



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 432637	10 A 1
	22	FECHA DE PRESENTACION 5-12-74	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 422.472 506.486	32 FECHA 6-12-74 16-9-74	33 PAIS Estados Unidos.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	34 CLASIFICACION INTERNACIONAL C09D	35 ESTENTADO DE LA QUE ES DIVISIONARIA 15 OCT 1976
64 TITULO DE LA INVENCION MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN METODO DE PREPARACION DE PINTURAS EN POLVO:		
71 SOLICITANTE (S) 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 entidad solicitante.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1 EXTRACTO DE LA INVENCION

5 Se encapsulan, individualmente, partículas metálicas utilizadas como componente de producción de color en composiciones de recubrimientos en polvo en una capa delgada y continua de formador de película orgánico, termofijable antes de su mezcla con el material orgánico finamente dividido que sirve como principal formador de película de la composición de recubrimiento en polvo. Las partículas recubiertas se preparan por secado por pulverización de una solución de una cantidad controlada de material termoestable en un disolvente volátil en el cual se ha dispersado el metal. En el aspecto preferido, el recubrimiento así conseguido sobre las partículas metálicas es reticulable con el formador de película principal de la composición de recubrimiento en polvo.

15 RELACION CON LA SOLICITUD PRINCIPAL

20 Esta solicitud es una confirmación parcial de la solicitud de Patente Estadounidense copendiente serie Nº 422.471 solicitada el 6 de Diciembre de 1.973 con el mismo título. Esta solicitud contiene los ejemplos ilustrativos de la solicitud principal y los ejemplos ilustrativos adicionales en los que las cantidades del material termoestable formador de película depositado sobre las partículas metálicas, antes de su incorporación a una pintura en polvo, están precediendo a las ilustradas en la principal. Tanto las descripciones de las citas así como las mismas en el cuerpo de la memoria están estructuradas para tener en cuenta los ejemplos adicionales.

25 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

30 Una técnica básica para la manufactura de ma

1 dos por fuerzas de gravedad. Ya que las laminillas metáli-
cas se pueden añadir después de la pulverización, cuando se
requiere ésta, al emplearse cualquiera de los métodos de se-
paración con disolvente, se puede evitar el deterioro de
5 las partículas metálicas durante la pulverización utilizan-
do la técnica de preparación por solución y separación del
disolvente. Sin embargo, surgen los problemas con respecto
a la distribución y orientación de las laminillas metáli-
cas cuando se aplica el recubrimiento en polvo al sustrato
10 que se ha de recubrir. Esto se da particularmente cuando
el método de aplicación es el de pulverización electrostá-
tica, método más corrientemente utilizado para aplicar el
recubrimiento final de pintura a automóviles y una diversi-
dad de otras industrias metálicas. En tales aplicaciones
15 las partículas se tienden a orientar al azar con un peque-
ño porcentaje de partículas paralelas al sustrato. El re-
sultado global es un elevado grado de protuberancias metá-
licas con poco brillo metálico y un factor bajo de pulimen-
to.

20 Así, cuando se emplea uno de los métodos an-
tes descritos para producción de capas de pintura en polvo
con pigmento metálico de acuerdo con los procedimientos de
técnicas anteriores, se requiere una relación sustancial-
mente más alta de aluminio a pigmento no metálico, respec-
25 to de la misma relación en pinturas líquidas, con objeto
de alcanzar el mismo grado de brillo y apariencia metálica
obtenido con pinturas líquidas. Además el problema de los
grumos de laminillas metálicas permanece aún en el caso de
conseguir el brillo y la apariencia metálica.

30 Se sabe que en las pinturas líquidas se re-

1 cubren parcialmente las laminillas de aluminio utilizadas
como pigmento para incrementar la eficacia de pulverización
electrostática de tales pinturas. En la Patente Estadouniden
se 3.575.900 se describe un método para precipitar la resi-
5 na de la solución que recubre las laminillas de aluminio en
forma coloidal. Esta solución se emplea entonces como tal o
mezclada con otra solución para su uso. El solicitante señala
específicamente que, mientras puede ser conveniente llamar
a esto encapsulado no se intenta establecer que las partí-
10 culas de aluminio estén completamente envueltas. La resina
descrita para este propósito es un copolímero de cloruro de
vinilo y monómeros con insaturación monoetilénica que con-
tiene entre aproximadamente 60 y aproximadamente 90% en pe-
so de cloruro de vinilo. Las laminillas de aluminio también
15 están recubiertas parcialmente en la Patente Estadounidense
3.532.662. Aquí el recubrimiento se lleva a cabo con un co-
polímero al azar de metacrilato de metilo y ácido metacrí-
lico absorbido sobre el pigmento. Por este método, se prepa-
ra una dispersión de partículas sólidas en una fase líquida
20 continua que comprende un líquido orgánico que contiene en
solución un polímero que se absorbe por las partículas, y
un estabilizador, y modificando la polaridad de la fase con-
tinua de manera que el polímero sea insoluble en ella, sien-
do el estabilizador un compuesto que contiene un componente
25 ancla que llega a asociarse con el polímero absorbido sobre
la superficie de las partículas y un componente en forma de
cadena colgante que se solvata por la fase continua modifi-
cada y proporciona una funda estabilizadora alrededor de
las partículas. Se alega que esto mejora la "humectación" de
30 las partículas tratadas por la composición de recubrimiento

1 tipo dispersión del material que forma película.

Las pinturas en polvo tienen ciertas ventajas sobre las pinturas líquidas convencionales en que están esencialmente exentas de disolventes volátiles pero también presentan problemas diferentes a los de las pinturas líquidas. Estas diferencias incluyen las diferencias con respecto al empleo de laminillas de aluminio como un componente de producción de color. Por ejemplo, cuando se emplean las laminillas parcialmente recubiertas por el precipitado de resina en pinturas líquidas, permanece allí el disolvente orgánico y otros componentes de la solución, lo que evita la exposición directa de la partícula con la atmósfera y otras influencias exteriores. Además, en las pinturas en polvo, si se recubren las partículas de aluminio, el recubrimiento debe ser un sólido relativamente seco y la medida, peso y continuidad del encapsulado orgánico son todos ellos factores que afectan la distribución de tales partículas cuando se pulverizan electrostáticamente con el polvo que es el principal formador de película de la composición de recubrimiento.

LA INVENCION

Esta invención se refiere a la preparación, empleo y composición de pinturas en polvo que contienen partículas metálicas, especialmente partículas de aluminio y, en la mayoría de las aplicaciones, por lo menos un componente no metálico productor del color. El "componente no metálico productor del color" puede ser un pigmento finamente dividido, colorante o tinta y puede ser o bien orgánico, por ejemplo, negro de carbono, o inorgánico, por ejemplo, una sal metálica.

1 En la práctica de esta invención, las partí-
culas metálicas, que se incorporan a las pinturas en polvo
para proporcionar el componente de color metálico de acaba-
do monocromo o policromo, se encapsulan en una capa orgáni-
5 ca termoestable a través de la cual puede verse la partícu-
la metálica a simple vista. El recubrimiento, que es prefe-
riblemente transparente, pero que puede ser translúcido,
permite que un tanto por ciento sustancial de laminillas me-
tálicas se orienten paralelamente al sustrato aún cuando el
10 material de recubrimiento en polvo se aplique al sustrato
por pintura convencional de pulverización electrostática.
El término "sustancialmente transparente" se utiliza aquí
indicando los materiales que son o bien transparentes o
translúcidos o parcialmente transparentes y parcialmente
15 translúcidos.

 De acuerdo con esta invención, las partícu-
las de metal recubiertas se reúnen, es decir, se mezclan en
frio, con el resto del material de recubrimiento después de
que el formador de película principal esté finamente dividi-
20 do. El componente no metálico que produce el color puede en-
tremezclarse con el polvo que forma película antes, después
o durante la adición de las partículas de metal recubiertas
pero tal componente se añade, preferiblemente, antes de las
partículas del metal. Este orden de mezclado evita la de-
25 gradación de las partículas metálicas en cualquiera de las
etapas de preparación del polvo formador de película.

 Las partículas metálicas que se utilizan más
frecuentemente como un componente que produce un color metá-
lico son las partículas de aluminio. Para evitar complicar
30 innecesariamente la descripción de esta invención, se utili-

1 zarán partículas de aluminio para ilustrar la invención. De
berá comprenderse, sin embargo, que este método es aplica-
ble a cualquier metal finamente dividido utilizado como un
5 componente de producción de color en un material de recubri-
miento en polvo. Este incluye partículas que son solo me-
tal, partículas orgánicas recubiertas de metal y partículas
metálicas en sandwich con polímeros que tengan los bordes
metálicos expuestos.

10 El formador de película utilizado para recu-
brir las partículas metálicas de acuerdo con esta inven-
ción, puede ser el mismo que o diferente que el formador
de película principal del material de recubrimiento en pol-
vo. El formador de película utilizado para recubrir las par-
tículas metálicas es un formador de película, termoesta-
15 ble, orgánico, que puede tomar la forma de un polímero auto-
reticulable o un polímero con una función química y un agen-
te de reticulación reaccionable con la misma. En el aspecto
preferido es también reticulable con el formador de pelícu-
la principal de la composición de recubrimiento en polvo.

20 El método preferido para recubrir las par-
tículas de aluminio es el de dispersar las laminillas pre-
feriblemente en la forma de pasta de aluminio, en una peque-
ña cantidad de formador de película orgánico, termoestable
y un disolvente para el formador de película que sea adecua-
25 do para el secado por pulverización. La dispersión se seca
después por técnicas convencionales de secado por pulveriza-
ción. Al haber una pequeña cantidad de formador de película
con relación a la cantidad de laminillas metálicas, el re-
sultado neto es una partícula metálica con un recubrimiento
30 continuo relativamente delgado del formador termoplástico de

1 película en oposición a la partícula metálica embebida en una partícula relativamente grande de formador de película.

Más específicamente, se dispersan, en primer lugar, las partículas de aluminio en aproximadamente de 2 a aproximadamente 200 por ciento en peso de formador de película termoestable, basado sobre el peso real de las partículas de aluminio, es decir, aproximadamente 2 a aproximadamente 200 partes en peso de formador de película termoestable por cada 100 partes en peso de partículas de aluminio. En un aspecto, cuando el recubrimiento de tales partículas es relativamente ligero, se dispersan las partículas de aluminio en aproximadamente 2 a aproximadamente 30 por ciento en peso de formador de película termoestable basado en el peso real de las partículas de aluminio, es decir, aproximadamente 2 a aproximadamente 30 partes en peso de formador de película termoestable por cada 100 partes en peso de partículas de aluminio. En la mayoría de las aplicaciones, será ventajoso utilizar entre 10 y 200, preferiblemente entre aproximadamente 30 y aproximadamente 70, partes en peso de formador de película termoestable por cada cien partes en peso de partículas de aluminio. Cuando se utilizan partículas metálicas de diferente densidad, el peso de las partículas de aluminio del mismo área superficial puede utilizarse para determinar la cantidad de formación de película a emplear en el recubrimiento de partículas metálicas. Cuando se emplea menos de un 2 por ciento en peso del formador de película puede no tener lugar un encapsulado completo de las laminillas metálicas. Cuando se emplea más de un 30 por ciento en peso aproximadamente del formador de película, debe tenerse cuidado de controlar la operación de se-

1 cado por rociado para reducir a un mínimo la formación de
una cantidad excesiva de partículas esféricas que contengan
más de una partícula de metal. La incidencia de una cubier-
ta completa es alta en el intervalo de 30 a 70 señalado an-
5 tes. Tales partículas esféricas pueden separarse por tamiza-
do de otras laminillas de aluminio recubiertas. La inclu-
sión de partículas grandes de laminillas múltiples en un
recubrimiento curado dan lugar a una apariencia irregular.
Se puede obtener un resultado similar si se mezclan las la-
10 minillas de metal sin recubrir con el principal formador de
película de la pintura en polvo mientras el último está en
estado líquido y separar después el disolvente.

La pasta de aluminio consiste en laminillas
de aluminio, normalmente de aproximadamente un 60 a aproxi-
15 madamente un 70 por ciento en peso, en una pequeña canti-
dad, normalmente de aproximadamente 30 a aproximadamente 40
por ciento en peso, de un disolvente hidrocarbonado líqui-
do que sirve como lubricante, por ejemplo aceites minera-
les. Puede añadirse una pequeña cantidad de un lubricante
20 adicional, por ejemplo, ácido esteárico, durante la opera-
ción de molienda en la obtención de las partículas de alumi-
nio. Se atribuye a Everett J. Hall el método de batir el
aluminio en laminillas finas con bolas de acero pulimenta-
das en un molino de rotación mientras se humedecen las lami-
25 nillas con un hidrocarburo líquido. Véase Patente Estadouni-
dense 1.569.484 (1926). Una descripción detallada de la pas-
ta de aluminio, su manufactura, tamaño de partícula, ensa-
yo, utilización en pintura, etc., se encuentra en Aluminum
Paint and Powder, J. D. Edwards y Robert I. Wray, 3^a Ed.
30 (1955) Library of Congress Catalog Card Number: 55-6623,

1 Reinhold Publishing Corporation, 430 Park Avenue, New York,
New York, U.S.A. y la misma se incorpora aquí como referen-
cia.

5 El formador de película utilizado para recu-
brir las laminillas de aluminio puede ser un polímero o co-
polímero autoreticulable o un polímero o copolímero con fun-
ción química y un agente de reticulación monómero. Los for-
madores de película preferidos para este propósito incluyen
10 sistemas de copolímeros termoestables que comprenden (a) un
copolímero de función epóxido de monómeros monovinílicos y
como agente de reticulación para los mismos el ácido dicar-
boxílico alifático, de cadena recta, saturada de C_4-C_{20} que
se toma como agente de reticulación en la solicitud de Pa-
tente Estadounidense nº de serie 172.236 solicitada el 16
15 de Agosto de 1971; (b) un copolímero con función epóxido de
monómeros monovinílicos y como agente de reticulación para
los mismos una mezcla de aproximadamente 90 a 98 por ciento
por peso equivalente de ácido dicarboxílico alifático, de
cadena recta, saturado en C_4-C_{20} y aproximadamente 10 a apro-
20 ximadamente 2 por ciento por peso equivalente de un ácido
monocarboxílico alifático, de cadena recta, saturado en
 $C_{10}-C_{22}$ tomado como ejemplo en la Patente Estadounidense
3.730.980; (c) un copolímero con función epóxido de monóme-
ros monovinílicos y como agente de reticulación para los
25 mismos un difenol que tiene un peso molecular en el inter-
valo de aproximadamente 110 a aproximadamente 550 - tomado
como ejemplo en la solicitud de Patente Estadounidense Nº
de serie 172.228 solicitada el 16 de Agosto de 1971; (d) un
copolímero de función epóxido de monómeros monovinílicos y
30 como agente de reticulación para los mismos un polímero ter

1 minado en carboxilo tomado como ejemplo por la solicitud de
Patente Estadounidense N^o de serie 172.229 solicitada el
16 de Agosto de 1971; (e) un copolímero de función epóxido
de monómeros de monovinilo y como agente de reticulación
5 para los mismos un polímero terminado en hidroxilo fenóli-
co tomado como ejemplo por la solicitud de Patente Estadou-
nidense N^o de serie 172.225 solicitada el 16 de Agosto de
1971; (f) un copolímero autoreticulable de función epóxido
y función carboxilo de monómeros con insaturación etilénica
10 ca tomado como ejemplo en la solicitud de Patente Estadou-
nidense N^o de serie 172.238 solicitada el 16 de Agosto,
1971; (g) un copolímero con función hidroxilo y función car-
boxilo de monómeros con insaturación monoetilénica tomado
como ejemplo en la solicitud de Patente Estadounidense N^o
15 de serie 172.237 solicitada el 16 de Agosto, 1971; (h) un
copolímero de función epóxido de monómeros monovinílicos y
como agente de reticulación para el mismo un anhídrido de
un ácido dicarboxílico, tomado como ejemplo por la solici-
tud de Patente Estadounidense N^o de serie 172.224 solicita-
20 da el 16 de Agosto de 1971; (i) un copolímero de función
hidroxilo de monómeros con insaturación monoetilénica y co-
mo agente de reticulación del mismo un compuesto seleccio-
nado entre ácidos dicarboxílicos, melaminas y anhídridos,
tomado como ejemplo por la solicitud de Patente Estadouni-
25 dense N^o de serie 172.223 solicitada el 16 de Agosto de
1971; (j) un copolímero de función epóxido de monómeros mo-
novinílicos y como agente de reticulación del mismo un com-
puesto que contiene átomos de nitrógeno terciario, tomado
como ejemplo en la solicitud de Patente Estadounidense N^o
30 de serie 172.222 solicitada el 16 de Agosto de 1971; (k) un

1 copolímero de un ácido carboxílico no saturado en alfa-beta
y un compuesto con insaturación etilénica y como agente de
reticulación para el mismo una epoxiresina que tiene dos o
5 más grupos epóxido por molécula, tomado como ejemplo por la
solicitud de Patente Estadounidense Nº de serie 172.226 so-
licitada el 16 de Agosto, 1971; (l) un copolímero de función
anhídrido y función epóxido autoreticulable de monómeros
con insaturación olefínica, tomado como ejemplo en la soli-
10 citud de Patente Estadounidense Nº de serie 172.235 solici-
tada el 16 de Agosto de 1971; (m) un copolímero de función
epóxido de monómeros monovinílicos y como agente de reticu-
lación para el mismo un polímero terminado en carboxilo,
por ejemplo un poliéster terminado en carboxilo, tomado co-
mo ejemplo en la solicitud Nº de serie 223.746 solicitada
15 el 4 de Febrero 1972; (n) un copolímero de función epóxido
de monómeros vinílicos y como agente de reticulación para
el mismo un ácido dicarboxílico tomado como ejemplo en la
solicitud de Patente Estadounidense Nº de serie 228.262 so-
licitada el 22 de Febrero de 1972; (o) un copolímero de
20 función epóxido y función hidroxilo de monómeros monoviníli-
cos y como agente de reticulación para el mismo un ácido
dicarboxílico alifático de cadena recta, saturado, de C₄-
C₂₀, tomado como ejemplo en la solicitud de Patente Estadou-
nidense Nº de serie 294.874 solicitada el 6 de Setiembre
25 de 1973; (p) un copolímero de función epóxido de monómeros
monovinílicos con funcionalidad opcional hidroxilo y/o ami-
da y como agente de reticulación para el mismo (1) un ácido
dicarboxílico alifático de cadena recta saturado de C₄-C₂₀
y (2) un polianhídrido, tomado como ejemplo en la solicitud
30 de Patente Estadounidense Nº de serie 344.881 solicitada el

1 6 de Setiembre, 1973; (q) un copolímero de función amida y
función epóxido de monómeros de monovinilo y como agente
de reticulación para el mismo un anhídrido de un ácido di-
carboxílico, tomado como ejemplo por la solicitud de Patente
5 te Estadounidense N° de serie 394.880 solicitada el 6 de
Setiembre de 1973; (r) un copolímero con función hidroxilo
y función epóxido de monómeros de monovinilo y como agente
de reticulación para el mismo un anhídrido de un ácido di-
carboxílico tomado como ejemplo en la solicitud de Patente
10 Estadounidense N° de serie 394.879 solicitada el 6 de Se-
tiembre de 1973; (s) un copolímero con función epóxido y
función amida de monómeros de monovinilo y como agente de
reticulación para el mismo un polímero terminado en carboxi-
lo, tomado como ejemplo en la solicitud de Patente Estadou-
15 nidense N° de serie 394.875 solicitada el 6 de Setiembre
de 1973; (t) un copolímero de función epóxido de monómeros
monovinílicos y como agente de reticulación para el mismo
un anhídrido monómero o polímero y un ácido hidroxicarboxí-
lico, tomado como ejemplo en la solicitud de Patente Esta-
20 dounidense N° de serie 394.878 solicitada el 6 de Setiembre
de 1973; (u) un copolímero de función epóxido y función ami-
da de monómeros monovinílicos y como agente de reticulación
para el mismo un anhídrido monómero o polímero y un ácido
hidroxicarboxílico, tomado como ejemplo en la solicitud de
25 la Patente Estadounidense N° de serie 394.877 solicitada el
6 de Setiembre de 1973; y (v) un copolímero con función
epóxido y función hidroxilo de monómeros de monovinilo y co-
mo agente de reticulación para el mismo un anhídrido monó-
mero o polímero y un ácido hidroxicarboxílico, tomado como
30 ejemplo en la solicitud de Patente Estadounidense N° de se-

1 rie 394.876 solicitada el 6 de Setiembre, 1973.

Las descripciones de las Patentes y de las solicitudes de Patentes mencionadas antes se incorporan aquí como referencia.

5 El término "monómero de vinilo" como aquí se emplea significa un compuesto monómero que tiene en su estructura molecular el grupo funcional $\begin{array}{c} X & H \\ | & | \\ - C & - C - H \end{array}$ donde X es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

10 Otros formadores de película termoestables adecuados para su empleo en el recubrimiento de partículas de metal incluyen, pero no se limitan sólo a ellos, sistemas termoestables en los que el componente polímero es un poliéster, un poliepóxido y poliésteres, poliepóxidos y acrílicos modificados con uretano. Como se ha dicho de los acrílicos descritos antes más específicamente, éstos pueden ser polímeros autoreticulables o pueden ser una combinación de polímero funcional y un compuesto monómero capaz de co-reaccionar que sirva como agente de reticulación.

15
20 Las pinturas en polvo termoestables conocidas preferidas por los solicitantes para los recubrimientos de acabado de automóviles, donde encuentran su más extenso campo de aplicación los pigmentos metálicos, consisten esencialmente en copolímero con función epóxido de monómeros con insaturación olefínica y un agente de reticulación para el mismo. Tales pinturas, excluidos los pigmentos, pueden contener también agentes de control de fluencia, catalizadores, etc. en muy pequeñas cantidades.

25
30 El copolímero al que se refiere el párrafo anterior tiene un peso molecular medio (M_n) comprendido en el intervalo de 1500 a aproximadamente 15.000 y la temperatu

1 ra de transición vítrea en el intervalo de aproximadamente
40°C a aproximadamente 90°C. La función epóxido está sumi-
nistrada por el empleo de un ester glicidílico de un ácido
5 carboxílico con insaturación monoetilénica, por ejemplo, -
acrilato de glicidilo o metacrilato de glicidilo, como monó-
mero constituyente del copolímero. Este monómero deberá com-
prender aproximadamente de 5 a aproximadamente 20 por cien-
to en peso del total. Se puede emplear también una función
adicional, por ejemplo función hidroxilo o función amida in-
10 cluyendo un hidroxiacrilato o -metacrilato en C₅-C₇, por -
ejemplo acrilato de etilo, metacrilato de etilo, acrilato -
de propilo o metacrilato de propilo o una amida con insatu-
ración olefínica alfa-beta. por ejemplo acrilamida o meta-
15 crilamida, entre los constituyentes monómeros. Cuando se -
utilizan tales funciones adicionales, los monómeros que las
proporcionan comprenden aproximadamente de 2 a aproximadamen-
te 10 por ciento en peso de los monómeros constituyentes.
El resto del copolímero, por ejemplo aproximadamente 70 a
aproximadamente 93 por ciento en peso de los monómeros cons-
20 tituyentes lo forman monómeros con insaturación olefínica
monofuncionales, es decir, siendo sólo la insaturación eti-
lénica la función. Estos monómeros con insaturación olefíni-
ca monofuncional son, al menos en una mayor proporción, es-
to es por encima de un 50 por ciento en peso de los consti-
25 tuyentes monómeros, monómeros acrílicos. Los monómeros acrí-
licos monofuncionales preferidos para este propósito son es-
teres de alcoholes monohidroxílicos de C₁-C₈ y ácido acríli-
co o metacrílico, por ejemplo metacrilato de metilo, acrila-
to de etilo, metacrilato de propilo, acrilato de butilo, me-
30 tacrilato de butilo, acrilato de hexilo, y acrilato de 2-e

1 etilhexilo. En este aspecto preferido, el resto, de haberlo,
aparte de los monómeros de función epóxido, hidroxilo y ami
da antes mencionados que también tienen función de insatura
ción olefínica utilizados en la formación de polimerización
5 del copolímero, lo constituyen preferiblemente hidrocarbu-
ros monovinílicos de C_8-C_{12} , por ejemplo estireno, vinilto
lueno, alfa metilestireno y terc-butilestireno. Otros monó-
meros vinílicos que son adecuados en menores cantidades, por
ejemplo entre 0 y 30 por ciento en peso de los monómeros -
10 constituyentes, incluyen cloruro de vinilo, acrilonitrilo,
metacrilonitrilo y acetato de vinilo.

Los agentes de reticulación empleados con
el copolímero antes descrito tendrán una función que reaccio
nará con la función del copolímero. Así, todos los agentes
15 de reticulación antes mencionados en la referencia a las Pa
tentes y solicitudes de patente de pinturas en polvo, por
ejemplo ácidos dicarboxílicos alifáticos, saturados en $C_4 -$
 C_{20} , mezclas de ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados
en C_4-C_{20} y ácidos monocarboxílicos de número de carbonos -
20 en los mismos intervalos, copolímeros terminados en carboxi
lo que tienen un peso molecular (M_n) en el intervalo de 650
a 3.000, anhídridos monómeros preferiblemente anhídridos -
que tienen un punto de fusión en el intervalo de aproximada
mente 35 $^{\circ}$ a 140 $^{\circ}$ C, por ejemplo, anhídrido ftálico, anhídri
25 do maleico, anhídrido ciclohexano-1,2-dicarboxílico, anhi
drido succínico, etc., homopolímeros de anhídridos monóme-
ros, y mezclas de estos anhídridos y de hidroxilácidos que
tienen un punto de fusión en el intervalo de 40 $^{\circ}$ C a 150 $^{\circ}$ C,
resultan adecuados para su utilización como agentes de re-
30 ticulación para estos copolímeros. Las descripciones de to-

1 das las patentes y solicitudes de patente señaladas se incor-
poran aquí como referencia. En general, estos agentes de reti-
culación se emplean en cantidades tales que proporcionen en-
tre aproximadamente 0,3 y aproximadamente 1,5, preferible-
5 mente entre aproximadamente 0,8 y aproximadamente 1,2, gru-
pos funcionales que son capaces de reaccionar a través de
sus grupos funcionales con los grupos funcionales del copo-
límico.

Los mejores recubrimientos en polvo, termo-
10 plásticos, acrílicos, a juicio de los solicitantes son copo-
límicos de monómeros con insaturación olefínica en alfa-be-
ta. Estos están constituidos o bien solamente o predominantemente
de monómeros acrílicos, por ejemplo, acrilatos, me-
tacrilatos, mezclas de acrilatos y metacrilatos y una peque-
15 ña fracción de un ácido acrílico o metacrílico. En el aspec-
to en que el copolímero está formado predominantemente de
monómeros acrílicos, por ejemplo, por encima de 51 por cien-
to en peso de monómeros acrílicos, el resto lo constituyen
hidrocarburos monovinílicos en C_8-C_{12} , por ejemplo, estire-
20 no, vinil-tolueno, alfa-metil-estireno y terc-butilestireno.
Los acrilatos y metacrilatos utilizados en cualquiera de
estos aspectos son preferiblemente esterés de un alcohol mo-
nohidroxílico en C_1-C_8 y ácido acrílico o metacrílico o una
mezcla de ácidos acrílico y metacrílico. Un copolímero tal
25 contiene aproximadamente 76 a aproximadamente 81 moles por
ciento de metacrilato de metilo, 1 a 3 moles por ciento de
ácido acrílico o ácido metacrílico o una mezcla de ácidos
acrílico y metacrílico, y 16 a 23 moles por ciento de meta-
crilato de butilo.

30 El término "insaturación alfa-beta" aquí em-

1 pleado incluye tanto la insaturación olefínica que está en
entre dos átomos de carbono en las posiciones alfa y beta con
relación a un grupo activante tal como un grupo carboxilo,
por ejemplo la insaturación olefínica del anhídrido maleico,
5 como la insaturación olefínica entre los dos átomos de carbono
que están entre las posiciones alfa y beta con respecto
al término de una cadena alifática carbono-carbono, por
ejemplo la insaturación olefínica de ácido acrílico o estireno.

10 DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La preparación de las laminillas metálicas recubiertas se realiza en un disolvente para el formador de película, que es suficientemente volátil para un secado eficaz por pulverización y que no reaccione químicamente con
15 el formador de película o las laminillas metálicas en un grado que modifique significativamente sus propiedades o su apariencia en los periodos de contacto empleados para llevar a cabo el proceso de secado por pulverización. Un disolvente preferido para este propósito es el cloruro de metileno. Otros disolventes que pueden utilizarse incluyen tolueno, xileno, metiletilcetona, acetona y naftas de bajo
20 punto de ebullición.

Una formulación típica para el material de alimentación para el secador por pulverización según esta
25 invención incluye lo siguiente:

	<u>Partes en peso</u>
pasta de aluminio	30,00
formador de película	2,00
MeCl ₂	200,00

30 Los parámetros de operación para un secador

1 por pulverización convencional de 0,9 m (3 pies) de diámetro
equipado con un atomizador de tobera convencional de do-
ble fluido, por ejemplo un gas y un líquido en una pistola
de pulverización convencional con atomizador neumático de
5 pintura líquida; son como sigue:

	corriente de aire	5,5 m ³ /minuto (197 pies ³ /min)
	corriente de alimenta- ción	380 ml/minuto
	temperatura de aire de entrada	82,2°C (180°F)
10	temperatura de aire de salida	26,67°C (80°F)
	régimen del producto	2,7 kg/hr (6 lbs/hr.)

El aluminio recubierto, tal como se recibe
del secador de pulverización se tamiza a través de un tamiz
15 del deseado tamaño de partículas, por ejemplo, un tamiz de
44 micras, para eliminar las partículas de tamaño excesivo.
Aproximadamente se descarta un 20% del producto en forma de
partículas de tamaño excesivo.

El componente en polvo no metálico, que lla-
20 maremos en adelante "componente en polvo" comprende el com-
ponente primario de formación de película y, cuando el aca-
bado ha de ser policromo, al menos un componente productor
de color no metálico. Este componente no metálico que origi-
na color puede ser un pigmento finamente dividido, coloran-
te o tinte. Para los propósitos de esta invención el blanco
25 y el negro se consideraran colores, ya que debe añadirse al
formador orgánico de película un material que absorba la
luz o que la refleje para proporcionar el acabado con apa-
riencia de blanco o negro de la misma manera que ha de aña-
dirse un material al formador orgánico que refleje los ra-
30

1 yos de luz que lleven un color al ojo absorbiendo, mientras,
los otros.

5 El componente formador de película del com-
ponente en polvo es preferiblemente un material formador de
película termoestable. Los materiales que forman película,
termoestables, descritos antes para su empleo en el recubri-
miento de hojas metálicas son adecuados para emplearlos como
formadores de película principales del componente en polvo.
Las resinas termoestables preferidas para el recubrimiento
10 de hojas metálicas son también las preferidas para este pro-
pósito.

15 Además, el formador de película principal -
del componente en polvo de esta invención puede ser un pol-
vo termoplástico, por ejemplo, un polímero acrílico termo-
plástico que tiene un peso molecular (M_n) en el intervalo
de 30.000 a 80.000 y una temperatura de transición vítrea
en el intervalo de 60°C a 110°C - como se ve como ejemplo,
en la solicitud de Patente Estadounidense Nº de serie 172.227
solicitada el 16 de Agosto de 1971. Estas laminillas recu-
20 biertas pueden, por supuesto, utilizarse con cualquier pol-
vo termoplástico adecuado como formador de película princi-
pal de cualquier pintura termoplástica en polvo.

25 La formulación del componente en polvo no
metálico, que en el caso de un acabado policromo contiene
un componente no metálico de producción de color, se prepara
teniendo en cuenta el color particular elegido que ha de
ser empleado con el componente de color metálico y la can-
tidad de componente de color metálico que ha de emplearse.
El componente en polvo se formula cuantitativamente tenien-
30 do en cuenta la cantidad de material que ha de aportarse -

1 con la adición de las partículas de metal recubiertas.

Una composición típica para el componente en polvo es como sigue:

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

La preparación y tratamiento del componente en polvo no metálico en forma de polvo se lleva a cabo por una de las técnicas convencionales de preparación de polvo, es decir, por extrusión, secado por pulverización o extracción con disolvente. Una vez en forma de polvo, se tamiza este material a través de un tamiz adecuado, por ejemplo, un tamiz de 74 micras.

15 La etapa final en la preparación del material de recubrimiento en polvo de esta invención es la mezcla de los dos componentes en mayor proporción, es decir, el componente metálico de partículas recubiertas con material orgánico, termoestable, y el componente en polvo no metálico. Las proporciones exactas de los dos componentes mayores dependerán, por supuesto, de la formulación específica y de la cantidad de metal que se necesite. En el ejemplo típico descrito antes, si se mezclan aproximadamente 98,5 partes en peso del componente en polvo no metálico con aproximadamente 1,5 partes en peso del aluminio recubierto, se tiene una capa pintura final de automóviles "poco metálica".

25 El aspecto del recubrimiento acabado será por supuesto un factor primario en la selección de la concentración total de laminillas de aluminio en la composición

30

1 ción total de pinturas en polvo. Esta concentración variará
desde un tanto por ciento en peso muy bajo de la composi-
ción total de - pintura en polvo en algunos acabados polí-
cromos, por ejemplo, tan bajo como aproximadamente 0,005 por
5 ciento en peso, a un tanto por ciento en peso mucho más alto
de la composición total de pintura en polvo en el llamado -
acabado "Plata", por ejemplo tan alto como aproximadamente
un 25 por ciento en peso. Si por ejemplo, el recubrimiento
secado por pulverización sobre las laminillas comprende apro-
10 ximadamente de un 2 a aproximadamente un 30 por ciento en -
peso por peso de las laminillas, entonces las laminillas re-
cubiertas comprenderán entre aproximadamente 0,005 a aproxi-
madamente 32,5, y con ventaja, entre aproximadamente 0,25 a
aproximadamente 28,75, y preferiblemente entre aproximada-
15 mente 0,54 a aproximadamente 28,25 por ciento en peso de la
composición total de pintura en polvo. El polvo formador de
película principal y el pigmento no metálico, de haberlo, cons
tituirán el resto de la composición de pintura en polvo. Si
se emplean laminillas metálicas, el pigmento no metálico su
20 pondrá entre 0 y aproximadamente 22 por ciento en peso de
la composición total.

Este método proporciona la ventaja adicional
de que la delgada capa de recubrimiento orgánico sobre las
laminillas de aluminio reduce sustancialmente el peligro de
25 explosiones que existe con las laminillas de aluminio secas
y no se requiere el tratamiento usual del aluminio seco ba-
jo atmósfera de gas inerte.

Esta invención se comprenderá mejor con los
siguientes ejemplos ilustrativos:

30

Ejemplo 1

(a) Preparación de las laminillas de aluminio recubiertas.

Se prepara una pintura en polvo según esta invención a partir del siguiente material empleando los procedimientos señalados a continuación:

1. La preparación de un copolímero acrílico con función epóxido de monómeros vinílicos se hace como sigue:

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

Se mezclan juntos los ingredientes que acabamos de citar. Se disuelven tres (3) partes en peso de 2,2'-azobis-(2-metilpropionitrilo), llamado después AIBN, en la mezcla monómera. Se añade la mezcla lentamente sobre tolueno a reflujo (100 partes) agitando fuertemente y en atmósfera de nitrógeno. Se dispone un condensador en la parte alta del recipiente de tolueno para condensar los vapores de tolueno y hacerlos volver al recipiente. Se añade la mezcla monómera a través de una válvula de regulación y se controla el régimen de adición para mantener una temperatura de reflujo (109°C-112°C) con solo una pequeña fracción de calor suministrado desde el exterior. Después de haberse completado la adición de la mezcla monómera, se mantiene el reflujo por una fuente exterior de calor durante 3 horas más.

Se vierte la solución en bandejas planas de acero inoxidable. Estas bandejas se colocan en una estufa de vacío y se evapora el disolvente de ellas. Cuando se

1 ha eliminado el disolvente, la solución de copolímero se ha
ce más concentrada. Se eleva la temperatura de la estufa de
vacio a aproximadamente 110°C. Se continua el secado hasta
que el contenido en disolvente del copolímero queda por de
5 bajo de un 3 por ciento. Se enfrían las bandejas y se reco-
je el copolímero y se pulveriza para que pase a través de
un tamiz de 20 mallas. El copolímero tiene una temperatura
de transición vítrea de 53°C y un peso molecular (\bar{M}_n) de
4.000.

10 Se mezclan 100 partes en peso del copolíme-
ro pulverizado con los siguientes materiales:

ácido azelaico	10,0 partes
poli(acrilato de laurilo) ($\bar{M}_n = 10.000$)	0,7 partes

15 Los materiales se mezclan juntos en un moli-
no de bolas durante 2 horas. Se lamina mecánicamente la
mezcla entre 85°C y 90°C durante 5 minutos. Se muele el só-
lido obtenido en un molino de bolas y el polvo se tamiza en
tamiz de 140 mallas.

20 Se combinan dos (2) partes en peso de esta
mezcla termoestable con 30 partes en peso de pasta de alu-
minio (35% en peso esencias minerales y 65% en peso de lami-
nillas de aluminio que se hacen pasar a través de un tamiz
de 325 mallas y tienen un área superficial típica de 7,5
25 m²/gramo, un diámetro máximo de partículas por debajo de
45 micras y la más común distribución por tamaños de partí-
culas en el intervalo de aproximadamente 7 a aproximadamen-
te 15 micras) y 200 partes en peso de cloruro de metileno
con agitación de cizalla de manera que se disperse el alu-
30 minio en el material termofijables sin daño de las lamini-

1 llaas de aluminio.

Una vez preparada la dispersión anterior, se seca por pulverización de manera que se obtengan laminillas individuales de aluminio recubiertas de una fina capa continua de copolímeros secos. Esto se consigue en un secador de pulverización de 0,9 m (3 pies) de diámetro equipado con una tobera de doble fluido utilizada en posición de contracorriente empleando las siguientes condiciones:

10	corriente de aire en la cámara de secado	5,6 m ³ /minuto (200 pies ³ /min.)
	velocidad de alimentación de la mezcla	380 ml/minuto
	temperatura del aire de entrada	82,2°C (180°F)
15	presión neumática de atomización de los dos fluidos	36 kg (80 lbs)

El producto obtenido en este proceso tiene una composición global de 19,5 partes en peso de aluminio y 2,0 partes en peso de la mezcla termoestable antes descrita más una pequeña cantidad de disolvente residual (por ejemplo 0,05 a 0,2 partes) que no se ha volatilizado por completo durante el proceso de secado por pulverización. Este producto se tamiza después a través de un tamiz de 44 micras.

20 (b) Preparación del componente en polvo no metálico.

Se obtiene un material termoestable por mezcla de 166 partes en peso del copolímero con función epóxido empleado en el material termoestable utilizado para recubrir las laminillas de aluminio en el anterior apartado (a) con los siguientes materiales:

30

		<u>Partes en peso</u>
1	ácido azelaico	22,65
	poli(acrilato de laurilo)	1,34
	pigmento ftalo verde	1,75
	pigmento de óxido de hierro amarillo	8,26

5 Se obtiene una mezcla homogénea de lo anterior por molienda con molino de bolas durante 2 horas. Esta mezcla se extruye después a 100°C con un extrusor de amasado. El sólido así obtenido se pulveriza en un molino de impacto, por ejemplo un molino de impacto con clasificación neumática, y se tamiza a través de un tamiz de 200 mallas.

10

(c) Preparación del material de recubrimiento en polvo.

15

Se obtiene un material de recubrimiento en polvo según esta invención por mezclado de 1,65 partes en peso de las laminillas de aluminio recubiertas con 98,35 partes en peso del componente no metálico en polvo. Se obtiene una mezcla homogénea de los dos componentes por rotación rápida del material en un recipiente parcialmente lleno durante 20 minutos a temperatura ambiente, esto es, de aproximadamente 18,33°C a 23,89°C (65° a 75°F). Al preparar el polvo por este método resultará obvio a los entendedores en la materia que los tiempos reales variarán algo con el tamaño del recipiente y la acción mecánica.

20

25

Hay que hacer notar que en este ejemplo el material termoestable utilizado para recubrir las laminillas de aluminio y el material termoestable utilizado para obtener el componente no metálico en polvo son reticulables uno con otro.

30

El polvo así obtenido se pulveriza entonces sobre un sustrato de acero conectado a tierra electricamente con una pistola convencional de pulverización de polvos,

1 electrostática, que funciona a una tensión de carga de apro-
ximadamente 50 KV. Después de la pulverización, se calienta
5 el sustrato recubierto a 176,7^oC (350^oF) aproximadamente du-
rante 25 minutos. El recubrimiento obtenido así tiene buen
brillo y orientación de partículas metálicas. Es resisten-
te a la intemperie y adecuado para su aplicación a la cu-
bierta final de automóviles.

Ejemplo 2

10 Se prepara un material de recubrimiento en
polvo siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1 con las si-
guientes diferencias: (1) Las laminillas de aluminio recu-
biertas se preparan de los siguientes materiales:

	<u>Partes en peso</u>
15 pasta de aluminio (65% de laminillas de aluminio y 35% de esencias minerales)	30,000
mezcla termoestable (el mismo copolímero con fun- ción epóxido utilizado en el ejemplo 1 en una cantidad tal como 0,195 partes en peso y poli (anhídrido azelaico) 0,023 par- tes en peso)	0,218
20 poli(acrilato de laurilo) ($M_n = 10.000$)	0,001
cloruro de metileno	197,000

25 El producto obtenido después de secado por
pulverización tiene una composición de 19,50 partes en pe-
so de aluminio, 0,218 partes en peso de material termoesta-
ble y 0,001 partes en peso de poli(acrilato de laurilo).

30 El aluminio recubierto así obtenido en la
cantidad de 1,52 partes en peso se combina con 98,48 partes
en peso del componente no metálico en polvo del Ejemplo 1

1 para dar un polvo de la siguiente composición:

	<u>Partes en peso</u>
aluminio (seco)	1,50
formador de película termoestable	92,91
5 (a) copolímero de función epóxido	81,74
(b) ácido azelaico	11,15
(c) poli(anhidrido azelaico)	0,02
poli(acrilato de laurilo)	0,66
verde ftalo	0,99
10 óxido de hierro amarillo	3,93

Este material de recubrimiento en polvo se electrodeposita sobre un sustrato metálico y se cura al calor como en el Ejemplo 1. El recubrimiento resultante muestra buen brillo, orientación metálica y resistencia a la intemperie.

15

Ejemplo 3

Se prepara un material de recubrimiento en polvo siguiendo el procedimiento del Ejemplo (1) con las siguientes diferencias. La mezcla de partida para la preparación de las laminillas de aluminio recubiertas es de la siguiente composición:

20

	<u>Partes en peso</u>
pasta de aluminio	30,00
(65% en peso de aluminio 35% en peso de alcoholes minerales)	
25 mezcla termoestable	5,46
(a) copolímero con función epóxido del Ejemplo 1	4,88
(b) poli(anhidrido azelaico)	0,58
poli(acrilato de laurilo)	0,03
cloruro de metileno	250,00

30

Este material se mezcla y se seca por pulverización como en el Ejemplo 1 y en el material resultan-

1 te las laminillas tienen un recubrimiento de aproximadamen
te 2,5 veces más espesor que el de las laminillas recubier-
tas del Ejemplo 1. La composición empírica del producto se-
cado por pulverización, en peso, es como sigue:

5

	<u>Partes en peso</u>
aluminio (seco)	19,5
material termoestable	5,46
(a) copolímero epóxi del	
Ejemplo 1 - 4,88	
(b) poli(anhidrido aze- laico) 0,58	
10 poli(acrilato de laurilo)	0,03

(2) Ya que la cantidad de recubrimiento de las laminillas
de aluminio es aquí lo suficientemente grande para ser un
factor significativo, se toma en consideración cuando se
formula el componente no metálico en polvo. Aquí el compo-
nente no metálico en polvo se prepara por combinación de
15 166 partes en peso del copolímero con función epóxido moli-
do del Ejemplo 1 con lo siguiente:

20

	<u>Partes en peso</u>
ácido azelaico	22,64
poli(acrilato de laurilo)	1,33
pigmento verde de ftalo	1,80
óxido de hierro amarillo	8,23

El tratamiento subsiguiente del componente
no metálico en polvo es el mismo del Ejemplo 1.

25 (3) En la mezcla del componente metálico recubierto y el
componente no metálico en polvo, la relación de aluminio re-
cubierto a componente no metálico en polvo se altera debi-
do al espesor del recubrimiento sobre las laminillas de
aluminio. La relación aquí es de 1,93 partes en peso del
30 aluminio recubierto con 98,03 partes en peso del componen-

1 te no metálico en polvo. El recubrimiento en polvo resul-
tante mantiene el nivel de pigmento y tiene la siguiente
composición:

	<u>Partes en peso</u>
5 aluminio	1,50
material termoestable	92,93
(a) copolímero de función epóxido del Ejemplo 1 -	81,79
(b) ácido azelaico -	11,10
(c) poli(anhidrido azelaico) -	0,04
poli(acrilato de laurilo)	0,65
10 pigmento verde de ftalo	1,50
óxido de hierro amarillo	3,42

15 Este material se mezcla, se tamiza, se pul-
veriza electrostáticamente sobre un sustrato de acero ino-
xidable, y se cura al calor como en el Ejemplo 1. El acaba-
do obtenido tiene excelentes propiedades y su aspecto es si-
milar al de los recubrimientos preparados en el Ejemplo 1.

Ejemplo 4

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 ex-
cepto en las diferencias:

20 (1) El recubrimiento de las laminillas de aluminio se pre-
para a partir de 30 partes en peso de la misma pasta de alu-
minio utilizada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de
aluminio) y 4,7 partes en peso de material termoestable,
por ejemplo, copolímero con función epóxido del Ejemplo 1,
y ácido azelaico en las proporciones utilizadas en el Ejem-
25 plo 1, 0,4 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio, y
0,03 partes en peso de poli(acrilato de laurilo).

30 (2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3, el componen-
te no metálico en polvo se ajusta y emplea en una cantidad
tal con las laminillas de aluminio recubiertas que propor-
cione un material de recubrimiento en polvo que pueda pul-

1 verizarse con el mismo nivel de carga de pigmento que en
tal material en el Ejemplo 1.

5 El material de recubrimiento en polvo re-
sultante se pulveriza electrostáticamente sobre un sustra-
to de acero y se cura al calor sobre el mismo como en el
Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene un aspecto similar
al obtenido en el Ejemplo 1.

Ejemplo 5

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 ex-
cepto en las diferencias:

(1) Se prepara el recubrimiento de las laminillas de alu-
minio de 30 partes en peso de pasta de aluminio utilizada
en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio) y 0,98
partes en peso del material termoestable, por ejemplo copo-
límico con función epóxido del Ejemplo 1 y ácido azelaico
en las proporciones utilizadas en el Ejemplo 1, 0,1 partes
en peso de bromuro de tetrabutilamonio, y 0,005 partes en
peso de poli(acrilato de laurilo).

20 (2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3, el componen-
te no metálico en polvo se ajusta y se emplea en una canti-
dad tal con las laminillas de aluminio recubiertas que, per-
mite la pulverización del material de recubrimiento en pol-
vo con el mismo nivel de carga de pigmento que en tal ma-
terial en el Ejemplo 1.

25 El material de recubrimiento en polvo re-
sultante se pulveriza electrostáticamente sobre un sustra-
to de acero y se cura al calor sobre el mismo como en el
Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene una apariencia si-
milar a la obtenida en el Ejemplo 1.

Ejemplo 6

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 excepto en las diferencias:

(1) Se prepara el recubrimiento de las laminillas de aluminio 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 2,93 partes en peso de material termoestable, por ejemplo el copolímero con función epóxido del Ejemplo 1 y ácido azelaico en las proporciones utilizadas en el Ejemplo 1, 0,29 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio y 0,02 partes en peso de poli(acrilato de laurilo).

(2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3 el componente no metálico en polvo se ajusta y emplea en una cantidad tal que las laminillas de aluminio recubiertas proporcionen el material de recubrimiento en polvo que se pueda pulverizar con el mismo nivel de carga de pigmento que en tal material en el Ejemplo 1.

El material de recubrimiento en polvo resultante se pulveriza electrostáticamente sobre un sustrato de acero y se cura al calor sobre él, como en el Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene una apariencia similar a la obtenida en el Ejemplo 1.

Ejemplo 7

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 excepto en cuanto a las diferencias:

(1) Se prepara el recubrimiento de laminillas de aluminio de 30 partes en peso de pasta de aluminio utilizada en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio) y 1,76 partes en peso de material termoestable, por ejemplo copolímero de función epóxido del Ejemplo 1 y ácido azelaico en las pro-

1 porciones utilizadas en el Ejemplo 1, 0,18 partes en peso
de bromuro de tetrabutylamonio, y 0,01 partes en peso de po
li(acrilato de laurilo).

5 (2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3, el componen
te no metálico en polvo se ajusta y emplea en una cantidad
tal con las laminillas de aluminio recubiertas que haga que
el material de recubrimiento en polvo que se pulverice con
el mismo nivel de carga de pigmento que en tal material en
el Ejemplo 1.

10 El material de recubrimiento en polvo re-
sultante se pulveriza electrostáticamente sobre un sustra-
to metálico y se cura al calor sobre el mismo como en el
Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene una apariencia si-
milar al obtenido en el Ejemplo 1.

15 Ejemplo 8

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1
excepto en las siguientes diferencias:

20 (1) Se prepara el recubrimiento de las laminillas de alu-
minio de 30 partes en peso de la pasta de aluminio utiliza-
da en el Ejemplo 1 (19,5 partes en peso de aluminio) y 2,54
partes en peso de material termoestable, por ejemplo, copo
límero de función epóxido del Ejemplo 1 y ácido azelaico
en las proporciones utilizadas en el Ejemplo 1, 0,25 partes
en peso de bromuro de tetrabutylamonio, y 0,01 partes en
25 peso de poli(acrilato de laurilo).

(2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3, el componen
te no metálico en polvo se ajusta y emplea en una cantidad
tal con las laminillas de aluminio recubiertas que haga que
el material de recubrimiento en polvo se pulverice con el
30 mismo nivel de carga de pigmento que en tal material en el

1 Ejemplo 1.

El material de recubrimiento en polvo resultante se pulveriza electrostáticamente sobre un sustrato metálico y se cura al calor sobre el mismo como en el
5 Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene un aspecto similar al que se obtiene en el Ejemplo 1.

Ejemplo 9

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 excepto en cuanto a las diferencias:

10 (1) Se prepara el recubrimiento de las laminillas de aluminio 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 termoestable, por ejemplo copolímero con función epóxido del Ejemplo 1 y ácido aze-
15 laico en las proporciones utilizadas en el Ejemplo 1, 0,04 partes en peso de bromuro de tetrabutilamonio y 0,002 partes en peso de poli(acrilato de laurilo).

(2) Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 3, el componente no metálico en polvo se ajusta y emplea en una cantidad
20 tal con las laminillas de aluminio recubiertas que proporcione un material de recubrimiento en polvo que se pulverice con el mismo nivel de carga de pigmento que en tal material en el Ejemplo 1.

El material de recubrimiento en polvo resultante se pulveriza electrostáticamente sobre un sustrato metálico y se cura al calor sobre el mismo como en el
25 Ejemplo 1 y el acabado resultante tiene una apariencia similar al obtenido en el Ejemplo 1.

Ejemplo 10

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1

1 excepto en que una cantidad equivalente funcionalmente de
un copolímero de función epóxido y función hidróxido de mo-
nómeros vinílicos sustituye al copolímero de función epóxi-
do del copolímero del Ejemplo 1 y una cantidad funcional-
5 mente equivalente de poli(anhidrido azelaico) sustituye al
ácido azelaico. El copolímero con función epóxido y con fun-
ción hidróxido se prepara a partir de los componentes cita-
dos a continuación de la manera descrita a continuación:

10	<u>Reactivos</u>	<u>Gramos</u>	<u>Tanto por ciento en peso de reactivos totales</u>
	metacrilato de glicidilo	225,0	15
	metacrilato de hidroxie- tilo	75,0	5
	metacrilato de butilo	600,0	40
15	estireno	75,0	5
	metacrilato de metilo	525,0	35

Los monómeros antes mencionados se mezclan
en las proporciones antes señaladas y se añaden 70,0 gramos
(4,5% sobre los pesos combinados de reactivos) de 2,2'-azo-
bis-(2-metilpropionitrilo), después llamado AIBN, a la mez-
cla de monómeros. Se añade la solución gota a gota durante
20 un periodo de 3 horas en 1500 ml de tolueno a 100° - 108°C,
en atmósfera de nitrógeno. Después se añaden 0,4 gramos de
AIBN disueltos en 10 ml de acetona durante un periodo de
1/2 hora y se continúa refluendo durante 2 horas más.

25 Se diluye la solución polímero-tolueno en
1500 ml de acetona y se coagula en 16 litros de hexano. El
polvo blanco se seca en estufa de vacío a 55°C durante 24
horas. Este copolímero tiene un peso molecular - $M_w - M_n =$
30 6750/3400 y el peso molecular por grupo epóxido es aproxi-
madamente 1068.

Ejemplo 11

Se repite el procedimiento del Ejemplo 10 con la única diferencia de que aproximadamente un 35% de poli(anhidrido azelaico) se reemplaza con una cantidad funcionalmente equivalente de ácido 12-hidroxiesteárico.

Ejemplo 12

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 - excepto en que una cantidad funcionalmente equivalente de un copolímero con función epóxido y función amida de monómeros de vinilo sustituye al copolímero de función apóxido del Ejemplo 1 y una cantidad funcionalmente equivalente de un polímero terminado en carboxilo sustituye al ácido - azelaico. El copolímero de función epóxido y función amida, utilizado en este ejemplo se prepara de los componentes señalados abajo de la manera descrita a continuación

<u>Reactivos</u>	<u>Gramos</u>	<u>Tanto por ciento de reactivos totales</u>
metacrilato de glicidilo	45	15
acrilamida	15	5
metacrilato de butilo	111	37
metacrilato de metilo	129	43

Los monómeros mencionados antes se mezclan en las proporciones señaladas antes y se añaden 11,0 gramos de 2,2'-azobis-(2-metilpropionitrilo), llamado después - AIBN, a la mezcla. La mezcla se añade lentamente a 200 ml de tolueno calentado a 80°C - 90°C que se agita fuertemente bajo una atmósfera de nitrógeno. Se dispone un condensador en la parte alta del recipiente de tolueno para condensar los vapores de tolueno y hacer volver el tolueno condensado al recipiente. Se añade la mezcla de monómeros a través

1 de una válvula reguladora y se controla la velocidad de -
adición para mantener una temperatura de reacción de 90° -
110°C con el resto del calor suministrado por un calentador
externo. Después de completada la adición de la mezcla de -
5 monómeros (3 horas), se disuelven 0,8 gramos de AIBN en 10
ml de acetona durante un periodo de media hora (1/2) y se
continúa el reflujo durante dos horas adicionales.

La solución de polímero-tolueno resultante
se diluye con 200 ml de acetona y se coagula en 2 litros de
10 hexano. Se seca el polvo blanco en estufa de vacío a 55°C
durante 24 horas. Se determina su peso molecular como -
 $M_w/M_n = 6700/3200$ y el PME (peso molecular por grupo epóxi
do) es aproximadamente 1000.

15 El polímero terminado en carboxilo que se uti
liza como agente de reticulación se prepara de los siguien
tes materiales y en la siguiente forma: quinientos gramos de
una epoxiresina disponible comercialmente, Epon 1001 (equi-
valente de epóxido 450 - 525, intervalo de fusión 64 - 76°C,
media de peso molecular 900°C) se vierten en una cápsula de
20 acero inoxidable con manguito de calefacción. La epoxiresi
na se calienta a 110°C. Mientras la epoxiresina se agita, se
añaden 194 gramos de ácido azelaico. Después de un tiempo de
reacción de 30 minutos, se obtiene una mezcla homogénea. La
resina de la mezcla solamente a medio reaccionar, se vierte
25 en un recipiente de aluminio y se enfría. La mezcla sólida
se pulveriza para pasar a través de un tamiz de 100 mallas
por empleo de un mezclador. La resina de mezcla está a me-
dio reaccionar solamente porque si hubiera reaccionado por
completo no podría hacerse polvo. Una porción del polímero
30 terminado en carboxilo se pesa para hacer una composición

1 de recubrimiento en polvo de esta invención.

Ejemplo 13

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 ex-
cepto en que una cantidad funcionalmente equivalente de un
copolímero con función hidroxilo sustituye al copolímero
de función epóxido del Ejemplo 1 y que una cantidad funcio-
nalmente equivalente de hexametoximelamina sustituye al áci-
do azelaico.

10 El copolímero de función hidroxilo utiliza-
do en este ejemplo se prepara a partir de los componentes
señalados abajo de la forma descrita después:

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

20 Se calienta un matraz de litro, de cuatro
bocas, que contiene 150 ml de tolueno y 150 ml de metiletil-
cetona hasta que el contenido del matraz llegue a la tempe-
ratura de reflujo de 85°C. Se añade una mezcla de los monó-
meros citados antes y 4 partes en peso de 2,2'-azobis-(2-
metilpropionitrilo), llamado después AIBN, en una cantidad
total de 208 gramos, gota a gota, durante un periodo de ho-
ra y media a la mezcla de reacción que se mantiene a 85°C.
25 Después que se completa la adición de monómero se añaden,
gota a gota, 0,5 gramos de AIBN (disueltos en 20 gramos de
tolueno). Se continúa el reflujo durante media hora adicio-
nal para completar la polimerización.

30 Se vierte la solución en bandejas planas de
acero inoxidable. Estas bandejas se colocan en una estufa
de vacío y se evapora el disolvente de ellas. Al eliminarse

1 el disolvente el copolímero se concentra más. La temperatu
ra de la estufa de vacío se eleva a 110°C. Se continúa el
secado hasta que el contenido en disolvente del copolímero
está por debajo de un 3 por ciento. Se enfrían las bande-
5 jas y se recoge el copolímero y se pulveriza para que pase
a través de un tamiz de 20 mallas.

Ejemplo 14

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1
excepto en que una cantidad funcionalmente equivalente de
10 un copolímero autoreticulable sustituye al copolímero de
función epóxido y al ácido azelaico.

El copolímero autoreticulable utilizado en
este ejemplo se prepara de los componentes señalados a con
tinuación de la forma después descrita:

15

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

20 Se mezclan los monómeros acabados de mencio
nar con 12 gramos de un iniciador, por ejemplo, peroxipiva-
to de terc-butilo. Se vierten trescientos gramos de benceno
en un matraz de litro que está equipado con embudo de go-
teó, refrigerante, agitador, termómetro y entrada de nitró
25 geno. Se coloca la mezcla de monómeros en el embudo de go-
teó. Se calienta el matraz a 80°C y se lleva al reflujo del
disolvente. Se añade la mezcla de monómeros, gota a gota, a
lo largo de un periodo de dos horas, mientras se mantiene
la temperatura de reacción a 80°C. Después de completarse
30 la adición, se continúa la reacción durante otras dos ho-

1 ras. Se enfria entonces el contenido del matraz hasta la
temperatura ambiente.

5 Se mezclan cien ml de la solución resultante
con 0,3 gramos de poli(acrilato de 2-etilhexilo). Se dis-
persa la mezcla y se seca después en una estufa de vacío a
70°C. El recubrimiento en polvo obtenido se muele para
que pase a través de un tamiz de 200 mallas.

Ejemplo 15

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 ex-
cepto en que el poli(acrilato de laurilo) se reemplaza con
una cantidad equivalente de poli(acrilato de butilo) que
tiene ($\bar{M}_n = 9000$).

Ejemplo 16

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1
excepto en que el poli(acrilato de laurilo) se reemplaza
con una cantidad equivalente de poli(metacrilato de isodode-
cilo).

Ejemplo 17

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 ex-
cepto con la diferencia de que el poli(acrilato de laurilo)
se reemplaza con una cantidad equivalente de perfluoroocta-
noato de polietilenglicol ($\bar{M}_n = 3.400$).

Ejemplo 18

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
la única diferencia de que las laminillas de aluminio recu-
biertas se mezclan con el polvo formador de película prin-
cipal en una cantidad tal que suponga 0,005% en peso de la
composición total de pintura en polvo.

Ejemplo 19

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con

1 la única diferencia de que las laminillas de aluminio recu-
biertas se mezclan con el polvo formador de película princi-
pal en una cantidad tal que suponga 32,50% en peso de la
composición total de pintura en polvo.

5

Ejemplo 20

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
la única diferencia de que las laminillas de aluminio recu-
biertas se mezclan con el polvo formador de película princi-
pal en una cantidad tal que suponga un 0,25 por ciento en
10 peso de la composición total de pintura en polvo.

Ejemplo 21

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
la única diferencia de que las laminillas de aluminio recu-
biertas se mezclan con el polvo formador de película princi-
15 pal en una cantidad tal que comprenda un 28,75 por ciento
en peso de la composición de pintura en polvo total.

Ejemplo 22

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
la única diferencia de que las laminillas de aluminio recu-
20 biertas se mezclan con el polvo formador de película princi-
pal en una cantidad tal que suponga 0,54 por ciento en peso
de la composición total de pintura en polvo.

Ejemplo 23

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
25 la única diferencia que las laminillas de aluminio recubier-
tas se mezclan con el polvo formador de película principal
en una cantidad tal que suponga 28,25 por ciento en peso de
la composición total de pintura en polvo.

Ejemplo 24

30

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con

1 las diferencias de que las laminillas de aluminio recubier-
tas constituyen el único pigmento metálico utilizado y que
supongan el 10 por ciento en peso de la composición de pin-
tura en polvo total. En este ejemplo no se utilizan pigmen-
5 tos no metálicos.

Ejemplo 25

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
las diferencias de que las laminillas de aluminio recubier-
tas son el único pigmento utilizado y constituyen un 1 por
10 ciento en peso de la composición total de pintura en polvo.
En este ejemplo, los pigmentos no metálicos constituyen un
21,9 por ciento en peso de la composición total de pintura
en polvo.

Ejemplo 26

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
las siguientes diferencias en la composición. Se mezclan
las laminillas de aluminio recubiertas con el polvo forma-
dor de película principal en una cantidad tal que suponga
un 32,5 por ciento del total de la composición de pintura
20 en polvo y el polvo principal formador de película contie-
ne, como único pigmento no metálico, pigmento verde de fta-
locianina en una cantidad tal que suponga un 0,25 por cien-
to en peso de la composición total de pintura en polvo.

Ejemplo 27

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
las siguientes diferencias en la composición. Se mezclan
las laminillas de aluminio recubiertas con el polvo princi-
pal formador de película en una cantidad tal que comprendan
4,0 por ciento en peso de la composición total de pintura
30 en polvo y el polvo formador de película principal contiene

1 una mezcla de pigmentos sin metal en una cantidad tal que
suponga un 22 por ciento en peso de la composición total de
pintura en polvo. La mezcla de pigmentos sin metal consis-
te predominantemente en amarillo cromo con flavantrona (pro-
5 ducto orgánico amarillo), óxido de hierro rojo y negro de
carbono presente desde cantidades traza a por encima de uno
por ciento en peso.

Ejemplo 28

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con
10 la siguiente diferencia en la composición: Se mezclan lami-
nillas de aluminio recubiertas con el polvo principal for-
mador de película en cantidad tal que suponga 0,5 por cien-
to en peso de la composición total de pintura en polvo.

Ejemplo 29

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 ex-
cepto en que el componente no metálico en polvo con el que
se mezclan las laminillas de aluminio recubiertas es un pol-
vo termoplástico preparado a partir de los siguientes ma-
teriales empleando el procedimiento después descrito:

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

Los ingredientes que se acaban de citar se
mezclan en un mezclador rotatorio de cubierta gemela duran-
te 10 minutos y después se laminan a 190°C durante 15 minu-
tos. Se enfría y pulveriza la mezcla para pasar a través de
30 un tamiz de 200 mallas.

1 Se mezclan los anteriores materiales en la
cantidad de 188 partes en peso con el pigmento de óxido de
hierro amarillo (8,26 partes en peso), el pigmento verde de
ftalocianina (1,75 partes en peso) y el poli(acrilato de
5 laurilo) (1,34 partes en peso).

 Se obtiene una mezcla homogénea de lo ante-
rior por molienda con bolas durante 2 horas. Esta mezcla se
continua a 100°C en un extrusor de amasado. El sólido así
obtenido se pulveriza en un molino de impacto, por ejemplo,
10 en un molino de impacto con clasificación por aire y se ta
miza a través de un tamiz de 200 mallas.

 En la Patente Estadounidense 3.532.530, que
se incorpora aquí como referencia, se describen diversidad
de otros polvos termoplásticos que pueden utilizarse con
15 las laminillas de aluminio encapsuladas.

Ejemplo 30

 Se prepara una serie de pinturas en polvo,
A-E, a partir de los siguientes materiales en la forma se-
ñalada después y se pulverizan luego electrostáticamente co
20 mo en el Ejemplo 1 con propósito de ensayo.

 Etapa I. Los materiales señalados a conti-
nuación se mezclan cuidadosamente

25

30

	A	B	C	D	E
	PARTES EN PESO				
1					
1.	30,00	30,00	30,00	30,00	30,00
	pasta de aluminio (65% de metal)				
2.	9,75	13,65	19,5	29,25	39,00
	mezcla termoestable				
5	8,58	12,01	17,16	25,74	34,32
	(a) resina ^M				
	1,17	1,64	2,34	3,51	4,68
	(b) anhídrido polia zelaico				
	50,00	70,00	100,00	150,00	200,00
	% basado en el peso del alumi- nio				
10	0,06	0,08	0,12	0,18	0,23
	3. poli(acrilato de lau- rilo)				
	250,00	250,00	250,00	250,00	250,00
	4. cloruro de metileno				

^Mcopolímero de función epóxido del Ejemplo 1

15 Etapa II. Esta mezcla se seca entonces por pulverización como en los ejemplos precedentes y se obtiene un producto que comprende laminillas de aluminio encapsuladas en una mezcla termoestable de resina y agente de reticulación donde los pesos relativos de los componentes son como sigue:

	A	B	C	D	E
	PARTES EN PESO				
1.	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5
	laminillas de alu- minio				
2.	9,75	13,65	19,50	29,25	39,00
	mezcla termoestable				
25	0,06	0,08	0,12	0,18	0,23
	3. poli(acrilato de laurilo)				

Etapa III. Estas laminillas de aluminio encapsuladas se tamizan a través de un tamiz de 44 micras. Todas las partículas que quedan sobre el tamiz se rechazan.

30 Etapa IV. Se obtiene una mezcla no metálica en polvo por mezclado cuidadoso de los materiales señalados

1 a continuación, después de lo cual la mezcla se pulveriza
y tamiza a través de un tamiz de 75 micras. Todas las par-
tículas que quedan sobre el tamiz se desechan.

5

	A	B	C	D	E
	PARTES EN PESO				
1. Resina [®]	166	166	166	166	166
2. Acido 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					
10 (a) verde de ftalo cianina	2,03	2,03	2,04	2,06	2,08
(b) óxido de hierro amarillo	8,04	8,07	8,11	8,18	8,25

15 [®]copolímero de función epóxido del Ejemplo 1

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

20

	A	B	C	D	E
	PARTES EN PESO				
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 La concentración relativa de ingredientes en cada una de estas mezclas es como sigue:

30

<u>Ingredientes</u>	<u>Partes en peso</u>
aluminio	1,50
material termoestable (resina y reticulador)	92,91
poli(acrilato de laurilo)	0,66
verde de ftalocianina	0,99
óxido de hierro amarillo	3,93

1 Los polvos así obtenidos se pulverizan sobre
sustratos conectados a tierra electricamente y se hornean co
mo en el Ejemplo 1. El espaciado y la orientación del pigment
to de aluminio es mejor cuando la encapsulación de resina so
5 bre las partículas de aluminio está en el intervalo de 50 a
70 por ciento en peso del aluminio con el mejor acabado con
la pintura A (50 por ciento en peso de encapsulación basada
sobre el peso de laminillas de aluminio).

Ejemplo 31

10 Se encapsulan las laminillas de aluminio co
mo en el Ejemplo 1 excepto en que los disolventes son otros
distintos que el cloruro de metileno, por ejemplo, tolueno,
xileno, acetona, hexano, y metiletilcetona, empleados para
dispersar el material formador de película y las laminillas
15 de aluminio antes del secado por pulverización. La opera
ción de secado por pulverización se ajusta de acuerdo con -
las volatilidades relativas del disolvente utilizado en ca
da ensayo. Las laminillas encapsuladas así preparadas se
incorporan en la pintura en polvo del Ejemplo 1, se pulve
20 rizan electrostáticamente sobre sustratos y los sustratos
se hornean como en el Ejemplo 1.

 Se pueden utilizar con este propósito hidro
carburos, alcoholes y cetonas que hierven en el intervalo
de 50°C a 152°C, preferiblemente 50°C a 90°C. La cantidad
25 de disolvente utilizado está por encima de los pesos combi
nados de las laminillas de aluminio y el formador de pelí
cula utilizado para la encapsulación. Ventajosamente, la
cantidad de disolvente utilizado está en el intervalo de
aproximadamente 3 a 100 veces los pesos combinados de for
30 mador de película y laminillas de aluminio.

1 Los dispositivos y métodos para la pulverización electrostática de materiales de recubrimiento en polvo se ilustran y describen en las Patentes Estadounidenses 3.536,514; 3.593.678; y 3.598.629.

5 El termino "copolímero" se utiliza aquí para indicar un olímero formado de dos o más monómeros diferentes.

 A los especialistas en esta técnica, la vista de esta memoria les sugerirá muchas modificaciones de los ejemplos anteriores. Se pretende que todas aquellas modificaciones que caigan dentro del marco de esta invención queden incluidas en las adjuntas reivindicaciones.

10 Las descripciones de la solicitud de Patente Estadounidense serie Nº 442.291 solicitada el 12 de Febrero 1974 por Santokh S. Labana y otros y titulada "Composiciones de recubrimiento en polvo que incluyen copolímero modificado por éster glicídílico" se incorporan aquí como referencia.

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

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

REIVINDICACIONES

25 1. Mejoras introducidas en un método de preparación de pinturas en polvo esencialmente constituidas por un formador de película orgánico en partículas, un primer pigmento coloreado y partículas metálicas, caracterizadas porque dichas partículas metálicas son laminillas de aluminio las cuales, antes de mezclarse con dicho formador de película orgánico en partículas, son encapsuladas con alrededor

30

1 de 2 a 200 parte en peso de un revestimiento continuo de
un formador de película orgánico termoestable, por cada
100 partes en peso de dichas laminillas de aluminio, con-
sistiendo esencialmente dicho formador de película orgá-
5 nico termoestable en un copolímero con función epóxido de
monómeros con insaturación mono-olefínicamente y un agen-
te de reticulación reaccionable con la función epóxido de
dicho copolímero y seleccionado del grupo que consiste
en ácidos dicarboxílicos y anhídridos de ácidos dicarbo-
10 xílicos.

2. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque la encapsulación de las citadas laminillas de
aluminio se hace en una cantidad de aproximadamente 30 a
aproximadamente 70 partes en peso del citado formador de
15 película orgánico, termoestable, por cada 100 partes en pe-
so de las citadas laminillas de aluminio.

3. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque la citada encapsulación de dichas laminillas de
aluminio se hace en la cantidad de aproximadamente 2 a apro-
ximadamente 30 partes en peso de dicho formador de pelícu-
20 la, orgánico, termoestable, por cada 100 partes en peso de
dichas laminillas de aluminio.

4. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque el formador de película, orgánico, termoestable,
25 tiene un peso molecular medio (\bar{M}_n) en el intervalo de aproxi-
madamente 1500 a aproximadamente 15.000 y temperatura de
transición vítrea en el intervalo de aproximadamente 40°C
a aproximadamente 90°C.

5. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque el citado copolímero es un copolímero de apro-
30

1 ximadamente 5 a aproximadamente 20 por ciento en peso de
un éster glicidílico de un ácido carboxílico con insatura-
ción monoetilénica, de 0 a aproximadamente 10 por ciento
5 en peso de un hidroxiacrilato o metacrilato, de 0 a apro-
ximadamente 10 por ciento en peso de una amida con insatu-
ración olefínica en alfa-beta y aproximadamente 60 a apro-
ximadamente 95 por ciento en peso de ésteres de un alcohol
monohidroxílico de $C_1 - C_8$ y ácido acrílico o metacrílico.

10 6. Mejoras según las reivindicaciones precedentes,
caracterizadas porque los componentes del citado formador
de película, orgánico, termoestable, son reticulables con
el citado formador de película, orgánico, finamente dividi-
do en partículas.

15 7. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque dichas pinturas en polvo contienen también un
agente de control de fluencia que comprende entre aproxi-
madamente 0,05 y aproximadamente 4,0 por ciento en peso de
dicha pintura en polvo y es un polímero que tiene un peso
molecular (\bar{M}_n) de por lo menos 1.000, y que tiene, a la
20 temperatura de horneado de la pintura en polvo una tensión
superficial más baja que la tensión superficial del citado
formador de película orgánico, finamente dividido y que es
un polímero o copolímero seleccionado del grupo que consis-
te en ésteres de acrilato, ésteres de metacrilato, y éste-
25 res de polietilen o polipropilenglicol de ácidos grasos
fluorados, siloxanos polímeros, y siloxanos halogenados po-
límeros.

30 8. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque dichas laminillas de aluminio se encapsulan por
dispersión de 100 partes en peso de dichas laminillas de

1 aluminio y aproximadamente 10 a aproximadamente 200 partes
en peso del citado formador de película, orgánico, termoestable, en un disolvente volátil que hierve en el intervalo
de aproximadamente 40°C a aproximadamente 152°C que se se-
5 para de dicho formador de película, orgánico, termoestable
y dichas laminillas de aluminio en el secado por pulverización y que al secar por pulverización la citada dispersión,
dicho disolvente está presente en la citada dispersión en
una cantidad por encima de la cantidad total de las lami-
10 nillas de aluminio y dicho formador de película.

9. Mejoras según la reivindicación 8, caracterizadas porque las citadas 100 partes en peso de las citadas laminillas de aluminio se dispersan en el citado disolvente con 30 a 70 partes en peso del formador de película, orgánico, termoestable, el citado disolvente se selecciona de cloruro de metileno y alcoholes, cetonas e hidrocarburos que hierven en el intervalo de aproximadamente 40°C a aproximadamente 90°C, y dicho disolvente está presente en la citada dispersión en una cantidad de al menos 3 veces cantidades combinadas de dichas laminillas de aluminio y dicho formador de película.

10. Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque dicho formador de película, orgánico, finamente dividido en partículas, consiste esencialmente en un copolímero con función epóxido de monómeros con insaturación monoetilénica que tienen un peso molecular medio (\bar{M}_n) en el intervalo de aproximadamente 1500 a aproximadamente 15.000 y una temperatura de transición vítrea en el intervalo de aproximadamente 40°C a aproximadamente 90°C y un agente de reticulación reaccionable con la función epóxido de dicho

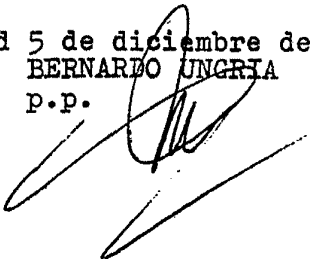
1 copolímero y seleccionado del grupo que consiste en ácidos
dicarboxílicos y anhídridos de ácidos dicarboxílicos.

5 11. Mejoras según la reivindicación 1, caracteriza-
das porque dicho formador de película, orgánico, finamente
dividido en partículas consiste esencialmente en un forma-
dor de película orgánico termoplástico que consiste esen-
cialmente en un polímero de aproximadamente 40 a 100 por
ciento en peso de ésteres de alcoholes monohídricos de $C_1 -$
10 C_8 y ácido acrílico o metacrílico, de 0 a aproximadamente
49 por ciento en peso de hidrocarburos monovinílicos de
 $C_8 - C_{12}$, y de 0 a aproximadamente 5 por ciento en peso
de ácido acrílico o ácido metacrílico.

15 12. 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 PINTU-
RAS EN POLVO.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de cincuenta y tres
páginas mecanografiadas.

Madrid 5 de diciembre de 1974
BERNARDO UNGRIA
P.P.



25

30