

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presentación y en la memoria adjunta.

ES

(11) NUMERO	470.830
(22) FECHA DE PRESENTACION	15-6-78

A1

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
807.058	16-6-77	Estados Unidos
877.997	15-2-78	Estados Unidos

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08L/B29C	

(54) TITULO DE LA INVENCION

UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE RECUBRIMIENTO EN POLVO.

(71) SOLICITANTE (S)

E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Wilmington, Delaware 19898 ESTADOS UNIDOS.

(72) INVENTOR (ES)

Michael Dimitri Yallourakis.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1

RESUMEN DE LA INVENCION

Composiciones de recubrimiento en polvo de resinas epoxi, con buena duración en almacenamiento y capaces de curarse rápidamente, que se obtienen mezclando dos tipos de resinas epoxi con partículas de carga y un agente de curado. Una resina es del tipo de epiclorhidrina-bisfenol A. La otra resina es un epoxi de epiclorhidrina-bisfenol A modificado con un epoxi-novolac. Se obtienen películas de curado rápido utilizando un agente entrecruzante de resina de poliéter aromático-alifático mixto, que contiene grupos hidroxí. El curado es acelerado con un alquilimidazol. Estas composiciones son útiles en el recubrimiento de substratos metálicos, especialmente exteriores de tuberías, donde son necesarios un curado rápido, flexibilidad y buena adhesión.

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

Esta invención se refiere a composiciones de recubrimiento en polvo, termoendurecible y especialmente a composiciones que contienen resinas epoxi.

20

Descripción de la técnica anterior

25

Las composiciones de recubrimiento en polvo de resinas epoxi que son capaces de entrecruzarse y diversos agentes que efectúan el entrecruzamiento son muy conocidos. La técnica anterior contiene numerosas referencias a composiciones que contienen polímeros epoxi y agentes entrecruzantes con-

1 vencionales como anhídridos o aminas.

 La patente estadounidense 3.882.064, concedida el 6
de Mayo de 1975 a W. Pregmon, describe composiciones de
recubrimiento en polvo, termoendurecibles, a base de una
5 resina epoxi del tipo de epiclorhidrina-bisfenol A entre-
cruzada con dicianidiamida. Otros recubrimientos en polvo
similares han sido descritos por Nagel, patente estadouni-
dense 3.028.251, concedida el 3 de Abril de 1962 y Parry,
patente estadounidense 3.400.098, concedida el 3 de Sep-
10 tiembre de 1968. Las composiciones curadas con dicianidiami-
das pueden ser sensibles al agua y por lo tanto no son muy
adecuadas para el recubrimiento de tuberías. En estas pa-
tentes no se incluye ninguna descripción en cuanto a la re-
sistencia de sus composiciones respectivas a la pérdida de
15 adhesión bajo protección catódica.

 La industria de tuberías presenta una demanda particu-
lar de recubrimientos en polvo que curen rápidamente y sean
resistentes a las pérdidas de adhesión cuando se someten a
protección catódica. Los revestimientos de la técnica ante-
20 rior capaces de curarse en menos de 2 minutos a 200°C normal-
mente suelen perder su adhesión cuando se someten a protec-
ción catódica. Frecuentemente las tuberías se someten a pro-
tección catódica, después de haberlas enterrado en la tierra,
conectándolas al polo negativo de una fuente de voltaje con-
25 tinuo. Es importante que el recubrimiento no pierda su adhe-

1 sión bajo estas condiciones.

La patente estadounidense 3.819.564, concedida el 25 de Junio de 1974 a W. Gindrup y A.J. Siegmund, Jr., describe unas composiciones de recubrimiento en polvo termocurable-
5 cibles a base de resinas epoxi de epiclorhidrina-bisfenol A curadas con anhídridos aromáticos e hidroxipiridinas. Se afirma que esta composición cura en 45 segundos a 200-230°C y presenta una resistencia aceptable a la pérdida de adhe-
sión durante la protección catódica. Sin embargo, su flexi-
10 bilidad es menor que la presentada por los recubrimientos que necesitan más de 2 minutos para curar.

El uso de mezclas de epoxi de epiclorhidrina-bisfenol A y de epoxi novolac en las composiciones de recubrimiento en polvo ha sido descrito, por ejemplo, en la patente estadouni-
15 dense 3.484.398, concedida el 16 de Diciembre de 1969 a W.I. Childs, donde se utiliza una carga de sílice y como agente de curado un anhídrido. Estas composiciones, formula-
das para servir una función de moldeo o recubrimiento, son deficientes en cuanto a ciertas propiedades deseables en
20 las composiciones de recubrimiento, principalmente la curva de curado-tiempo y flexibilidad, en comparación con las composiciones destinadas al uso exclusivo como recubrimientos.

El uso de agentes de curado distintos de los anhídridos y aminas convencionalmente utilizados constituye también una
25 parte de la técnica actual. Un agente, que se cree que es

1 un éter aromático-alifático conteniendo grupos hidroxí, espe-
cialmente destinado al uso en el curado de los recubrimien-
tos en polvo de resinas epoxi, está indicado en el folleto
de datos técnicos de la Dow Chemical Company, titulado "Dow
5 Experimental Hardener XD-8062", de fecha 2 de Marzo de 1975.
Algunas de las aplicaciones descritas para este agente de
curado lo son en composiciones a base de resinas epoxi simi-
lares a las empleadas en la presente invención. Estas com-
posiciones presentan unas propiedades de flexibilidad y adhe-
10 sión aceptables pero requieren un tiempo de curado relativa-
mente largo.

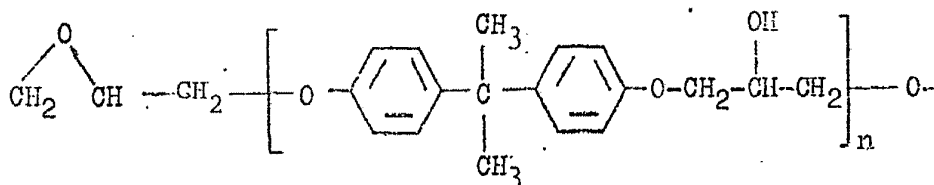
Por lo tanto, continúa existiendo la necesidad de una
composición de recubrimiento en polvo a base de resina epoxi
que cure rápidamente, preferiblemente en menos de 2 minutos
15 a temperaturas comercialmente aceptables y que presente bue-
na adhesión, retención de la adhesión bajo protección cató-
dica y flexibilidad.

COMPENDIO DE LA INVENCION

De acuerdo con esta invención, se proporciona una compo-
20 sición de recubrimiento en polvo termoendurecible que está
constituída esencialmente por partículas finamente divididas
de las que por lo menos el 90 % en peso presentan una dimen-
sión máxima no superior a 150 micras. Las partículas son de
una mezcla de una composición de:

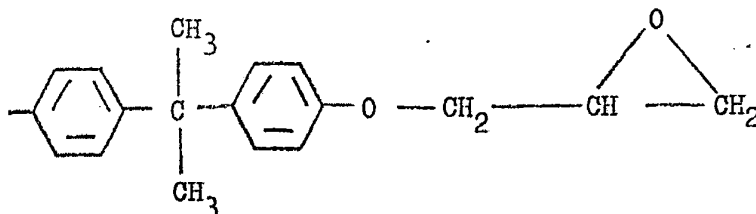
25 (A) 9-25 partes en peso de una resina epoxi de fórmula:

1



5

10



15

donde n es suficientemente grande para formar una resina con una viscosidad Gardner-Holdt de H-L, medida al 40 % de sólidos poliméricos en éter n-butílico de dietilenglicol, a 25°C y con un peso equivalente epóxido de 575-700;

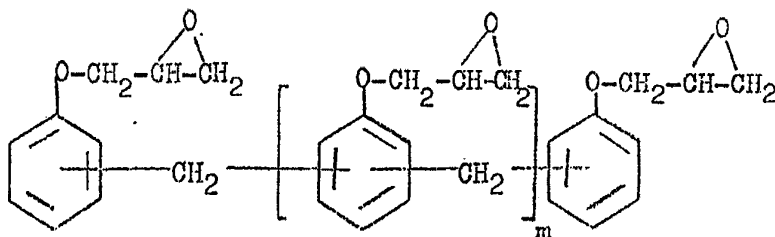
20

(B) 0,9-3 partes en peso de una resina epoxi de la misma fórmula general que (A) pero con un valor de n suficientemente grande para formar una resina con una viscosidad Gardner-Holdt de K-P, medida como antes y con un peso equivalente epóxido de 680-810;

25

(C) 20-38 partes en peso de una resina epoxi/epoxi-novolac que es una resina epoxi de la misma fórmula que en (A) modificada con una resina de epoxi-novolac de fórmula:

1



5

donde n de la resina epoxi y m de la resina de epoxi-novolac tienen valores suficientemente grandes para formar una resina epoxi/epoxi-novolac con una viscosidad Gardner-Holdt de W-Z medida como (A) y con un peso equivalente epóxido de 750-860;

10

(D) 0-25 partes en peso de una resina epoxi/epoxi-novolac de la fórmula de (C) pero con unos valores de n y m suficientemente grandes para formar una resina epoxi/epoxi-novolac con una viscosidad Gardner-Holdt de O-S, medida como en (A) y con un peso equivalente epóxido de 500-575, donde las partes en peso de componentes (C) y (D) llega a un total de 34 como mínimo;

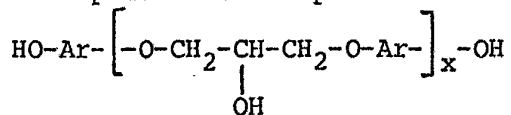
15

(E) 10-20 partes en peso de partículas de carga con una dimensión máxima de 10 micras y

20

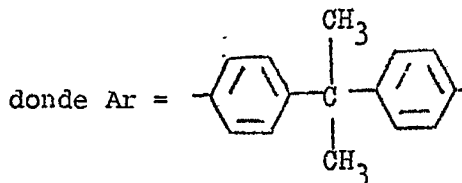
(F) 18-25 partes en peso de un agente de curado resinoso constituido esencialmente por:

1. 68-81 partes en peso de un compuesto de fórmula:



25

1



5

y x es un número positivo suficientemente grande para formar un compuesto con un peso molecular promedio en peso de 1250-1600, determinado por cromatografía de permeación de gel, basada en la curva de calibración lineal obtenida a partir de patrones de poliestireno de peso molecular estrecho;

10

2. 17-30 partes en peso de bisfenol A y
3. 0,6-2,0 partes en peso de un alquilimidazol donde el grupo alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

DESCRIPCION DE LA INVENCION

15

Se ha encontrado que la composición de recubrimiento en polvo de resina epoxi de esta invención elimina inesperadamente los inconvenientes de la técnica anterior relativos a la velocidad de curado, flexibilidad y retención de la adhesión. Los aspectos deseables de los recubrimientos de la técnica anterior han sido incorporados a la nueva composición en un grado inesperado.

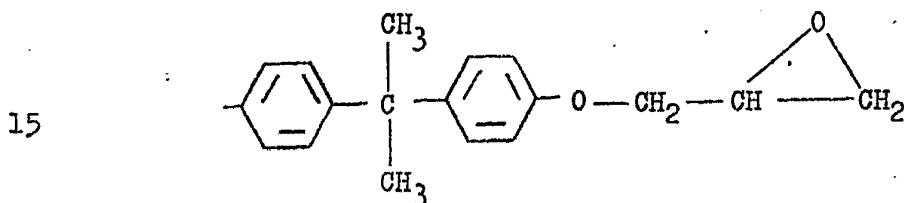
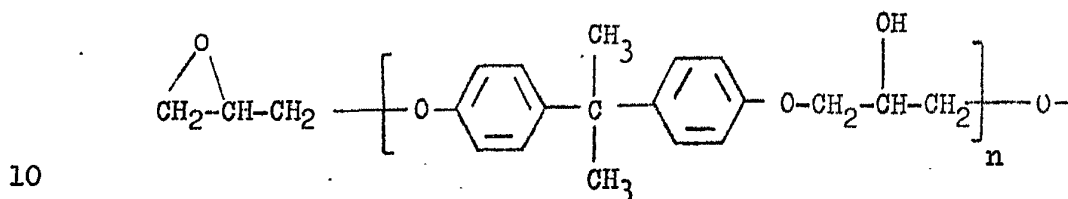
20

La composición de recubrimiento de esta invención tiene un tamaño de partícula del polvo tal que por lo menos el 90 % del peso de las partículas presenta una dimensión máxima no superior a 150 micras y preferiblemente ninguna de

25

1 ellas tiene una dimensión máxima superior a 200 micras. Se
prefiere una dimensión máxima de 10-120 micras y todavía
mejor de 40-100 micras.

5 Alrededor de 9-25 partes en peso de la composición de
recubrimiento en polvo es una resina epoxi del tipo de
epiclorhidrina-bisfenol A de fórmula:



20 donde n es suficientemente grande para proporcionar una
viscosidad Gardner-Holdt de H-L medida al 40 % de sólidos
poliméricos en éter n-butílico de dietilenglicol a 25°C y
la resina tiene un peso equivalente epóxido de 575-700. El
peso equivalente epóxido es el peso en gramos de resina
epoxi que contiene un equivalente gramo de epóxido.

25 Preferiblemente se utilizan 10-15 partes en peso y to-
davía mejor alrededor de 11-12 partes en peso de esta resina

1 en peso de esta resina.

Las resinas epoxi/epoxi-novolac se forman modificando una resina de epiclorhidrina-bisfenol A con una resina epoxi-novolac. Se cree que la modificación es o bien un entrecruzamiento directo de las dos resinas o un entrecruzamiento indirecto a través de la reacción de ambas resinas con bisfenol A.

Variando la relación de epoxi de epiclorhidrina-bisfenol A a epoxi-novolac, la viscosidad y el peso equivalente epóxido pueden ser variados y pueden obtenerse resinas epoxi/epoxi-novolac de diferente reactividad.

Opcionalmente, pueden utilizarse en la composición hasta 25 partes en peso de una epoxi/epoxi-novolac de la misma fórmula que antes. Esta resina tiene una viscosidad Gardner-Holdt de 0-5, medida como antes, y un peso equivalente epóxido de 500-575. Preferiblemente esta resina se encuentra en una proporción de 20-25 partes en peso y todavía mejor de 22-23 partes en peso, pero las partes en peso de ambas resinas epoxi/epoxi-novolac deben totalizar como mínimo 34.

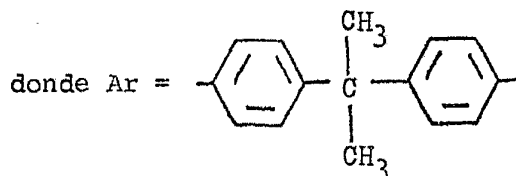
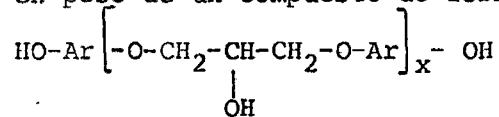
Para aumentar la resistencia a la abrasión del recubrimiento y aliviar las fuerzas de contracción que pueden producirse durante el curado, la composición contiene de 10 a 20 partes en peso de partículas de carga con una dimensión máxima de 10 micras. Las cargas en partículas conven-

1 cionales que pueden utilizarse son las de sílice, sulfato
bárico, carbonato cálcico, silicato de aluminio, mica y
similares. Las cargas preferidas son la sílice, el sulfato
bárico y mezclas de estos. Una carga de sílice adecuada,
5 por ejemplo, se encuentra en el mercado bajo el nombre
de Min-U-Sil ^(R) 5, registrada por la Pennsylvania Glass Sand
Company.

Cuando la composición se utiliza para recubrir barras
reforzantes nervadas u otros artículos de bordes afilados,
10 se consigue un recubrimiento más uniforme del borde cuando
se añade hasta 3 % en peso calculado sobre el peso de la
composición, de sílice ahumada. Se trata de una sílice amor-
fa muy fina, formada a partir de ceras de sílice con un
diámetro medio de 7-14 milimicras y con gran superficie espe-
15 cífica, de 200-400 m²/g. Esta sustancia se encuentra en el
mercado introducida por la Cabot Corporation como Cab-O-Sil ^(R).

En la composición se emplea un agente de curado en una
proporción de 18-25 partes en peso. El agente es de carác-
ter resinoso y contiene:

20 1. 68-81 partes en peso de un compuesto de fórmula



1 y x es un número positivo suficientemente grande para
formar un compuesto con un peso molecular promedio en pe-
so de 1250-1600, determinado por cromatografía de permea-
ción de gel (CPG), basándose en una curva de calibrado
5 lineal obtenida a partir de patrones de poliestireno de
peso molecular estrecho;

2. 17-30 partes en peso de bisfenol A y

3. 0,6-2,0 partes en peso de un alquilimidazol en el que el
grupo alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono. Prefe-
10 riblemente, el grupo alquilo es metilo.

Con respecto al primer componente del agente de curado,
se prefiere, para obtener un recubrimiento más flexible, que
el peso molecular medio de este componente aumente dentro
de sus límites a medida que aumenta el número de partes en
15 peso del componente utilizado en la composición del agente
de curado.

La composición puede estar pigmentada o sin pigmentar
pero habitualmente es pigmentada y contiene una relación de
pigmento a ligante de 3/100 a 30/100. Puede utilizarse cual-
quier pigmento o carga convencional, orgánico o inorgánico.
20 Son ejemplos de los pigmentos que pueden utilizarse en la
composición los siguientes: óxidos metálicos como dióxido
de titanio, óxido de cinc, óxido de hierro, óxido de cromo
y similares; polvos metálicos; hidróxidos metálicos; sulfu-
ros; sulfatos y otros pigmentos de relleno.
25

1 Pueden agregarse agentes de control de la fluidez a la
composición de recubrimiento en polvo en proporciones de
hasta 1,0 % en peso, calculadas sobre el peso de la com-
posición. Son agentes de control de la fluidez típicos los
5 poli(acrilatos de alquilo) donde el grupo alquilo contiene
de 2 a 8 átomos de carbono. Una sustancia adecuada para es-
te fin se encuentra en el mercado bajo el nombre comercial
de ModaFlow^(R), registrado por Monsanto Corporation.

10 Un método de formación de la composición de recubrimien-
to en polvo de esta invención consiste en mezclar los compo-
nentes y después pasar la mezcla por una extruidora conven-
cional. A continuación el extruído puede ser reducido a un
polvo empleando un equipo de molturación convencional. Des-
pués de moler, el polvo se pasa por un tamiz para separar
15 las partículas grandes. Preferiblemente se utiliza un tamiz
que elimine las partículas con una dimensión máxima mayor
de 150 micras pero el 40-55 % del peso del polvo debe tener
una dimensión máxima no superior a 44 micras.

20 El polvo así formado tiene las propiedades de rápido cu-
rado y buena duración en almacenamiento en un grado inespera-
do teniendo en cuenta los componentes implicados. Una compo-
sición especialmente preferida, descrita en el Ejemplo 1,
cura en 90 segundos a 232°C. Se observa la misma velocidad
de curado después de que el polvo se ha mantenido almacenado
25 durante 4 semanas a 40°C.

1 En la técnica anterior, el uso de resinas epoxi y agen-
tes de curado esencialmente similares a los utilizados en
esta invención producía composiciones de recubrimiento en
5 polvo que requerían unos tiempos de curado, a las temperatu-
ras comercialmente aceptables, superiores a 2 minutos para
formar recubrimientos lisos y flexibles. Sin embargo, esta
invención combina los componentes para obtener resultados
sinérgicos en un polvo que no solamente cura en menos de
10 2 minutos sino que también forma recubrimientos que son adhe-
sivos, flexibles, lisos y uniformes.

 En comparación, una composición de recubrimiento en pol-
vo de resina epoxi, descrita en el folleto de datos técnicos
de la Dow Chemical Company, titulado "Dow Experimental Hardener
15 KD-8062" (pág. 8, Tabla III), 2 de Marzo de 1975, requiere
un tiempo de curado de 3-5 minutos a 232°C. La composición
descrita en esta referencia contiene dos resinas epoxi/epoxi-
novolac y un agente de curado esencialmente similar a los
componentes que constituyen parcialmente la composición de
esta invención. Aunque el recubrimiento formado por la compo-
20 sición es adhesivo y resistente a los impactos, requiere un
tiempo de curado mayor y presenta menos flexibilidad.

 A título de nueva comparación, en la misma referencia
se describe (pág. 6, Tabla II, columna 2) una composición de
recubrimiento en polvo de resina epoxi que contiene dos resi-
25 nas epoxi que, junto con otras, son utilizadas en esta inven-

1 ción. Esta composición es curada por un agente de curado
esencialmente similar al empleado en la presente invención.
Esta composición de referencia presenta unas propiedades de
película aceptables pero requiere 15 minutos para curar a
5 200°C.

Se ha encontrado que la composición de esta invención
combina estas resinas epoxi y epoxi/epoxi-novolac con un
agente de curado para producir una nueva composición de re-
cubrimiento en polvo que presenta propiedades inesperadas.
10 Las propiedades de la película son iguales o superiores en
calidad a las presentadas por las composiciones de la refe-
rencia antes citadas y estas propiedades se consiguen con
unos tiempos de curado inferiores a 2 minutos a las tempera-
turas comercialmente aceptables.

15 También se ha encontrado que los recubrimientos forma-
dos a partir de las composiciones de esta invención presen-
tan excelente resistencia a la pérdida de adhesión bajo pro-
tección catódica. Un procedimiento utilizado para determinar
esta resistencia consiste en recubrir un panel metálico, co-
20 mo se describe más adelante, con la composición de recubri-
miento en polvo; a continuación se taladra un agujero de
3 mm de diámetro a través del recubrimiento y parte del espe-
sor del panel. Se une al recubrimiento adhesivamente una pie-
za de tubería de plástico de 10 cm de diámetro para formar
25 un contenedor hermético a los fluidos, con el agujero situa-

1 do en el centro de la base plana de este contenedor. El con-
tenedor se llena con una solución de NaCl al 5 % en agua.
Se coloca un alambre de platino en la solución y se aplica
5 continuamente un potencial de 6 voltios de corriente con-
tinua entre el alambre y el panel metálico, que actúa como
cátodo en este circuito. Al cabo de 30 días, se desconecta
la fuente de voltaje, se vierte la solución y cualquier par-
te del recubrimiento que se haya despegado se rasca con un
cuchillo afilado, dejando un círculo sin recubrir cuyo diá-
10 metro se mide. Los recubrimientos de tubería de la técnica
anterior que se utilizan comercialmente dejan un círculo sin
recubrir de 20-40 mm de diámetro cuando se someten a este
ensayo. Una composición preferida de esta invención deja
un círculo sin recubrir de solamente 11-22 mm de diámetro
15 cuando se somete a este ensayo.

La composición de recubrimiento en polvo de esta in-
vención puede ser aplicada a un substrato metálico mediante
técnicas de pulverización electrostática o utilizando un
lecho fluidificado que puede ser electrostático. El método
20 preferido es la pulverización electrostática en la que se
aplica a una pistola pulverizadora un voltaje de 20-100
kilovoltios. La composición puede ser aplicada en una sola
pasada o en varias pasadas para obtener espesores variables
después del curado, de 0,2 a 0,5 mm de acuerdo con la apli-
25 cación final deseada del artículo recubierto. Algunas tube-

1 rías, por ejemplo, que tienen que ser enterradas subterránea-
mente, requieren un espesor del recubrimiento de aproximada-
mente 0,4 mm.

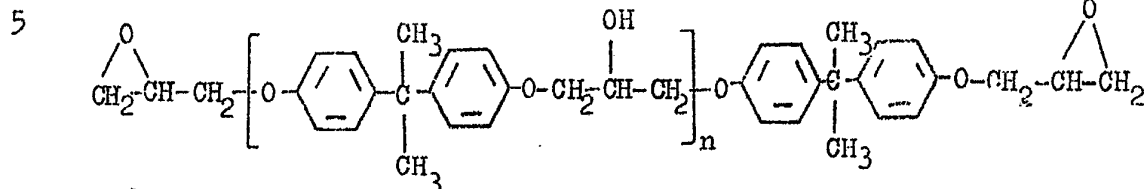
5 Opcionalmente, el artículo a recubrir puede ser calen-
tado a cualquier temperatura hasta aproximadamente 270°C
antes de la aplicación del polvo. La precalefacción del
artículo permite obtener una mejor deposición del polvo y
un recubrimiento más uniforme.

10 Después de la aplicación del polvo, el artículo recu-
bierto se calienta a 200-280°C durante 1 o 2 minutos para
fusionar y curar las partículas de polvo en un recubrimiento
uniforme sustancialmente continuo. El intervalo de tempera-
tura preferido es de 230 a 253°C cuando el contenido en
alquilimidazol del agente de curado es de 1-1,4 % en peso.
15 Unas temperaturas de curado superiores a unos 253°C pueden
producir algunas veces un recubrimiento frágil. Cuando el
porcentaje en peso de alquilimidazol en el agente de cura-
do es superior a 1,6, las temperaturas de curado superiores
a 210°C pueden producir algunas veces un recubrimiento de
20 mal aspecto.

25 La composición de la invención puede ser aplicada di-
rectamente a una superficie metálica, aunque para algunas
aplicaciones puede emplearse una imprimación. Es preferi-
ble que la superficie a recubrir sea limpiada primero, por
ejemplo mediante esmerilado o con chorro de arena.

1 Los siguientes ejemplos ilustran la invención. En los ejemplos, nos referiremos a los componentes de acuerdo con el siguiente esquema de numeración:

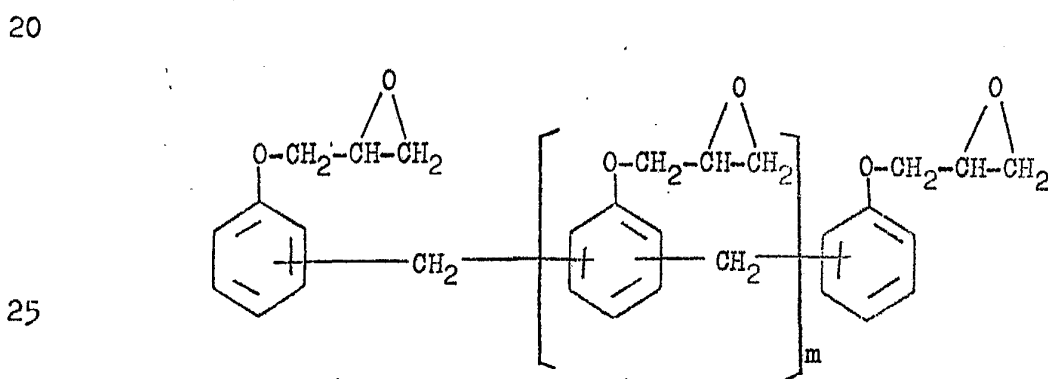
(1) Resina epoxi de fórmula:



10 donde n es suficientemente grande para dar una viscosidad Gardner-Holdt de H-L, medida al 40 % de sólidos poliméricos en éter n-butílico de dietilenglicol a 25°C y con un peso equivalente epóxido de 575-700.

15 (2) Resina epoxi de la misma fórmula anterior pero con un valor de n tal que la viscosidad Gardner-Holdt, medida como antes, es K-P y el peso equivalente epóxido es 660-810.

20 (3) Resina epoxi/epoxi-novolac que es una resina epoxi de la fórmula del apartado (1) modificada con una resina epoxi-novolac de fórmula



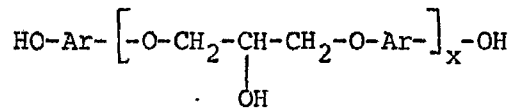
1 donde n en la resina epoxi y m en la epoxi-novolac pre-
sentan valores suficientemente grandes para proporcionar
una resina epoxi/epoxi-novolac con una viscosidad
Gardner-Holdt de W-Z, medida como en (1) y un peso
5 equivalente epóxido de 750-860.

(4) Resina epoxi/epoxi-novolac de la fórmula del apartado
(3) pero con unos valores de n y m suficientemente gran-
des para proporcionar una viscosidad Gardner-Holdt de O-S,
medida como en (1) y un peso equivalente epóxido de
10 500-575.

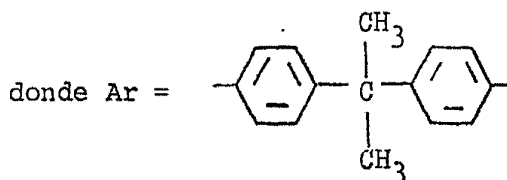
(5) Partículas de sílice, dimensión máxima 10 micras.

(6) Agente de curado que es una combinación de:

a. 70 partes en peso de una resina de fórmula



15



y x es aproximadamente 3,8, correspondiendo a un

20

peso molecular promedio en peso (CPG) de 1312, basa-
do en una curva de calibrado lineal obtenida a partir
de patrones de poliestireno de peso molecular estrecho;

b. 30 partes en peso de bisfenol A y

c. 1,3 partes en peso de 2-metilimidazol.

25

(7) Pigmento de dióxido de titanio.

- 1 (8) Pigmento de óxido de hierro rojo
- (9) ModaFlow^(R).

EJEMPLO 1

Se mezclan los siguientes componentes:

5	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso</u>
	1	11,3
	2	1,0
	3	22,8
	4	22,8
10	5	16,6
	6	22,4
	7	0,4
	8	2,8
	9	0,05

15 La mezcla anterior se carga en una extruidora por fusión y se extruye a 88-94°C. Después el extruido se descompone en virutas y se carga en un molino molturador donde se muele para formar un polvo fino. A continuación el polvo se pasa por un tamiz que separa las partículas de una dimensión

20 máxima superior a 150 micras.

El polvo así formulado puede ser almacenado durante 4 semanas a 40°C sin pérdida apreciable de su capacidad para curar rápidamente o para formar una película lisa.

25 Antes de la aplicación del polvo, un panel de acero de 3 mm de espesor, limpiado con chorro de arena, que ha de ser

1 recubierto en este ejemplo, se calienta a 253°C. Después
se aplica el polvo mediante pistolas electrostáticas de pol-
vo Ransburg. Las pistolas utilizan electricidad a 60 voltios
para cargar las partículas de polvo y una presión de aire
5 de 60 libras/pulgada² (4,2 kg/cm²) para propulsar las partí-
culas que son alimentadas a cada pistola desde un depósito
de lecho fluidificado, mediante una corriente de aire. Des-
pués el panel se calienta durante 90 segundos a 232°C. La
película resultante es lisa y uniforme y está libre de vesí-
10 culas y cráteres. El espesor de la película es aproximadamen-
te 0,3 mm.

El panel de acero recubierto presenta una resistencia al
impacto frontal de 160 pulgadas-libra (184 kg.cm), utilizan-
do un aparato de resistencia al impacto Gardner n° 16-1120.
15 No aparece ninguna cuarteadura visible en el recubrimiento
cuando el panel se dobla a 180° alrededor de un mandril de
forma cónica cuyo diámetro varía desde 1/8" (3,1 mm) hasta
1,5" (38,1 mm) sobre una longitud de 8" (203 mm). Después
de repetidos ensayos de la pérdida de adhesión bajo protec-
20 ción catódica, como se ha descrito antes, las áreas circula-
res de recubrimiento que se desprenden presentan unos diáme-
tros que oscilan entre 11 y 22 mm, indicando que la pérdida
de adhesión es baja.

EJEMPLO 2

25 Se mezclan los siguientes componentes:

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso</u>
1	1	23,0
	2	2,0
	3	34,7
5	5	16,6
	6	20,6
	7	0,4
	8	2,8
	9	0,1

10 El polvo se forma como en el Ejemplo 1. El polvo de este ejemplo también puede ser almacenado durante 4 semanas a 40°C sin pérdida apreciable de su capacidad para curar rápidamente o para formar una película lisa.

15 El polvo se aplica a un panel como en el Ejemplo 1. Después el panel se calienta, con objeto de curarlo, durante 2 minutos a 232°C. Si esta composición particular es curada a una temperatura más alta, puede producirse una película frágil.

20 El panel de acero recubierto de este ejemplo tiene una resistencia al impacto frontal de 160 pulgadas.libras (184 kg.cm) utilizando un aparato de medida del impacto Gardner n°16-1120. No aparece ninguna cuarteadura visible en el recubrimiento cuando el panel se dobla 180° alrededor de un mandril de forma cónica, que varía de 1/8" (3,2 mm) a 1,5" (38,1 mm) de diámetro sobre una longitud de 8" (203 mm).

25

1

EJEMPLO 3

5

La composición, la formación del polvo y el procedimiento de aplicación del Ejemplo 1 se utilizan para recubrir una tubería de acero de 1,5 pies (45,7 cm) de longitud y 1,5" (38,1 mm) de diámetro interno. Los bordes de la tubería quedan recubiertos uniformemente y el recubrimiento a lo largo de las paredes de la tubería es esencialmente uniforme, liso e igual y libre de vesículas y cráteres.

10

Habiendo descrito la invención, se considera como una novedad y, por lo tanto, reclamamos como de nuestra propiedad lo contenido en las siguientes:

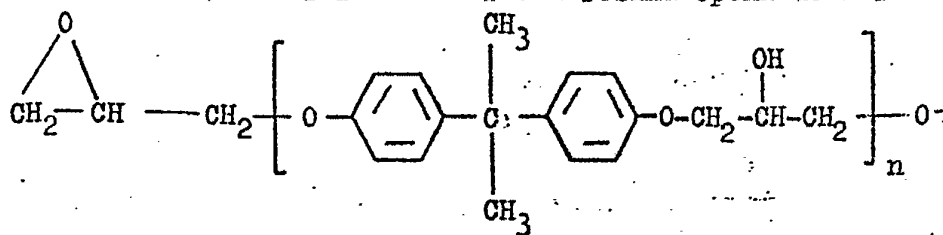
REIVINDICACIONES

15

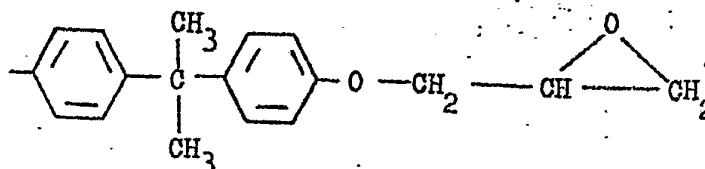
1.- Un procedimiento para la preparación de una composición de recubrimiento en polvo que está constituida esencialmente por partículas finamente divididas de las que por lo menos el 90 % en peso tienen una dimensión máxima no superior a 150 micras, cuyo procedimiento comprende:

(I) hacer reaccionar una resina epoxi de fórmula:

20

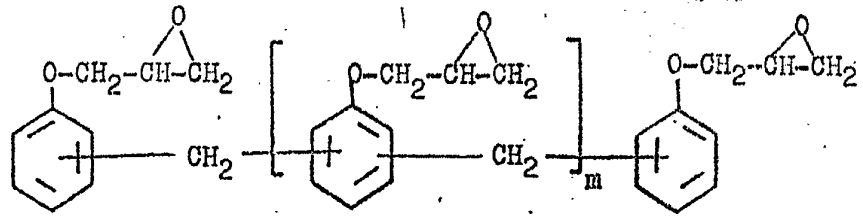


25



1

con una resina epoxi-novolac de fórmula:



5

para formar una resina epoxi epoxi/novolac;

(II) combinar:

10

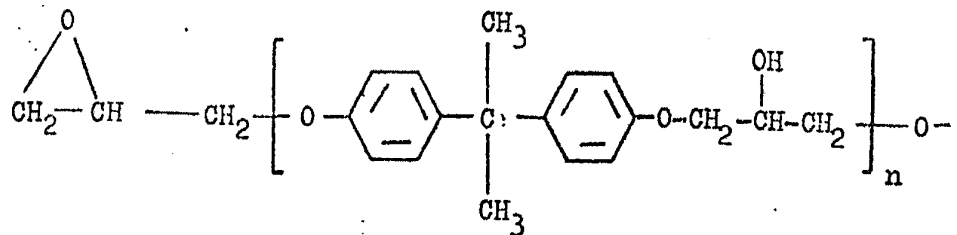
(A) 20-38 partes en peso de la resina obtenida en (I) donde n y m tienen unos valores suficientemente grandes para proporcionar una resina epoxi/epoxi-novolac con una viscosidad Gardner-Holdt de W-Z, medido al 40 % de sólidos poliméricos en éter n-butílico de dietilenglicol a 25°C y con un peso equivalente epóxido de 750-860;

15

(B) 0-25 partes en peso de la resina obtenida en (I) pero con unos valores de n y m suficientemente grandes para formar una resina epoxi/epoxi-novolac con una viscosidad Gardner-Holdt de 0-S, medida como en (A), y con un peso equivalente epóxido de 500-575, donde las partes en peso de componentes (A) y (B) totalizan 34 como mínimo;

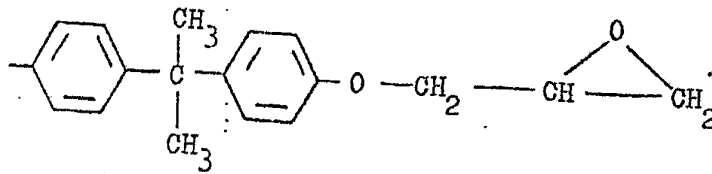
20

(C) 9-25 partes en peso de una resina epoxi de fórmula:



25

1

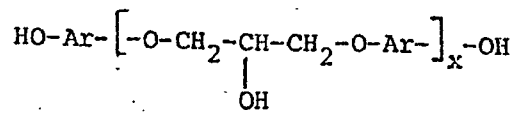


5

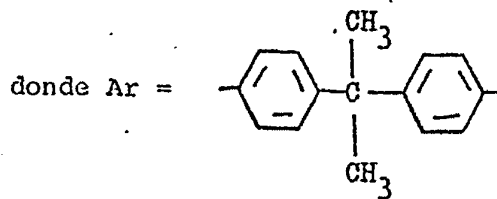
donde n es suficientemente grande para proporcionar una resina con una viscosidad Gardner-Holdt de H-L, medida como en (A) y con un peso equivalente epóxido de 575-700, (D) 0,9-3 partes en peso de una resina epoxi de la misma fórmula general que en (C) pero con un valor de n suficientemente grande para proporcionar una resina con una viscosidad Gardner-Holdt de K-P, medida como antes, y con un peso equivalente epóxido de 660-810; (E) 10)-20 partes en peso de partículas de carga con una dimensión máxima de 10 micras y (F) 18-25 partes en peso de un agente de curado resinoso constituido esencialmente por:

15

(1) 68-81 partes en peso de un compuesto de fórmula



20



25

y donde x es un número positivo suficientemente grande para formar un compuesto con un peso molecular promedio en peso de 1250-1600, determinado por cromatografía de permeación

1 de gel y basado en una curva de calibrado lineal obtenida
a partir de patrones de poliestireno de peso molecular es-
trecho;

(2) 17-30 partes en peso de bisfenol A y

(3) 0,6-2,0 partes en peso de un laquilimidazol

5 donde el grupo alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1 donde
la composición contiene un pigmento en una relación de pigmen-
to a ligante de 3/100 a 30/100.

10 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, don-
de la composición contiene hasta 1 % en peso, calculado sobre
el peso de la composición, de un poli(acrilato de alquilo)
como agente de control de la fluidez.

15 4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, don-
de la composición contiene hasta 3 % en peso, calculado sobre
el peso de la composición, de sílice ahumada.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, don-
de las partículas de carga son de sílice, sulfato bórico o
una mezcla de éstos.

20 6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, don-
de la composición contiene:

10-15 partes en peso de Componente (C).

22-30 partes en peso de Componente (A).

20-25 partes en peso de Componente (B) y

21-25 partes en peso de Componente (F).

25 7.- Un procedimiento según la reivindicación 6 don-

1 de la composición contiene pigmento en una relación de
pigmento a ligante de 3/100 a 30/100.

5 8.- Un procedimiento según la reivindicación 6 don-
de la composición contiene hasta 1 % en peso, calculado so-
bre el peso de la composición, de un poli(acrilato de alqui-
lo) como agente de control de la fluidez.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 1, don-
de la composición contiene:

22-23 partes en peso del componente (A);

10 22-23 partes en peso del componente (B), con la con-
dición de que las partes en peso de los componentes (A) y
(B) totalicen como mínimo 34;

11-12 partes en peso del componente (C);

1 parte en peso del componente (D);

15 16-17 partes en peso del componente (E), donde las
partículas de carga son sílice, sulfato básico o una mezcla
de éstos, y

22-23 partes en peso del componente (F).

20 10.- Un procedimiento según la reivindicación 9
donde la composición contiene un pigmento en una relación
de pigmento a ligante de 3/100 a 30/100.

11.- Un procedimiento según la reivindicación 9, don-
de la composición contiene hasta 1 % en peso, calculado so-
bre el peso de la composición, de un poli(acrilato de alqui-
lo) como agente de control de la fluidez.

25 12.- Un procedimiento según la reivindicación 9, don-

1 de:

el Componente 1 del agente de curado está presente en una proporción de 70 partes en peso y tiene un peso molecular de 1312;

5 el Componente 2 del agente de curado está presente en una proporción de 30 partes en peso y

el Componente 3 del agente de curado es 2-metilimidazol.

10 13.- Un procedimiento según la reivindicación 9, donde la composición contiene hasta 3 % en peso, calculado sobre el peso de la composición, de sílice ahumada.

14.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE RECUBRIMIENTO EN POLVO.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veintinueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 15 de Junio de 1978
BERNARDO UNGRIA
P.P.

20

25

