillas de aluminio encapsuladas	2,255	2,256	3,009	3,764	4,518
2. polvo no metálico	97,745	97,444	96,991	96,236	95,482

25 Las concentraciones relativas de los ingredientes en cada una de estas mezclas son prácticamente iguales.

Los polvos así obtenidos se pulverizan sobre substratos eléctricamente conectados a tierra y se cuecen como en el Ejemplo 1. La distribución espacial y la orientación del pigmento de aluminio es mejor cuando la encapsulación de

1 resina sobre las laminillas de aluminio se encuentra en  
el intervalo de 50 a 70 % del peso del aluminio, obtenién-  
dose el resultado óptimo con la pintura A (50 % en peso  
de encapsulación basada sobre el peso de las laminillas  
5 de aluminio).

#### EJEMPLO 63

Unas laminillas de aluminio se encapsulan como en  
el Ejemplo 1 a excepción de que se emplean otros disol-  
10 ventos en lugar del cloruro de metileno, es decir, to-  
lueno, xileno, acetona, hexano y metil-etil-cetona, para  
dispersar el material formador de película y las lamini-  
llas de aluminio antes del secado por atomización. La  
operación de secado por atomización se ajusta de acuerdo  
15 con las volatilidades relativas del disolvente empleado  
en cada ensayo. Las laminillas encapsuladas así prepara-  
das se incorporan a la pintura en polvo del Ejemplo 1, se  
pulverizan electrostáticamente sobre los substratos y los  
substratos se cuecen como en el Ejemplo 1.

20 Para este fin pueden utilizarse hidrocarburos, al-  
coholes y cetonas que hierven en el intervalo de 50° a  
152°C, preferiblemente de 50° a 90°C. La cantidad de di-  
solvente utilizada es superior a los pesos combinados de  
las laminillas de aluminio y el formador de película em-  
25 pleado para la encapsulación. Ventajosamente, la cantidad  
de disolvente empleada está comprendida entre unas 3 a  
100 veces los pesos combinados del formador de película  
y las laminillas de aluminio.

El aparato y los métodos para pulverizar electros-

1

táticamente los materiales de revestimiento en polvo están ilustrados y descritos en las patentes estadounidenses 3.536.514, 3.593.678 y 3.598.629.

5

El término "copolímero" se utiliza aquí para referirse a un polímero formado a partir de dos o más monómeros diferentes.

10

Resultarán evidentes a los expertos en la técnica muchas modificaciones de los ejemplos anteriores a la vista de esta memoria. Se pretende que todas estas modificaciones que caen dentro del alcance de esta invención estén incluidas dentro de las reivindicaciones del apéndice.

15

Las descripciones de la solicitud de patente estadounidense número de serie 422.291, presentada el 12 de Febrero de 1974 por Santokh S. Labana y colaboradores y titulada "Powder Coating Compositions Including Glycidyl Ester-Modified Copolymer" se incorporan aquí por referencia.

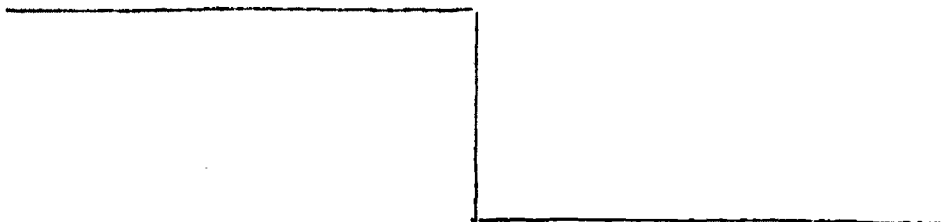
20

Cualquiera y todas las descripciones que aparecen en las reivindicaciones y que no aparecen específicamente en el cuerpo de esta memoria se incorporan con esto a la memoria.

25

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

30



REIVINDICACIONES

1                    1. Mejoras introducidas en un metodo de prepara-  
ción de pinturas en polvo esencialmente constituidas por  
un formador de película orgánico en partículas, un primer  
pigmento coloreado y partículas metálicas, caracterizadas  
5                    porque dichas partículas metálicas son laminillas de alu-  
minio las cuales, antes de mezclarse con dicho formador de  
película orgánico en partículas, son encapsuladas con alre-  
dedor de 2 a 200 partes en peso de un revestimiento conti-  
nuo de un formador de película orgánico termoplástico. por  
10                    cada 100 partes en peso de dichas laminillas de aluminio,  
conteniendo dicho formador de película orgánico termoplás-  
tico alrededor de 0,5 a 20 partes en peso de una sal amóni-  
ca seleccionada entre haluros de tetraalquilamonio y haluros  
de tetraalquilamonio sustituido, donde por lo menos un ra-  
15                    dical alquilo está sustituido con un radical arilo, fenoxi  
o alcoxi, por cada 100 partes en peso de dicho formador de  
película orgánico termoplástico.

20                    2. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri-  
zadas porque dicha sal amónica es un haluro de tetraalqui-  
lamonio en el que los radicales alquilo contienen de 1 a 4  
átomos de carbono.

25                    3. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri-  
zadas porque la encapsulación de las laminillas de aluminio  
se realiza en una proporción de aproximadamente 30 a 70 par-  
tes en peso de dicho formador de película orgánico termo-  
plástico por cada 100 partes en peso de laminillas de alu-  
minio.

30                    4. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri-  
zadas porque la encapsulación de las laminillas de aluminio  
se realiza en una proporción de aproximadamente 2 a 30 par-

1 tes en peso de dicho formador de película orgánico termo-  
plástico por cada 100 partes en peso de dichas laminillas  
de aluminio.

5 5. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri-  
zadas porque el formador de película orgánico termoplásti-  
co tiene un peso molecular promedio ( $\bar{M}_n$ ) comprendido apro-  
ximadamente entre 30.000 y 80.000 y una temperatura de transi-  
ción vítrea comprendida aproximadamente entre 60°C y  
110°C.

10 6. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri-  
zadas porque una porción de las citadas laminillas de alu-  
minio encapsuladas son sustituidas por níquel en polvo, sien-  
do dicha porción tal que proporciona una relación en peso  
de níquel en polvo a laminillas de aluminio encapsuladas de  
15 1,5:1 a 2,5:1 aproximadamente.

20 7. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-  
das porque dicho formador de película orgánico en particu-  
las está constituido esencialmente por un copolímero con  
función epoxi de monómeros monoetilénicamente insaturados  
con un peso molecular promedio ( $\bar{M}_n$ ) comprendido entre 1500  
y 15.000 aproximadamente y una temperatura de transición  
vítrea comprendida entre 40° y 90°C aproximadamente y un  
agente reticulante que reacciona con la función epoxi de  
25 dicho copolímero y está seleccionado entre el grupo forma-  
do por ácidos dicarboxílicos y anhídridos de ácido dicarbo-  
xílicos, conteniendo dicho formador de película orgánico en  
partículas de 0 a 1,5 partes en peso de una sal amónica se-  
leccionada entre los haluros de tetraalquilamonio y los ha-  
luros de tetraalquilamonio sustituidos donde por lo menos  
30 uno de los radicales alquilo está sustituido con un radical

1 arilo, fenoxi o alcoxi., por cada 100 partes en peso de dicho formador de película orgánico en partículas.

5 8. Mejoras según la reivindicación 7, caracterizadas porque el copolímero de alrededor de 5 a 20 % en peso de un éster glicídico de un ácido carboxílico monoetilénicamente insaturado, 0 a 10 % en peso aproximadamente de un hidroxiacrilato o metacrilato, 0 a 10 % en peso aproximadamente de una amida  $\alpha, \beta$ -olefínicamente insaturada y 60 a 95 % en peso aproximadamente de ésteres de alcoholes monohídricos  $C_1-C_8$  y ácido acrílico o metacrílico.

10 9. Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque dichas pinturas en polvo también contienen un agente de control de la fluidez que constituye aproximadamente entre 0,05 y 4,0 % del peso de dicha pintura en polvo y es un polímero con un peso molecular promedio ( $\bar{M}_n$ ) de 1000 como mínimo y que tiene, a la temperatura de cocción de la pintura en polvo, una tensión superficial menor que la tensión superficial de dicho formador de película orgánico en partículas y es un polímero o copolímero seleccionado entre 15 el grupo formado por ésteres acrílicos, ésteres metacrílicos y ésteres polietilenglicólicos o polipropilenglicólicos de ácidos grasos fluorados, siloxanos poliméricos y siloxanos halogenados poliméricos.

20 10. Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque las laminillas de aluminio son encapsuladas dispersando 100 partes en peso de dichas laminillas de aluminio y alrededor de 10 a 200 partes en peso de dicho formador de película orgánico termoplástico en un disolvente volátil que hierve en el intervalo de  $40^\circ$  a  $152^\circ C$  aproximadamente, que es fugitivo de dicho formador de película orgánica.

25

30

1 nico termoplástico y de dichas laminillas de aluminio en el  
secado por atomización y secado por atomización dicha dis-  
persión, estando presente el disolvente en la dispersión en  
5 una cantidad superior a la cantidad total de laminillas de  
aluminio y formador de película.

11. Mejoras según la reivindicación 10, caracteri-  
zadas porque las 100 partes en peso de laminillas de alumi-  
nio se dispersan en dicho disolvente con alrededor de 30 a  
70 partes en peso de dicho formador de película orgánico  
10 termoplástico; el disolvente está seleccionado entre cloruro  
de metileno y alcoholes, cetonas e hidrocarburos que hierven  
en el intervalo de 50° a 90°C aproximadamente y está presen-  
te en dicha dispersión en una proporción por lo menos igual  
a tres veces las cantidades combinadas de dichas laminillas  
15 de aluminio y dicho formador de película.

12. Mejoras según la reivindicación 11, caracteri-  
zadas porque dicho formador de película orgánico termoplás-  
tico contiene alrededor de 1 a 10 partes en peso de dicha  
sal amónica por cada 100 partes en peso del formador de pe-  
20 lícula orgánico termoplástico.

13 Mejoras según la reivindicación 11, caracteri-  
zadas porque una parte de las laminillas de aluminio encaps-  
suladas se sustituye por níquel en polvo, siendo dicha par-  
te tal que proporciona una relación en peso de níquel en  
25 polvo a laminillas de aluminio encapsuladas comprendida en-  
tre 1,5:1 y 2,5:1 aproximadamente.

14. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-  
das porque dicho formador de película orgánico en partícu-  
las está constituido esencialmente por un formador de pelí-  
30 cula orgánico termoplástico formado esencialmente por un po-

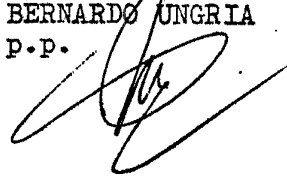
1 límero de alrededor de 46 a 100 % en peso de ésteres de al-  
coholes monohídricos  $C_1-C_8$  y ácido acrílico o metacrílico,  
0 a 49 % en peso aproximadamente de hidrocarburos monovini-  
5 lícos  $C_8-C_{12}$  y 0 a 5 % en peso aproximadamente de ácido  
acrílico o metacrílico, conteniendo dicho formador de pelí-  
cula orgánico en partículas de 0 a 1,5 partes en peso de una  
sal amónica seleccionada entre haluros de tetraalquilamonio  
y haluros de tetraalquilamonio sustituidos donde por lo me-  
nos uno de los radicales alquilo está sustituido con un ra-  
10 dical arilo, fenoxi o alcoxi, por cada 100 partes en peso  
de dicho formador de película orgánico en partículas.

15 15. Mejoras según la reivindicación 14, caracteriza-  
das porque dicho formador de película orgánico termoplás-  
tico contiene alrededor de 1 a 10 partes en peso de dicha  
sal amónica por cada 100 partes en peso de dicho formador  
de película orgánico termoplástico.

20 16. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN METODO DE PREPARACION DE PINTURAS  
EN POLVO.

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente memoria descriptiva que consta de sesenta y siete  
páginas mecanografiadas.

Madrid 5 de diciembre 1974  
BERNARDO JUNGRIA  
P.P.



30