



ES 448893
15.6.76

PATENTE DE INVENCIÓN

30 PRIORIDADES:		
41 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
616.527	25.9.75	estadounidense
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09 D	
64 TITULO DE LA INVENCIÓN		
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PARTICULAS DE PINTURA EN POLVO.		
71 SOLICITANTE (S)		
FORD MOTOR COMPANY.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
The American Road, Dearborn, Michigan, Estados Unidos.		
72 INVENTOR (ES)		
Amos Golovoy, <u>Estadounidense</u>		
73 TITULAR (ES)		
El mismo solicitante.		
74 REPRESENTANTE		
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.		

1

RESUMEN DE LA INVENCION

5

10

15

20

25

30

Un procedimiento para la producción de partículas de pintura en polvo, especialmente partículas de pintura en polvo que contienen laminillas metálicas, que consiste en poner en contacto la superficie expuesta de una solución salina acuosa en movimiento continuo a través de una zona de extendido y extracción hasta una zona de recogida con una dispersión líquida de dicho ligante orgánico de pintura, dichas laminillas metálicas y un disolvente orgánico miscible con dicha solución salina, donde la dispersión líquida flota sobre dicha superficie durante un tiempo suficiente para que se puzca su extendido sobre dicha extracción superficial de disolvente orgánico de la dispersión de pintura líquida flotante en dicha solución salina y solidificación de dicho ligante de pintura sobre dicha superficie en sólidos lamelares que contienen laminillas metálicas con dicha zona de extendido y extracción y movimiento de dicha solución salina y sólidos lamelares flotantes a dicha zona de recogida donde los sólidos lamelares se rompen en partículas más pequeñas y se recuperan. En la realización preferida, los sólidos lamelares pasan con la solución salina a una zona de recogida donde la ruptura de los sólidos lamelares se realiza por lo menos en parte por agitación de la solución salina. En la realización preferida, la dispersión de pintura líquida se aplica a la superficie de la solución salina en forma de gotitas discretas y dicha solución salina contiene entre 3 y 15 % en peso aproximadamente de sal. Las laminillas metálicas revestidas de ligante de pintura y las partículas que no contienen laminillas metálicas son ambas adecuadas para uso en pinturas en polvo.

1 aplican al sustrato por técnicas de pulverización electros-
tática que es el método más común de aplicación de revesti-
mientos de acabado para automóviles.

5 En las pinturas metálicas líquidas, la orientación de
las laminillas metálicas es fundamentalmente paralela a la
superficie de la película de revestimiento o inclinada de
manera que forma un pequeño ángulo con esta superficie. Aun-
que la orientación de una laminilla particular puede formar
10 un ángulo con la superficie de la película, una caracterís-
tica esencial de un buen revestimiento metálico es que la
orientación neta de todas estas laminillas sea esencialmente
paralela a dicha superficie.

15 Cuando se utilizan los métodos antes mencionados para
preparar laminillas metálicas revestidas de resina para uso
en pinturas en polvo, forman partículas de resina en las que
las laminillas metálicas dentro de una partícula están orien-
tadas al azar. Cuando un polvo de este tipo se aplica a un
sustrato y se cuece para formar un revestimiento, la orien-
tación de las laminillas metálicas en la película está in-
20 fluída por la dirección de flujo del polvo durante la cocción.
Por ejemplo, cuando una superficie revestida de polvo se cue-
ce verticalmente, se produce un flujo neto descendente del
revestimiento, paralelo a la superficie. Por consiguiente,
una gran fracción de las laminillas metálicas están orienta-
25 das formando un ángulo descendente con la horizontal, produ-
ciendo con ello un revestimiento en el que el brillo varía
considerablemente con el ángulo de observación. En particular,
el revestimiento es mucho más brillante cuando se observa en
la dirección del flujo que cuando se observa en dirección
30 opuesta al flujo, lo que constituye un fenómeno indeseable

1 conocido comercialmente como "brillo invertido (reverse
flop)". Por otra parte, cuando una superficie revestida de
polvo se cuece en alineación horizontal, no hay un flujo ne-
to paralelo a la superficie y la orientación de una fracción
5 de las laminillas metálicas en el revestimiento permanece
perpendicular a la superficie de la película de revesti-
miento. Como esa fracción no refleja la luz, el brillo del
revestimiento es mucho menor que el de una pintura metálica
líquida correspondiente o de una pintura metálica en polvo
10 que ha sido cocida verticalmente.

Las laminillas metálicas se emplean casi siempre en com-
binación con pigmentos no metálicos y juntos comunican un as-
pecto metálico coloreado a la carrocería de un automóvil o
a otro artículo pintado. Como la orientación de las lamini-
15 llas metálicas también influye en el color o tonalidad produ-
cido o en el revestimiento, existe una notable diferencia en
este aspecto entre las superficies de revestimiento en polvo
cocidas horizontalmente y verticalmente de la técnica ante-
rior. Además las laminillas metálicas que están orientadas
20 perpendicularmente a la superficie de la película de reves-
timiento tienen tendencia a sobresalir a través de la super-
ficie del revestimiento reduciendo con ello el brillo. Por
consiguiente, el brillo de las superficies cocidas horizontal-
mente de la técnica anterior es menor que el de las corres-
25 pondientes superficies cocidas verticalmente.

Un método de producción de pintura en polvo que impli-
ca la dispensación de una formulación de pintura líquida en
agua está descrito en la patente estadounidense 3.737.401 de
I.H. Tsou. Esta patente describe tres métodos. En el primero,
30 la pintura líquida se agita en un envase en el que se vierte

1 rápidamente una gran cantidad de líquido coagulante. Se pro-
sigue esta operación hasta que se completa la coagulación de
la porción no disolvente (es decir, formadora de película)
de la pintura. El autor establece aquí que este método es
5 adecuado para el procesado discontinuo y que es difícil
controlar los tamaños de las partículas de polvo resultantes
de este método. El segundo método descrito consiste en agitar
un envase del líquido coagulante y verter lentamente la pin-
tura preparada en el segundo líquido agitado. El autor afir-
10 ma aquí que este método es adecuado para el procesado discon-
tinuo, produce una gama algo más estrecha de tamaños de par-
tícula del polvo que el primer método y es difícil de contro-
lar el tamaño de partícula utilizando este método. El tercer
método, que es la realización preferida del autor, es adecua-
15 do para la producción continua y permite un mayor control del
tamaño de partícula y de la distribución de tamaños de parti-
cula. En este método, la pintura líquida se introduce en el
líquido coagulante por debajo de la superficie del mismo, pró-
xima a las paletas del mezclador donde la agitación del me-
20 dio coagulante es máxima. Así, todos estos métodos conside-
ran el entremezclado de la solución de pintura y el líquido
coagulante en condiciones de agitación y el método preferido
y más eficaz requiere la introducción de la pintura líquida
en el punto de máxima agitación. Las partículas de pintura
25 en polvo así formadas a partir de diminutas gotas de líquido
introducidas en una gran turbulencia tienen inherentemente
tendencia a la forma esférica. Si estas partículas contienen
laminillas metálicas, la orientación de estas laminillas es
inherentemente al azar.
30

LA INVENCION

1
5
10
15
20
Ahora se ha descubierto que la diferencia del brillo, lustre y desarrollo de color entre los revestimientos metálicos en polvo cocidos verticalmente y cocidos horizontalmente puede ser considerablemente reducida y, en algunos casos, eliminada, utilizando en la pintura en polvo partículas de polvo constituidas esencialmente por laminillas metálicas revestidas de resina de forma específica, en las que las laminillas metálicas, dentro de cada una de estas partículas, están orientadas unidireccionalmente. La forma de las partículas de polvo que contienen las laminillas metálicas de acuerdo con esta invención es tal que una dimensión es mucho más pequeña que las otras dos, es decir, cada laminilla de polvo tiene la forma de un disco o placa y la orientación de las laminillas metálicas incrustadas en la laminilla de polvo es esencialmente paralela a la superficie principal de la laminilla de polvo. Cuando esta pintura metálica en polvo se aplica electrostáticamente sobre un substrato y se cuece, la orientación neta de las laminillas metálicas dentro de la película resultante es esencialmente paralela a la superficie de la película, independientemente de la orientación del substrato durante la cocción.

25
30
Las laminillas metálicas revestidas de esta invención se preparan por un nuevo procedimiento que puede ser denominado procedimiento de extendido y extracción simultáneo. De acuerdo con este procedimiento, se prepara un sistema resinoso de pintura en solución en un disolvente orgánico de baja tensión superficial (alrededor de 20 a 40 dinas/cm, preferiblemente de 20 a 35 dinas/cm) que es miscible con el agua. Esta solución contiene todos los ingredientes de la composi-

1 ción de revestimiento en polvo desecada, v.g. resina, agente
de control de la fluidez, agente reticulante, pigmento no
metálico y laminillas metálicas. Los disolventes adecuados
5 son acetona, alcoholes miscibles con agua y p-dioxano. La
tensión superficial de la solución es esencialmente la misma
que la del disolvente orgánico con pequeñas variaciones re-
sultantes del contenido en sólidos de la solución.

De acuerdo con esta invención, esta dispersión de pintura
10 se pone en contacto con la superficie de una corriente
móvil de una solución acuosa salina que es aconsejablemente
tan plana y exenta de turbulencia como sea posible. Este con-
tacto se realiza en una zona de extendido y extracción y pre-
feriblemente con la dispersión de pintura en forma de gotitas
15 discretas. Estas gotitas de solución de pintura flotan sobre
la solución salina durante un tiempo suficiente para extender-
se, para que el disolvente sea extraído a la solución salina
y para que la pintura flotante solidifique en sólidos lame-
lares. La corriente móvil pasa después a una zona de recogi-
da, los sólidos lamelares se rompen en partículas más peque-
20 ñas y las partículas son recogidas, lavadas, secadas y uti-
lizadas en las pinturas en polvo.

Las partículas de polvo que contienen laminillas metá-
licas normalmente constituyen bastante menos de la mitad de
25 las partículas en polvo empleadas en el revestimiento y pue-
den estar ausentes por completo ya que muchos revestimientos
en polvo no están pigmentados con laminillas metálicas. Tam-
bién pueden producirse por este procedimiento partículas de
pintura en polvo delgadas, planas o lamelares sin laminillas
30 metálicas.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

1 Las dimensiones de las partículas en polvo que contie-
nen laminillas metálicas de esta invención pueden variar en-
tre unos límites comprendidos aproximadamente entre 5 y
5 140 micras a lo largo de los ejes X e Y de las dos superfi-
cies principales opuestas mientras que el espesor de la par-
tícula de polvo o laminilla no es mayor que el valor menor
de 15 micras y un quinto (1/5) de la dimensión de la más
pequeña de las medidas X e Y de las superficies principales
10 y está comprendido ventajosamente entre 1 y 10 micras aproxi-
madamente.

El tamaño de la laminilla metálica más adecuada es tal
que el 99 % de las mismas atraviesan un tamiz de 270 mallas
de las normas estadounidenses. Las laminillas metálicas ade-
15 cuadas son las de aluminio, níquel, cobre, bronce y acero
inoxidable. Las más comúnmente utilizadas son las laminillas
de aluminio.

En la realización preferida, la solución acuosa salina
es bombeada a través de un conducto abierto y hasta la zona
20 de extendido y desde allí a un tanque de recogida que está
provisto de un medio de agitación, v.g. un agitador, que
crea una gran turbulencia en la solución salina y hace que
los sólidos delgados lamelares se fragmenten. El caudal a
través del conducto abierto es tal que la superficie del
25 agua es relativamente lisa y no perturbada. El número
Reynolds de la corriente fluyente debe ser inferior a 2000
(una explicación del "Número Reynolds" se encuentra en los
textos habituales, por ejemplo, Transport Phenomena por
Bird, Stewart & Lightfoot, John Wiley & Sons, New York, Lon-
30 dres, Sydney (1960), pág. 41 y Mechanics of Fluid por

1 Longwell, McGraw-Hill Book Company (1966), págs. 58-59). La
tensión superficial de la solución acuosa salina está com-
prendida ventajosamente entre unas 73 y unas 83 dinas/cm de
acuerdo con la concentración y el tipo de sal.

5 Se dejan caer sobre la superficie de la solución acuosa
salina móvil unas gotitas discretas, v.g. de 0,5 a 3 mm de
diámetro, o una corriente continua de la dispersión de pin-
tura. Como resultado de la gran diferencia de tensiones su-
perficiales entre la solución acuosa salina y la dispersión
10 de pintura, cada gota se extiende inmediatamente sobre la
superficie de la solución salina para formar una película
delgada y lamelar. Mientras se produce el extendido, el di-
solvente orgánico es extraído a la solución acuosa salina
formando así una película sólida. El rápido extendido de las
15 gotitas hace que las laminillas metálicas se orienten en una
dirección paralela a la película sólida formada. El espesor
de la película lamelar está comprendido aproximadamente en-
tre 1 y 10 micras y ventajosamente tiene un diámetro de la
cara mayor comprendido aproximadamente entre 1 y 4 cm cuan-
20 do la solución de pintura es aplicada a la superficie de la
solución acuosa salina en gotitas discretas. Las películas
sólidas lamelares se mueven con el agua hasta un tanque de
recogida donde tiene lugar una agitación que rompe las frá-
giles películas y extrae disolvente adicional. Las películas
25 de pintura sólida se filtran después, se lavan en agua lim-
pia para eliminar las trazas de disolvente y sal y se secan.
Después la pintura sólida seca se pulveriza hasta que atra-
viesa un tamiz de 140 mallas. Las partículas de polvo así pro-
ducidas que contienen laminillas metálicas están entonces pre-
30 paradas para su mezcla con una composición de pintura en pol-

1 vo. Las partículas de tamaño excesivo pueden ser repulverizadas mientras que los finos pueden ser disueltos de nuevo y reprocesados. Estas películas de pintura sólidas, planas, que
5 contienen metales, también pueden formarse extendiendo la solución de pintura sobre una cortina de agua descendente o sobre una cinta móvil o un rodillo giratorio humedecido con una delgada capa de agua.

10 Se ha encontrado que existen ciertas limitaciones importantes al procedimiento aquí descrito. En primer lugar, la concentración de la solución de pintura líquida debe estar comprendida entre 10 y 40 % en peso de sólidos de pintura y preferiblemente entre 15 y 35 % en peso. Cuando los sólidos de pintura en la solución pasan del 40 %, las gotas no se extienden bien, las laminillas metálicas no se orientan
15 adecuadamente y la extracción del disolvente es lenta. Cuando se utiliza una concentración de sólidos inferior al 10 % en peso, el extendido es demasiado rápido y las películas se desintegran dando lugar a partículas metálicas exentas de resina suspendidas en el agua. Este procedimiento es adecuado
20 para uso con resinas con un peso molecular promedio comprendido aproximadamente entre 1500 y 15.000, preferiblemente entre 1500 y 8500 aproximadamente. En segundo lugar, en general se prefiere utilizar una solución acuosa salina con una concentración de sal comprendida entre 1,0 y 15 % en peso aproximadamente pero preferiblemente entre 3 y 10 % en peso aproximadamente. La sal aumenta la tensión superficial del agua
25 y con ello favorece el extendido de la gota de pintura. Además, si uno o más de los ingredientes de la pintura son solubles o parcialmente solubles en agua, la presencia de sal en el agua reduce su solubilidad. En tercer lugar, para un
30

1 extendido apropiado, la superficie del agua debe estar rela-
tivamente tranquila. Cuando el agua que entra en contacto
inicialmente es fuertemente agitada, las gotas de pintura lí-
quida no se extienden adecuadamente y se forman partículas
5 redondas en las que las laminillas metálicas están orientadas
al azar.

El contenido en sal de la solución salina puede ser
ajustado dentro de los límites anteriormente prescritos en
la medida necesaria para retardar la extracción del compo-
10 nente de la pintura soluble en agua en la solución salina.
Esto es especialmente eficaz cuando la solución de pintura
contiene ácidos o anhídridos carboxílicos como agentes reti-
culantes. Así cuando se emplea la sal en el agua de flotación,
se pueden procesar fácilmente dispersiones de pintura con
15 una solubilidad en agua de hasta el 15 % en peso. Las gotas
deben ser mantenidas en dicha zona de extracción durante un
tiempo suficiente para admitir una extracción de 90 % en pe-
so como mínimo y preferiblemente de 97 % en peso como míni-
mo del disolvente orgánico.

20 Esta invención será mejor comprendida mediante los si-
guientes ejemplos ilustrativos:

EJEMPLO 1

A. Preparación de una solución de pintura en polvo

25 Se prepara un copolímero acrílico con función epoxi de
un monómero vinílico como sigue:

Se mezclan entre sí los monómeros, 15 % en peso de me-
tacrilato de glicidilo, 45 % en peso de metacrilato de me-
tilo y 40 % en peso de metacrilato de butilo. Se disuelve en la
mezcla de monómeros un 3 % en peso de un iniciador de la reac-
30 ción como el 2,2'-azo-bis(2-metilpropionitrilo) (AIBN). La

1 mezcla se añade lentamente sobre p-dioxano a reflujo que se
agita fuertemente en atmósfera de nitrógeno. En la parte su-
perior de la vasija de tolueno se coloca un refrigerante pa-
5 ra condensar los vapores de tolueno y devolverlos a la vasi-
ja. La mezcla de monómeros se agrega a través de una válvula
reguladora y la velocidad de adición se controla para mante-
ner la temperatura de reflujo (109-112°C) con solamente una
pequeña fracción del calor suministrado desde un calentador
externo. Una vez completada la adición de la mezcla de monó-
10 meros, se mantiene el reflujo mediante una fuente de calor
externo durante 3 horas más. El contenido en sólidos de la
solución de copolímero es del 40 % en peso.

La solución de pintura en polvo se prepara como sigue:
Se mezclan 200 partes en peso de la solución con función epo-
15 xi con:

ácido azelaico	10 partes
poli(acrilato de laurilo) ($\bar{M}_n = 10.000$)	0,5 partes
azul ftalo	5,0 partes
20 p-dioxano	120 partes
metanol	30 partes

Se obtiene una mezcla de pintura líquida homogénea me-
diante molienda a bolas de los ingredientes anteriores duran-
te 2 horas. Se combinan 2,5 partes en peso de laminillas de
25 aluminio secas que atraviesan un tamiz de 325 mallas con la
mezcla de pintura líquida empleando una agitación de bajo ci-
zallamiento con objeto de dispersar uniformemente el alumi-
nio en la pintura líquida termoendurecible sin dañar a las
laminillas de aluminio.

30

1 B. Preparación del revestimiento en polvo conteniendo laminillas

5 Se bombea agua conteniendo 3 % en peso de NaCl a través de un conducto abierto y hasta un tanque de retención provisto de un agitador. El caudal de agua a través del conducto es tal que la superficie del agua es relativamente plana. La pintura líquida termoendurecible se agrega gota a gota a la superficie del agua. Las gotas, con un diámetro de 2 mm aproximadamente, se extienden rápidamente para formar películas lamelares sólidas delgadas de aproximadamente 2 cm de diámetro. El aluminio se distribuye uniformemente y paralelo a las películas sólidas.

10 Las películas sólidas lamelares son transportadas sobre la superficie del agua hasta el tanque de retención donde tiene lugar una rápida agitación. Esta rápida agitación produce la ruptura de las frágiles películas para formar laminillas de revestimiento en polvo pequeñas sin dañar el aluminio y favorece la extracción adicional de los disolventes de las laminillas de polvo. Se filtra el polvo, se lava con agua limpia para eliminar las trazas de sal y disolventes y se seca. El polvo seco se tamiza a través de un tamiz de 20 140 mallas. Las laminillas de polvo de tamaño excesivo, que son frágiles, se pulverizan suavemente hasta que atraviesa un tamiz de 140 mallas sin daño para el aluminio. Las laminillas finas de polvo se redisuelven y reprocesan.

25 La pintura metálica en polvo se distribuye electrostáticamente sobre paneles de acero que son cocidos en posición horizontal y vertical. El brillo, el desarrollo del color y el lustre de los paneles cocidos horizontal y verticalmente 30 no se distinguen entre sí a simple vista. Además, los pane-

1 les cocidos verticalmente no presentan "brillo invertido".

EJEMPLO 2

5 El copolímero de metacrilato de glicidilo del Ejemplo 1 se prepara en butilcarbitol. La solución de polímero contiene 30 % en peso de sólidos. En un molino de bolas se mezclan 330 partes en peso de la solución con:

ácido azelaico	10 partes
poli(acrilato de laurilo) ($\bar{M}_n = 10.000$)	0,7
10 pigmento verde ftalo	1,0
óxido de hierro amarillo	4,0
butilcarbitol	150

15 Después de moler a bolas durante 2 horas, se dispersan 0,5 partes de laminillas de aluminio seco que atraviesan un tamiz de 325 mallas en la pintura líquida descrita en el Ejemplo 1.

20 La pintura líquida se convierte en una pintura metálica en polvo como se ha descrito en el Ejemplo 1, a excepción de que se utiliza KCl (10 % en peso) en lugar de NaCl. La pintura metálica en polvo es electrostáticamente distribuida sobre paneles de acero y cocida sobre los mismos como en el Ejemplo 1. Los revestimientos curados resultantes son de una calidad igual a la obtenida en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 3

25 Se prepara un copolímero de metacrilato de glicidilo en tolueno de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. La solución se coloca en bandejas de vidrio de poco fondo. Estas bandejas se introducen en una estufa de vacío y se evapora el disolvente de las mismas. Se continúa
30 secando hasta que el contenido en disolvente del copolímero

1 es inferior al 3 %.

Se mezclan 100 partes en peso del copolímero seco con los siguientes materiales:

5	ácido adípico	10,3 partes
	poli(acrilato de butilo) ($\bar{M}_n = 9000$)	2
	pigmento azul ftalo	3
	acetona	200
	etanol	50

10 Los materiales se muelen a bolas durante 2 horas para obtener una pintura líquida homogénea. Se dispersan 3 partes en peso de laminillas de aluminio secas que atraviesan un tamiz de 270 mallas en la pintura líquida como se ha descrito en el Ejemplo 1. La pintura metálica líquida se transforma en pintura metálica en polvo mediante el procedimiento simultáneo de extendido-extracción descrito en el Ejemplo 1, a excepción de que aquí el medio sobre el que flotan las gotitas está constituido por CaCl_2 al 5 % en peso en agua.

15 La pintura metálica en polvo resultante se extiende electrostáticamente sobre paneles de acero y se cuece en las posiciones horizontal y vertical durante 30 minutos a 180°C .

20 El revestimiento es de la misma calidad que el obtenido en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 4

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 3. Se utiliza una solución que contiene dos partes en peso de KCl y 4 partes en peso de NaCl en 100 partes de agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 5

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción

1 de que se utiliza Na_2CO_3 al 3 % en peso en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 6

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se utiliza Na_2SO_4 al 5 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 7

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se utiliza K_2CO_3 al 4 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 8

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se utiliza K_2SO_4 al 7 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 9

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción de que se utiliza NH_4Cl al 2 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 10

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción de que se utiliza $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ al 3 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 11

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 3 a excepción

1 de que se utiliza $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ al 1 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 12

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 3 a excepción de que se utiliza una solución acuosa que contiene 2 partes de BaCl_2 y 3 partes de CaCl_2 en 100 partes de agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

10 EJEMPLO 13

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se utiliza una solución acuosa salina que contiene 1 % de AlCl_3 para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

15 EJEMPLO 14

Se repite el procedimiento del Ejemplo 2 a excepción de que se utiliza una solución acuosa que contiene 4 % de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

20 EJEMPLO 15

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 3 a excepción de que se utiliza una solución acuosa que contiene 2 partes de NaCl , 2 partes de KCl y 1 parte de CaCl en 100 partes de agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos.

EJEMPLO 16

30 Se repite el procedimiento del Ejemplo 3 a excepción de que se utiliza NaCl al 15 % en agua para flotar las gotitas de pintura en el proceso de extendido y extracción simultáneos. El polvo es de buena calidad pero requiere un nú-

1 mero excesivo de lavados para eliminar las últimas trazas
de sal.

EJEMPLO 17

5 Se mezclan entre sí los monómeros, 5 % en peso de áci-
do metacrílico, 50 % en peso de metacrilato de metilo y
45 % en peso de metacrilato de butilo. Se disuelve en la
mezcla de monómeros un 3 % en peso del catalizador 2,2'-azo-
bis(2-metilpropionitrilo) (AIBN). La mezcla se agrega lenta-
mente sobre 100 partes de tolueno a reflujo que se agita
10 fuertemente en atmósfera de nitrógeno. En la parte superior
de la vasija de tolueno se coloca un refrigerante para con-
densar los vapores de tolueno y devolverlos a la vasija. La
mezcla de monómeros se agrega a través de una válvula regula-
dora y la velocidad de adición se controla para mantener la
15 temperatura de reflujo (109-112°C) con solamente una peque-
ña fracción del calor suministrada desde un calentador ex-
terno. Una vez completada la adición de la mezcla de monóme-
ros, se mantiene el reflujo mediante una fuente de calor ex-
terna durante 3 horas más.

20 La solución se vierte en bandejas de acero inoxidable
de poco fondo. Las bandejas se colocan en una estufa de va-
cío y se evapora el disolvente de las mismas. A medida que
se separa el disolvente la solución de copolímero se vuelve
más concentrada. La temperatura de la estufa de vacío se ele-
25 va hasta unos 110°C. Se continua secando hasta que el con-
tenido en disolvente del copolímero es inferior al 3 %. Se
enfrian las bandejas y el copolímero se recoge y se muele
hasta que atraviesa un tamiz de 20 mallas. El copolímero
tiene una temperatura de transición vítrea de 53°C y un peso
30 molecular (\bar{M}_n) de 4000.

1 Se mezclan 100 partes en peso del copolímero con los siguientes materiales:

	resina epóxida [*]	26 partes
	bromuro de tetrabutilamonio	0,2 partes
5	poli(acrilato de laurilo) ($\bar{M}_n = 10.000$)	0,5 partes
	pigmento verde ftálico	3,0 partes
	acetona	340 partes

10 ^{*} Resina epóxida comercial con un intervalo de fusión de 64-76°C, un equivalente epóxido de 450-525 y un peso molecular promedio de 900.

15 Los materiales se mezclan entre sí en un molino de bolas durante 2 horas. Se dispersan dos partes en peso de laminillas secas de níquel que atraviesan un tamiz de 325 mallas en la pintura líquida, como se ha descrito en el Ejemplo 1. La pintura metálica líquida se convierte en pintura metálica en polvo mediante la técnica simultánea de extendido-extracción descrita en el Ejemplo 1, seguida de filtración, lavado, secado y tamizado como en el Ejemplo 1.

20 El polvo se aplica electrostáticamente a unos paneles de acero y se cuece en las posiciones horizontal y vertical durante 30 minutos a 180°C. La calidad del revestimiento cocido es tan buena como la del Ejemplo 1.

EJEMPLO 18

25 Se prepara una dispersión de pintura metálica líquida conteniendo 5 % en peso de sólidos de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. La pintura líquida se agrega gota a gota sobre la superficie de una solución acuosa de NaCl como se ha descrito en el Ejemplo 1. Las gotas se extienden mal dando pequeñas películas gruesas en forma de dis-

30

1 co sin una orientación apropiada del aluminio.

5 Un revestimiento metálico en polvo obtenido a partir de estas laminillas se aplica electrostáticamente a unos paneles de acero y se cuece horizontal y verticalmente. La diferencia de brillo y desarrollo de color de los paneles cocidos horizontal y verticalmente es pronunciada. Además, los paneles cocidos verticalmente presentan "brillo invertido".

EJEMPLO 19

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 19 con dos diferencias. El peso molecular promedio del copolímero con función epoxi es alrededor de 2000 y la concentración de sólidos en la dispersión de pintura se reduce a 39-40 % en peso. Las gotas se extienden a velocidad adecuada dando sólidos lamelares del espesor deseado.

15 EJEMPLO 20

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 18 a excepción de que se utiliza una solución de pintura que contiene 10 % en peso de sólidos. Por contacto con la superficie del agua, las gotas se extienden rápidamente y se desintegran en pequeños fragmentos. En el agua se suspenden pigmentos exentos de resina y laminillas de aluminio. El producto es de mala calidad como revestimiento metálico en polvo.

EJEMPLO 21

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 20 con dos diferencias. El peso molecular promedio del copolímero con función epoxi es alrededor de 7500 y la concentración de sólidos en la dispersión de pintura se aumenta hasta alrededor del 15 % en peso. Las gotas se extienden a velocidad adecuada y proporcionan sólidos lamelares del espesor deseado.

30

1

EJEMPLO 22

5

Se prepara una solución metálica de pintura como se ha descrito en el Ejemplo 1 y se agrega gota a gota a un tanque de agua que se agita fuertemente. Las gotas se añaden cerca del eje del agitador. Se obtienen partículas de polvo relativamente redondas donde las laminillas de aluminio están orientadas al azar.

10

El polvo se aplica a unos paneles de acero y se cuece en posición horizontal y vertical. La diferencia de brillo, desarrollo de color y lustre de los paneles cocidos horizontal y verticalmente da lugar al "brillo invertido".

EJEMPLO 23

15

Se prepara una solución de pintura metálica como se ha descrito en el Ejemplo 1 y se extiende con una pistola de líquidos sobre la superficie de una cortina de agua descendente que se recoge en un tanque de retención. El agua contiene 8 % en peso de NaCl. Por contacto con la superficie del agua, las gotas de pintura pulverizadas se extienden y forman películas lamelares sólidas que son procesadas como en el Ejemplo 1 para dar un revestimiento metálico en polvo. El polvo es de la misma calidad que el obtenido en el Ejemplo 1.

20

EJEMPLO 24

25

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción de que se utiliza una solución de pintura líquida que contiene 2 % en peso de laminillas de aluminio que atraviesan un tamiz de 270 mallas y 1 % en peso de laminillas de níquel que atraviesan un tamiz de 325 mallas. El polvo es de buena calidad como revestimiento metálico en polvo.

30

EJEMPLO 25

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción

1 de que se utiliza una solución de pintura que contiene 5 %
en peso de laminillas de acero inoxidable que atraviesan un
tamiz de 270 mallas. Las propiedades del polvo son similares
a las del polvo obtenido en el Ejemplo 1.

5

EJEMPLO 26

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción
de que se utiliza una solución de pintura que contiene un
4 % en peso de laminillas de cobre que atraviesan un tamiz
de 270 mallas.

10

EJEMPLO 27

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción
de que se utiliza una solución de pintura que contiene 3 %
en peso de laminillas de latón que atraviesan un tamiz de
270 mallas.

15

EJEMPLO 28

Se prepara una pintura metálica líquida de acuerdo con
los procedimientos descritos en el Ejemplo 1. La pintura con-
tiene 50 % en peso de laminillas de aluminio. Esta pintura se
procesa como se ha descrito en el Ejemplo 1 para dar lamini-
llas de aluminio revestidas con una delgada capa de resina.

20

EJEMPLO 29

Se prepara una pintura metálica líquida de acuerdo con
el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. Se extiende una
solución acuosa salina que contiene 3 % en peso de NaCl so-
bre una cinta de caucho móvil que conduce a un tanque de re-
tención. El espesor de la capa acuosa sobre la cinta se man-
tiene aproximadamente en 1/8" (3,2 mm). La pintura líquida
se pulveriza sobre la superficie del agua para efectuar el
extendido y la extracción del disolvente. Las películas de
pintura sólida formadas son transportadas por la cinta hasta

25

30

1 el tanque de retención y transformadas como se ha descrito en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 30

5 Se prepara una pintura metálica líquida según el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. En un tanque de retención se introduce una solución acuosa salina que contiene 3 % en peso de NaCl. En la solución acuosa se sumerge parcialmente un rodillo de acero giratorio. Debido a su rotación continua, la superficie del rodillo queda cubierta con una delgada capa de la solución acuosa salina. La pintura líquida se pulveriza sobre la superficie del rodillo húmedo para producir el extendido y la extracción del disolvente. La película de pintura sólida formada se retira del rodillo mediante una cuchilla estacionaria adyacente a la superficie del mismo y después se procesa como se ha descrito en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 31

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la diferencia de que se emplea una cantidad químicamente equivalente de anhídrido azelaico en lugar del ácido azelaico. El polvo es de la misma calidad que el obtenido en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 32

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la diferencia de que la composición del copolímero con función epoxi es la siguiente:

25	Reactivos	Partes en peso de reactivos totales
	Metacrilato de glicidilo	12
	Metacrilato de hidroxietilo	5
	Metacrilato de butilo	40
30	Metacrilato de metilo	43

1 El polvo es de la misma calidad que en el Ejemplo 1.

El término "dispersión" se utiliza aquí incluyendo las soluciones completas y parciales.

5 Muchas modificaciones de los ejemplos ilustrativos anteriores resultarán evidentes a los expertos en la técnica a la vista de esta memoria. Se pretende que todas estas modificaciones que están comprendidas dentro del alcance de esta invención queden incluidas dentro de las reivindicaciones del apéndice.

10 Todas y cada una de las descripciones que aparecen en las reivindicaciones que siguen y que no aparecen específicamente en esta memoria se incorporan con ello a la citada memoria.

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

REIVINDICACIONES

20 1. Un procedimiento para la producción de partículas de pintura en polvo a partir de una dispersión líquida de componentes de una pintura orgánica en un disolvente orgánico, que consiste en:

25 (1) depositar sobre la superficie de una corriente de una solución salina acuosa que contiene entre 1 y aproximadamente 15 % en peso de una sal soluble en agua, en movimiento continuo, a través de una zona de extendido y extracción, una dispersión líquida de componentes de pintura orgánica en un disolvente orgánico que es miscible con dicha solución salina, tiene una tensión superficial comprendida aproximadamente entre 20 y 40 dinas/cm y contiene entre 10 y 40 % en peso de componentes de pintura
30 que flotarán juntos sobre dicha solución salina,

- 1 (2) mantener el depósito flotante resultante de dispersión
de pintura en dicha zona de extendido y extracción du-
rante un tiempo suficiente para conseguir
- 5 (A) extendido de dicha dispersión en contacto con dicha
solución salina sobre la superficie de dicha solu-
ción salina,
- 10 (B) la extracción de por lo menos el 90 % en peso de di-
cho disolvente orgánico de dicha dispersión de compo-
nentes de pintura orgánica que flotan sobre la su-
perficie de la solución salina a dicha solución sa-
lina y
- (C) la solidificación de los componentes de pintura orgá-
nica sobre dicha superficie en sólidos lamelares,
- 15 (3) romper dichos sólidos lamelares en partículas más peque-
ñas después de que los sólidos lamelares han pasado des-
de la zona de extendido y extracción a una zona de reco-
gida y
- (4) recuperar dichas partículas más pequeñas de dicha zona
de recogida.

20

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde
la dispersión de componentes de pintura orgánica contiene por
lo menos dos pigmentos en partículas de los que uno por lo
menos está constituido por laminillas metálicas que atravie-
san un tamiz de 270 mallas y el otro por lo menos es no metá-
lico.

25

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde
las partículas recuperadas de dicha zona de recogida tienen
un espesor promedio inferior a 15 micras y son posteriormen-
te pulverizadas para formar laminillas con una longitud y
una anchura comprendida aproximadamente entre 5 y 140 micras

30

1 y un espesor no superior a $1/5$ de la menor de las citadas magnitudes de longitud y anchura.

4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde la sal es NaCl.

5 5. Un procedimiento según la reivindicación 1, que consiste además en:

10 (1) depositar sobre la superficie de una corriente de una solución acuosa salina que contiene aproximadamente entre 1 y 10 % en peso de una sal soluble en agua, en movimiento continuo a través de una zona de extendido y extracción, gotitas discretas de una dispersión líquida de componentes de pintura orgánica en un disolvente orgánico que es miscible con dicha solución salina, tiene
15 una tensión superficial comprendida aproximadamente entre 20 y 40 dinas/cm y contiene entre 15 y 35 % en peso de componentes de pintura que flotan juntos sobre dicha solución salina,

20 (2) mantener las gotitas flotantes resultantes de dicha dispersión líquida en dicha zona de extendido y extracción durante un tiempo suficiente para que se produzcan:

(A) el extendido de dichas gotitas flotantes sobre la superficie de dicha solución salina,

25 (B) la extracción de por lo menos el 90 % en peso de dicho disolvente orgánico de dichas gotitas flotantes al agua y

30 (C) la solidificación de dichos componentes de pintura de las gotitas sobre la superficie en forma de sólidos lamelares,

1 (3) romper los sólidos lamelares en partículas más pequeñas
después de que dichos sólidos lamelares han pasado desde
la zona de extendido y extracción a una zona de recogida
por agitación de dicha solución salina en la zona de re-
5 cogida y

(4) recuperar de dicha zona de recogida las citadas partícu-
las más pequeñas.

6. Un procedimiento según la Reivindicación 5, donde
la sal soluble en agua está seleccionada entre el grupo forma-
do por NaCl, KCl, CaCl₂, Na₂CO₃, Na₂SO₄, K₂CO₃, K₂SO₄, NH₄Cl,
10 (NH₄)₂CO₃, (NH₄)₂SO₄, BaCl₂, AlCl₃, Al₂(SO₄)₃ y mezclas de
las mismas.

7. Un procedimiento según la reivindicación 5, que
consiste además en:
15

(1) depositar sobre la superficie de una corriente de una so-
lución acuosa salina que contiene entre 1 y aproximada-
mente 15 % en peso de una sal soluble en agua, en movi-
miento continuo a través de una zona de extendido y ex-
20 tracción, gotitas discretas de una dispersión líquida
de componentes de pintura orgánica y laminillas metáli-
cas que atraviesan un tamiz de 270 mallas en un disolven-
te orgánico que es miscible con dicha solución salina,
tiene una tensión superficial comprendida aproximadamen-
te entre 20 y 40 dinas/cm y contiene entre 15 y 35 % en
25 peso de componentes de pintura que flotan juntos sobre
dicha solución salina,

(2) mantener las gotitas flotantes resultantes de dicha dis-
persión líquida en la zona de extendido y extracción du-
30 rante un tiempo suficiente para que se produzca:

1 (A) el extendido de dichas gotitas flotantes sobre la su-
perficie de dicha solución salina,

(B) la extracción de por lo menos el 90 % en peso de di-
cho disolvente orgánico de las gotitas flotantes al
5 agua y

(C) la solidificación de los componentes de pintura de
las gotitas sobre la superficie en forma de sólidos
lamelares con un espesor promedio inferior a 15 mi-
cras,

10 (3) romper dichos sólidos lamelares en partículas más peque-
ñas después de que los sólidos lamelares han pasado de
la zona de extendido y extracción a una zona de recogida
por agitación de la solución salina en la zona de recogida y

15 (4) recuperar de la citada zona de recogida las partículas
más pequeñas y pulverizar estas partículas más pequeñas
en laminillas que contienen las laminillas metálicas con
una longitud y una anchura comprendidas aproximadamente
entre 5 y 140 micras y un espesor no superior a 1/5 de
20 la menor de las magnitudes de longitud y anchura.

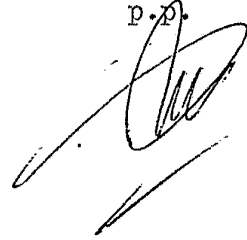
8. Un procedimiento según la Reivindicación 7, donde
la solución acuosa salina contiene aproximadamente entre 3 y
10 % en peso de sal soluble en agua y la sal soluble en agua
es NaCl.

25 9. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PRO-
CEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PARTICULAS DE PINTURA EN POL-
VO.

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de treinta pági-
nas mecanografiadas.

5 Madrid, 15 junio 1.976
BERNARDO UNGRIA

p.p.



10

15

20

25

30