



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 360 131**

51 Int. Cl.:
C09D 5/03 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06733942 .4**

96 Fecha de presentación : **27.01.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1858988**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **28.11.2007**

54 Título: **Composiciones de revestimiento.**

30 Prioridad: **18.02.2005 US 60824**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.06.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.06.2011

73 Titular/es: **PPG INDUSTRIES OHIO, Inc.**
3800 West 143rd Street
Cleveland, Ohio 44111, US

72 Inventor/es: **Ferencz, Joseph, M.**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 360 131 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composiciones de revestimiento en polvo

Campo de la invención

5 La presente invención está dirigida a procedimientos de producción de composiciones de revestimiento en polvo que contienen pigmentos con efecto color, con laminillas, y a las composiciones de revestimiento preparadas mediante los mismos.

Antecedentes de la invención

10 Las composiciones de revestimiento basadas en solvente, usadas en acabados en automoción o en pinturas industriales, incluyen, típicamente, una base de resina polimérica en la que se dispersan pigmentos con laminillas, tales como laminillas de metal, que crean un efecto color en la composición de revestimiento, tal como la iridiscencia o el lustre metálicos. Las laminillas de metal tienden a alinearse en paralelo a la superficie del sustrato revestido, presentando, de esta manera, una superficie reflectante, plana, que proporciona un aspecto deseado al revestimiento, cuando la pintura se seca o es horneada.

15 Pueden producirse revestimientos resistentes a una abrasión fuerte mediante procedimientos de revestimiento en polvo. Sin embargo, el alineamiento de los pigmentos con laminillas en las composiciones de revestimiento en polvo, para conseguir los efectos de color similares a los que se pueden conseguir en composiciones de revestimiento basadas en solvente, es problemático. Las composiciones de revestimiento en polvo son aplicadas, normalmente, mediante revestimiento mediante pulverización electrostática. En el procedimiento de pulverización electrostática, los componentes de la composición de revestimiento (incluyendo una resina polimérica y aditivos) son molidos para producir partículas de polvo que son dispersadas en una corriente de aire. Las partículas dispersadas son sometidas a un campo de alto voltaje, en el que las partículas toman una carga electrostática. Las partículas cargadas son atraídas a un sustrato cargado, resultando en una fina capa de polvo sobre el sustrato. El sustrato revestido es calentado a una temperatura suficiente para fundir el revestimiento en polvo y para hacer que fluya y proporcionar un acabado suave y homogéneo.

25 Las laminillas de metal pueden ser incluidas en un polvo de revestimiento mezclando las laminillas de metal con la resina, así como agentes de control de flujo, agentes de curado, pigmentos, cargas, etc., previamente al mezclado en fundido de los ingredientes. Sin embargo, durante el molido de la composición para producir un polvo de revestimiento, frecuentemente, las laminillas son fragmentadas considerablemente, y el acabado resultante de dicho polvo de revestimiento tiene un aspecto gris, sin brillo.

30 Los intentos para mejorar el aspecto de un acabado metálico se han enfocado sobre procedimientos de mezclado de pigmento con laminillas con particulados de polvo de revestimiento polimérico. Sin embargo, en el procedimiento de revestimiento en polvo, dicha mezcla resulta, frecuentemente, en revestimientos inconsistentes. En el procedimiento de revestimiento electrostático, el polvo de revestimiento es pulverizado a través de una pistola, en la que se usa una descarga de corona de alto voltaje para establecer un campo ionizado. Conforme las partículas de polvo pasan a través del campo ionizado, las mismas pasan a estar cargadas y son atraídas hacia el sustrato, que es normalmente un artículo metálico a revestir. El polvo que no es depositado sobre el sustrato es recogido en un sistema de recuperación y es devuelto para mezclarlo con el material virgen para una re-aplicación. Cuando las laminillas de metal son mezcladas sencillamente con los particulados de revestimiento polimérico, las laminillas no se cargan hasta el mismo grado o no se depositan a la misma tasa que los particulados de polvo de revestimiento polimérico. Durante un periodo de tiempo durante el cual el material sobre-pulverizado es recuperado y mezclado continuamente con el material virgen, el pigmento con laminillas metálicas se hace más concentrado en el polvo que está siendo pulverizado, cambiando el aspecto del acabado resultante en relación con el acabado que resultó de la pulverización al inicio del procedimiento. Con el tiempo, la concentración creciente de laminillas de metal puede interferir con el mecanismo de carga. Si el polvo en el campo ionizado se hace demasiado conductor, la pistola electrostática puede "cortocircuitarse" o resultar en una explosión.

45 Una solución a este problema de producción de composiciones de revestimiento en polvo que contienen pigmentos con laminillas, ha sido fusionar o unir los pigmentos con laminillas a partículas de la resina base de la composición de revestimiento. Al adherir los pigmentos con laminillas a los particulados de resina, la composición no cambia considerablemente con el tiempo en un procedimiento en el que el polvo de revestimiento sobre-pulverizado es recuperado y re-introducido. Consiguientemente, los acabados resultantes son más uniformes con el tiempo.

La unión de pigmentos con laminillas a partículas de resina puede conseguirse mediante mezclado de alto cizallamiento. Sin embargo, muchos pigmentos con laminillas son sensibles a fragmentación en entornos de alto cizallamiento, debido a lo cual, la forma de las laminillas resulta dañada o destruida, de manera que las composiciones de revestimiento en polvo resultantes proporcionan acabados de baja calidad.

Un procedimiento de unión alternativo, que ha conseguido cierto éxito comercial, implica un calentamiento controlado del pigmento con laminillas y la mezcla de resina con un mezclado con cizallamiento bajo o medio. Según este procedimiento, la composición en polvo es calentada justo lo necesario para ablandar ligeramente las partículas de resina, de manera que las partículas de pigmento con laminillas se adherirán a las mismas. Aunque se ha demostrado que las altas temperaturas mejoran la unión de los pigmentos con laminillas a las partículas de resina, esta práctica convencional dicta que la temperatura de unión no sea más de 1,11°K (2°F) más alta que la T_G de la resina base. Controlando la temperatura de unión a un máximo de 1,11°K (2°F) más alta que la T_G de la resina base, se creía que la resina empezaba a ablandarse, permaneciendo todavía como un particulado (no fundido) de manera que la unión podía ocurrir con las partículas del pigmento con laminillas sin perder la forma particulada de la resina.

Aunque este enfoque general de la unión, basado únicamente en la T_G de la resina base, puede usarse con cierto éxito, no tiene en cuenta las considerables diferencias en la composición total del revestimiento en polvo, es decir, la resina, el pigmento con laminillas, las cargas, etc. La potencial captación de calor de una composición viene determinada no solo por la resina base, sino también por todos sus componentes. Así, el control de los procedimientos de unión, basados únicamente en la T_G de la resina base, no es necesariamente apropiado para todas las composiciones de revestimiento en polvo.

Consiguientemente, existe una necesidad de un procedimiento de producción de polvos de revestimiento, que resulte en un acabado metálico lustroso, que sea consistente en el tiempo cuando se usen varias resinas base, pigmentos con laminillas y cargas, en un procedimiento en el que las partículas sobre-pulverizadas son recuperadas y devueltas.

Resumen de la invención

Esta necesidad se satisface mediante el procedimiento de las reivindicaciones 1 ó 6 de producción de una composición de revestimiento en polvo, que contiene partículas de pigmento, con efecto color, con laminillas, y un aglutinante polimérico. La composición de pigmento tiene una distribución inicial de tamaños de partícula que contiene partículas finas. La composición de pigmento es mezclada y calentada a una temperatura, para conseguir una segunda distribución de tamaños de partícula, que carece sustancialmente de partículas finas. La composición de pigmento es enfriada para producir la composición de revestimiento en polvo. En la etapa de calentamiento, la temperatura de la composición de pigmento es elevada a más de 1,11°K (2°F) por encima de la T_G del aglutinante polimérico. Esta temperatura incrementada puede ser de 1 a 15% superior a la T_G del aglutinante polimérico. En una realización, en la distribución inicial de tamaños de partícula, las partículas finas tienen un tamaño de hasta 5 micrómetros, estando presentes las partículas finas en la composición de pigmento en una cantidad del 2 al 20%, o del 4 al 8% en volumen, en base al volumen total de la composición de pigmento.

La distribución de tamaños de partícula se determina como una función de un conteo de partículas, y la distribución inicial de tamaños de partícula tiene un único modo. Una vez completada la etapa de calentamiento y mezclado, la distribución de tamaños de partícula se mueve a la segunda distribución de tamaños de partícula, que tiene dos modos. El modo de la distribución inicial de tamaños de partícula está localizado entre 5 y 20 micrómetros, y los dos modos en la segunda distribución de tamaños de partícula están localizados entre 10 y 50 micrómetros. La composición de pigmento puede contener partículas de pigmento, con efecto color, con laminillas, y otras partículas de pigmento no flotante. Las partículas de pigmento no flotantes pueden ser pigmentos orgánicos de coloración o pigmentos inorgánicos de carga, y pueden comprender del 10 al 40% en volumen, en base al volumen total de la composición de pigmento.

Los pigmentos con efecto color, con laminillas, pueden ser pigmentos flotantes o no flotantes, incluyendo laminillas de metal, tales como mica revestida de óxido de metal o aluminio. El aglutinante polimérico puede ser una composición termoendurecible, tales como un material que contiene un grupo epoxi y un agente de curado. La presente invención incluye también una composición de revestimiento en polvo, producida según estos procedimientos, así como los sustratos revestidos usando los procedimientos de la presente invención. La presente invención es particularmente adecuada para revestir sustratos metálicos, tales como componentes de automoción.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un gráfico de la distribución volumétrica de tamaños de partícula del aglutinante polimérico epoxi del Ejemplo 1, tratado a temperaturas crecientes.

Descripción detallada de la invención

La presente invención está dirigida a un procedimiento para mejorar la uniformidad en el aspecto y el efecto metálico de los pigmentos con efecto color, con laminillas, en revestimientos en polvo resinosos que, tradicionalmente, han sido el resultado de una orientación inapropiada de los pigmentos con laminillas en una película del revestimiento en polvo y una distribución no uniforme de los pigmentos no flotantes y otros pigmentos a lo largo del revestimiento. En particular, los pigmentos con efecto color, con laminillas, que son típicamente partículas resinosas y de metal, tiene diferencias

tanto en su densidad como en su conductividad eléctrica. Estas diferencias en densidad y conductividad eléctrica contribuyen a la distribución no uniforme de las partículas respectivas en los revestimientos en polvo convencionales. La segregación de partículas no solo crea un aspecto no uniforme en el revestimiento en polvo aplicado a un sustrato, sino que la presencia de las partículas discretas individuales de los pigmentos con laminillas (generalmente metálicas) proporciona una oportunidad para que la composición en polvo produzca descargas eléctricas (es decir, chispazos) durante la pulverización electrostática del polvo sobre un sustrato a revestir. Aunque los intentos anteriores para unir pigmentos con laminillas a un aglutinante polimérico, para mejorar la uniformidad del revestimiento resultante, han ayudado y mantenido la integridad de los pigmentos con laminillas y la uniformidad de aspecto, estos procedimientos no controlan necesariamente la distribución de tamaños de partícula de los componentes de la composición de revestimiento en polvo, tanto de las partículas metálicas como de las partículas resinosas. La presente invención está dirigida a un procedimiento de producción de una composición de revestimiento en polvo en la que se controla la distribución de tamaños de partícula, en particular, la presencia de partículas finas con un tamaño de 5 micrómetros o menos.

Las composiciones de revestimiento en polvo, producidas según el procedimiento de la presente invención, son producidas a partir de una composición de pigmento que contiene partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, y un aglutinante polimérico. La composición de pigmento puede incluir además otros pigmentos no flotantes, tales como pigmentos orgánicos colorantes y/o pigmentos inorgánicos de carga. Otros aditivos convencionales pueden ser incluidos en la composición de revestimiento en polvo, tales como agentes fluidificantes, lubricantes y similares. El aglutinante polimérico puede ser una resina termoendurecible que es usada en conjunción con un agente reticulante y/o un catalizador de curado. Las resinas adecuadas para su uso como el aglutinante polimérico en la presente invención incluyen, pero no se limitan a, resinas epoxi, resinas de poliéster, resinas de poliuretano, resinas híbridas epoxi/poliéster y resinas acrílicas. La resina es seleccionada para tener una temperatura de ablandamiento que sea suficientemente alta para prevenir que los particulados de la resina sintericen o se fusionen durante el transporte y el almacenamiento, pero que sea suficientemente baja de manera que las partículas puedan ser mezcladas en fundido a una temperatura inferior a la temperatura a la que la reacción entre la resina y el agente reticulante y/o el catalizador de curado resulta en un curado sustancial de la resina. Generalmente, la temperatura de ablandamiento y el punto de fusión son una función de los monómeros y del peso molecular de las resinas.

El agente reticulante y/o el catalizador de curado es seleccionado, según sea apropiado, para la resina usada y para proporcionar un curado sustancial solo a una temperatura superior al punto de fusión de la resina. Las resinas epoxi pueden ser curadas mediante dicianamidas o anhídridos. Las resinas de poliéster hidroxilo funcionales pueden ser curadas con isocianatos multi-funcionales para formar poliésteres de uretano. Las resinas de poliéster funcionales con ácido pueden ser curadas con isocianuratos. Los híbridos epoxi-poliéster pueden ser curados mediante una reacción de uno con el otro, y las resinas acrílicas hidroxilo funcionales pueden ser curadas con isocianatos multifuncionales. La cantidad de agente reticulante y/o curativo que es suficiente para efectuar el curado depende de la química y la estioquiometría particulares de la resina usada y puede ser del 5 al 20% en peso de la resina.

Los pigmentos con efecto color, con laminillas, usados en la presente invención son, típicamente, laminillas de metal, tales como laminillas de aluminio o laminillas de mica revestidas de óxido de metal o ambos. Tal como se usa en la presente memoria, una laminilla tiene una relación de su anchura con respecto a su espesor (denominada relación de aspecto) que es de al menos 2 y, típicamente, está en el intervalo de 10 a 2.000. Así, las laminillas son estructuras sustancialmente planas. Las laminillas de aluminio son pigmentos con efecto color, con laminillas. Otros metales que pueden ser usados incluyen níquel, bronce, zinc y acero inoxidable. La cantidad en peso de pigmentos con efecto color, con laminillas, en relación a la cantidad en peso del aglutinante polimérico puede variar sobre un amplio intervalo, dependiendo de una diversidad de factores, que incluyen las densidades relativas de los pigmentos con efecto color, con laminillas, y los particulados del aglutinante polimérico, el acabado deseado, tanto si el pigmento con efecto color, con laminillas, debería proporcionar una superficie con aspecto uniforme, tal como una superficie de tipo especular, como si los pigmentos con efecto color, con laminillas, son proporcionados para realzar características tales como el brillo y el espesor de los pigmentos con efecto color, con laminillas. En una realización de la invención, los pigmentos con efecto color, con laminillas, están incluidos del 0.5 al 20% en peso, en relación al peso del aglutinante polimérico y pueden estar incluidos en cantidades del 1 al 5% en peso.

La composición de pigmento usada en la presente invención tiene una distribución inicial de tamaños de partícula en la que hay partículas que tienen un tamaño típico de 0,5 a 100 micrómetros. La presente invención incluye un procedimiento de producción de una composición de revestimiento en polvo, en la que la composición de pigmento que contiene las partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, en aglutinante polimérico es mezclada y calentada para cambiar la distribución inicial de tamaños de partícula de la composición de pigmento a una segunda distribución de tamaños de partícula que carece sustancialmente de partículas finas, definiéndose las partículas finas en la presente memoria como partículas que tienen un tamaño de hasta 5 micrómetros. Tanto el aglutinante polimérico como los pigmentos con efecto color, con laminillas, tienen partículas finas en la distribución inicial de tamaños. En una realización, las partículas finas están presentes en la composición de pigmento en una cantidad del 2 al 20% en volumen, en base al volumen total de la composición de pigmento y pueden estar presentes en la distribución inicial de

tamaños de partícula de la composición de pigmento en una cantidad del 4 al 8% en volumen, del volumen total de la composición de pigmento.

Una vez calentada la composición de pigmento a una temperatura que es más de 1,11°K (2°F) superior a la T_G del aglutinante polimérico, la distribución inicial de tamaños de partícula que exhibe partículas finas con un tamaño de hasta 5 micrómetros cambia a una segunda distribución de tamaños de partícula que carece sustancialmente de partículas finas.

En una realización de la invención, cuando la distribución inicial de tamaños de partícula de la composición de pigmento se compara con la segunda distribución de tamaños de partícula, la distribución inicial de tamaños de partícula tiene un único modo; mientras que la segunda distribución de partícula tiene dos modos que están centrados en tamaños de partículas mayores que el único modo de la distribución inicial de tamaños de partícula. Según este análisis de población del número de partículas presentes en la composición de pigmento en la distribución inicial de tamaños de partícula y en la segunda distribución de tamaños de partícula, se cree que las partículas finas con tamaños de hasta 5 micrómetros se fijan a partículas más grandes, tales como partículas con un tamaño de 8 a 20 micrómetros, reduciendo, de esta manera, el conteo de partículas en el extremo inferior de la distribución de tamaños de partículas y creando un nuevo modo (el segundo modo) para las partículas finas que se fijan a las partículas de tamaños de 8 a 20 micrómetros. En una realización de la invención, el modo de la distribución inicial de tamaños de partícula está localizado entre 5 y 20 micrómetros. Tras calentar y mezclar la composición de pigmento, la segunda distribución de tamaños de partícula en la composición de pigmento tiene dos modos que están localizados entre 10 y 50 micrómetros. De esta manera, la unión de las partículas con efecto color, con laminillas, al aglutinante polimérico se evidencia mediante el cambio en la distribución de tamaños de partícula, determinada como una función del conteo de partículas. En una realización de la invención, se considera que se ha conseguido una unión cuando se evidencia una segunda distribución de tamaños que es bimodal con respecto a los tamaños de partícula. En otra realización, la segunda distribución de tamaños de partícula no es necesariamente bimodal, aún así, es distinta de la primera distribución de tamaños de partícula. En ese caso, la unión se determina como conseguida tras una evidencia de la segunda distribución de tamaños de partícula.

Además del pigmento con efecto color, con laminillas, y del aglutinante polimérico en la composición de pigmento, la composición de pigmento puede incluir también otras partículas de pigmento no flotantes. Las partículas de pigmento no flotantes adecuadas incluyen pigmentos orgánicos colorantes y pigmentos inorgánicos de carga, así como otras cargas, tales como aditivos de control de flujo y similares. Los pigmentos no flotantes y otros materiales pueden constituir del 10 al 20% en volumen de la composición de revestimiento en polvo, en base a un volumen total de la composición de pigmento.

Un resultado de la producción de una composición de revestimiento en polvo, según la presente invención, es una composición de revestimiento en polvo que incluye partículas de pigmento no flotantes, partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, y un aglutinante polimérico. La composición de revestimiento en polvo resultante tiene una distribución de tamaños de partícula, determinada como una función de conteo de partículas, que es distinta de una distribución inicial de tamaños de partícula que exhibía partículas finas con un tamaño de hasta 5 micrómetros, y puede tener dos modos de conteo localizados entre 10 y 50 micrómetros. La presente invención es particularmente adecuada para revestir sustratos metálicos, tales como componentes de automoción u otros componentes metálicos industriales, tales como componentes accesorios.

El procedimiento de la presente invención, y las composiciones de revestimiento preparadas según la presente invención, se ilustran en los ejemplos siguientes. Los ejemplos siguientes son meramente ilustrativos de la invención y no pretenden ser limitativos. Si no se indica lo contrario, todas las partes son en peso. Tal como se usa en la presente memoria, si no se especifica expresamente lo contrario, todos los números, tales como los que expresan valores, intervalos, cantidades y porcentajes, pueden ser leídos como si estuvieran precedidos por la palabra "aproximadamente". Cualquier intervalo numérico indicado en la presente memoria pretende incluir todos los sub-intervalos, incluidos en el mismo. El plural incluye el singular y viceversa. Tal como se usa en la presente memoria, el término "polímero" pretende hacer referencia a prepolímeros u oligómeros, y tanto a homopolímeros como a copolímeros. El prefijo "poli" se refiere a dos o más.

Con el fin de practicar el procedimiento de la presente invención, es útil determinar primero la T_G (temperatura de transición vítrea) de inicio del aglutinante polimérico y determinar la temperatura a la que las partículas finas, con tamaño de hasta 5 micrómetros, del aglutinante polimérico son eliminadas incrementando la temperatura del aglutinante polimérico. El término T_G de inicio significa la temperatura del aglutinante polimérico a la que el polímero exhibe movilidad segmentaria de segmentos de polímero dentro de la molécula de polímero. La temperatura por debajo de la cual los segmentos de polímero no tienen suficiente energía para moverse unos sobre otros es la T_G . Una colorimetría diferencial de barrido (Differential Scanning Colorimetry, DSC) determina la entrada de calor como una función de la temperatura. La T_G de inicio es un punto de inflexión en el gráfico del flujo de calor versus la temperatura. Una vez determinada una temperatura incrementada adecuadamente, que es mayor de 1,11°K (2°F) superior a la T_G

del aglutinante polimérico, a continuación, la unión se ensaya incorporando una mezcla del aglutinante polimérico con los pigmentos con efecto color, con laminillas, para determinar el periodo de tiempo requerido para calentar la composición de pigmento que contiene el aglutinante polimérico y los pigmentos con efecto color, con laminillas, que eliminará las partículas finas de la composición de pigmento. Una vez determinada la temperatura operativa adecuada (más de 1,11°K (2°F) sobre T_G) y el periodo de tiempo para la composición de pigmento particular, las composiciones de revestimiento subsiguientes pueden ser preparadas fácilmente usando estos parámetros de tiempo y temperatura predeterminados. Los ejemplos siguientes exponen dichos procedimientos.

Ejemplo 1

Se determinó, mediante una DSC, que un aglutinante polimérico, que contiene el producto de reacción de poliéster que contiene un grupo ácido carboxílico y una hidroxialquilamida, tenía una T_G de inicio de 42,8°C (109°F). Según la práctica convencional, la unión de este polímero que tenía una T_G de inicio de 42,8°C (109°F) se realizaría a 43,9°C (111°F) y el pigmento con laminillas se mezclaría con el polímero a esta temperatura para un periodo de tiempo determinado empíricamente. Sin embargo, en la presente invención, la distribución de tamaños de partícula del material base se determina a la T_G de inicio y a temperaturas superiores a la T_G de inicio, tales como hasta el 15% superiores a la T_G de inicio del aglutinante polimérico.

En los ensayos siguientes, el aglutinante polimérico fue calentado en un mezclador mecánico Plasmec, a una temperatura superior a la T_G de inicio durante dos minutos, y se determinó la distribución de tamaños. Tal como se muestra en la Fig. 1, la distribución de tamaños de partícula a la T_G de inicio (42,8°C/109°F) y a 2°F superior a la T_G de inicio (43,9°C/111°F) era la misma que a 48,3°C (113°F). Sin embargo, conforme se incrementó adicionalmente la temperatura, la distribución de tamaños de partícula empezó a moverse a la derecha, a favor de las partículas más grandes. La Fig. 1 muestra curvas para el material aglutinante a las temperaturas de 45°C (113°F), 46,1°C (115°F), 47,2°C (117°F) y 48,3°C (119°F). Conforme se incrementó la temperatura, la distribución de tamaños de partícula cambió. Las partículas finas (con tamaño de 5 micrómetros o menos) desaparecieron y el modo pico de la distribución de tamaños de partícula se estrechó. La distribución de tamaños de partícula fue ensayada de nuevo usando una temperatura en el punto medio, en este caso 46,1°C (115°F), e incrementando el tiempo de exposición del aglutinante polimérico a la temperatura elevada. Se registra una distribución de tamaños de partícula para el aglutinante polimérico elevada a 46,1°C (115°F) a 60 segundos, 600 segundos y 1.000 segundos. La distribución de tamaños de partícula del aglutinante polimérico previamente al calentamiento se registra como un control. Para las muestras ensayadas, las partículas finas (5 micrómetros o más pequeñas) son reducidas progresivamente con un tiempo de calentamiento creciente y el pico de tamaño de partícula se incrementa con un estrechamiento de la distribución de los tamaños de partícula en el pico. Aunque incrementando el tiempo a una temperatura puede estrechar ventajosamente y desviar hacia arriba el pico de la distribución de tamaños de partícula, algunos sistemas poliméricos son sensibles a una fusión prematura y/o los pigmentos con efecto color, con laminillas, combinados con el aglutinante polimérico no pueden resistir tiempos prolongados de mezclado.

Ejemplo 2

La distribución inicial de tamaños de partícula de los pigmentos con efecto color, con laminillas, puede ser un factor importante en la producción de una composición de revestimiento en polvo según la presente invención. Los pigmentos con efecto color, con laminillas, están disponibles comercialmente en varios tamaños, desde una media muy baja de 12 micrómetros a un tamaño medio muy alto de 80 micrómetros. Se registra la distribución de tamaños de partícula de varios pigmentos de efecto color, con laminillas. Típicamente, los pigmentos, con laminillas, más gruesos son más maleables para el procesamiento, y los pigmentos, con laminillas, de tamaño de partícula más fino, son también más maleables para el procesamiento. La capacidad del pigmento con efecto color, con laminillas, para resistir el procedimiento de unión en un dispositivo de mezclado y calentamiento es crítica para maximizar el procedimiento de unión. Si el pigmento con efecto color, con laminillas, tiende a desprenderse, debería realizarse un ciclo de unión más corto y a una temperatura más elevada, para permitir una eliminación suficiente de partículas finas de la resina base y el pigmento con efecto color, con laminillas, mediante la fijación de esas partículas finas a unas más grandes o creando unas más grandes. Por otra parte, si el pigmento con efecto color, con laminillas, es relativamente maleable a las condiciones de mezclado en un unificador, pueden realizarse ciclos de unión más prolongados a temperaturas más frías, para conseguir los resultados deseados. Los ejemplos siguientes utilizan pigmentos con efecto color, con laminillas de aluminio, laminillas Tuf, de Silberline Manufacturing Co., Inc. (Tamaqua, PA) que tienen una distribución de partículas media de aproximadamente 19 y una alta resistencia al procesamiento.

Ejemplo 3

El aglutinante polimérico del Ejemplo 1 fue mezclado con el pigmento con efecto color, con laminillas de aluminio del Ejemplo 2, en una cantidad del 8% en peso de aluminio, en base a la composición total de polímero y aluminio. Aunque los datos de la Fig. 1 indican que el polímero puede ser calentado a 48,3°C (119°F), tras la incorporación del pigmento de aluminio a la mezcla polimérica, el límite superior de temperatura para la composición de pigmento resultante es incluso superior, tanto como de 2,8°C a 3,9°C (de 2,8 a 3,9 K, de 5 a 7°F) superior, dependiendo de la concentración de

pigmento con efecto color, con laminillas en la composición de pigmento. En este caso, se encontró que una temperatura de unión de 50,5°C (123°F) era adecuada. A 60 segundos, la unión marginal ha ocurrido, tal como se muestra mediante la reducción en muchas de las partículas finas y una excelente unión ha ocurrido a los 480 segundos o más, tal como se indica mediante el estrechamiento de los picos de la distribución de tamaños de partícula. Este ejemplo demuestra que la temperatura de unión para una composición de pigmento que contiene pigmentos con efecto color, con laminillas, es considerablemente más alta de 1,11°K (2°F) por encima de la T_G de inicio.

Se registran el cambio volumétrico en la distribución de tamaños de partícula tras la unión y el análisis de población de la distribución de tamaños de partícula. Se registra el número de partículas en cada tamaño de partícula tras la unión a 48,9°C (120°F) durante 60, 180, 240, 300, 480 y 540 segundos. Los datos volumétricos están sesgados debido a la alta población de partículas finas en las composiciones unidas. Aunque hay una alta población de partículas finas en estas composiciones, su volumen como un porcentaje del total, es relativamente pequeño y pueden discernirse cambios en el porcentaje de volumen, aunque todavía pequeños. Por el contrario, un análisis del número de partículas que tienen un determinado diámetro de partícula indica, más claramente, el cambio en tamaño de partícula conseguido durante el procedimiento de unión de la presente invención. El conteo de partículas para las composiciones de pigmento tratadas para diversos periodos de tiempo exhibe un cambio en la distribución de tamaños de partícula, desde una composición de un único modo a una composición de dos modos, conforme incrementa el tiempo de unión. Este cambio en la distribución de tamaños de partícula, medido como una base válida de conteo de partículas, de un único modo a dos modos, es indicativo de que el procedimiento de unión ha sido exitoso y que la cantidad de partículas finas están unidas al aglutinante polimérico y, así, son eliminadas efectivamente de la composición global.

Ejemplo 4

Los Ejemplos 1 y 2 fueron repetidos usando un aglutinante polimérico acrílico-uretano, que tenía una T_G de inicio de 47,8°C (118°F), según se determinó mediante una DSC. El pigmento de aluminio, con efecto color, con laminillas, fue añadido a la composición de polímero a 3,5% en peso, en base a la composición de pigmento total. Se registró el estudio volumétrico de la distribución de tamaños de partícula de solo el aglutinante polimérico. Conforme se incrementó la temperatura, se evidenciaron la naturaleza bimodal del aglutinante polimérico y la reducción en partículas finas. Estos datos indican que la unión de partículas finas ocurrió a una temperatura aproximadamente 25% superior a la T_G de inicio. La inclusión de más del 16% de partículas finas, menores de 5 micrómetros, contribuye a la alta temperatura requerida para conseguir la unión de las partículas finas. Se cree que la unión completa ocurrió a 68,9°C (156°F).

Se registró la distribución volumétrica de tamaños de partícula del tratamiento del aglutinante polimérico acrílico uretano con 35% de pigmento con efecto color, con laminillas de aluminio. La temperatura de unión era de 68,9°C (156°F), y las distribuciones de tamaños de partícula fueron ensayadas al comienzo, a 120 segundos y a 240 segundos. Los gráficos para los registros de 120 y 240 muestran una eliminación completa de las partículas finas, según el análisis volumétrico. Sin embargo, tal como se muestra en el análisis de distribución de tamaños de partícula de población, se eliminaron partículas finas adicionales a los 240 segundos, en comparación con los 120 segundos. Consiguientemente, la condición de unión recomendada para este sistema es de 68,9°C (156°F), a 240 segundos.

Ejemplo 5

Una composición industrial de revestimiento en polvo preexistente, que contenía un poliuretano producido a partir de un poliéster que contenía un grupo hidroxilo y un diisocianato de isoforona, fue sometida a un tratamiento adicional de calor, para reunir cualquier partícula fina restante en ese producto. Un análisis de la distribución de tamaños de partícula de la población del revestimiento industrial en polvo, previamente a la reunión, fue registrado y tenía un único modo. La composición industrial de revestimiento en polvo fue calentada en un mezclador mecánico Plasmec, tal como en el Ejemplo 1. Se determinó la T_G de inicio, y, a continuación, la composición fue calentada a incrementos de 1,11°K (2°F) por encima de la T_G de inicio hasta que las partículas finas fueron eliminadas suficientemente. Se muestra que las partículas finas restantes en la composición industrial de revestimiento en polvo fueron eliminadas después de la reunión.

Este procedimiento fue repetido con una composición convencional de revestimiento en polvo para automoción, que contenía el producto de reacción de un poliéster que contenía un grupo ácido carboxílico y una hidroxialquilamida, unidos según la práctica convencional a 1,11°K (2°F) por encima de la T_G de inicio. La composición convencional de revestimiento en polvo para automoción fue reunida calentando a 48,9°C (120°F). Se muestra que el único modo de la composición para automoción, unida previamente, fue cambiado a una distribución de tamaños de partícula con dos modos.

Estos ejemplos de reunión de las composiciones de revestimiento en polvo, que serían consideradas, convencionalmente, que habían sido completamente procesadas, indican que la presente invención puede eliminar adicionalmente las partículas finas e incrementar las fracciones más gruesas de las composiciones de revestimiento en polvo, sin causar ningún efecto negativo al producto final.

Consiguientemente, las realizaciones particulares descritas en detalle en la presente memoria son solo ilustrativas y no son limitativas del alcance de la invención, al cual debe darse toda la amplitud de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de producción de una composición de revestimiento en polvo, que comprende las etapas de:
- 5 i) proporcionar una composición de pigmento que comprende partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, y un aglutinante polimérico, teniendo dicha composición de pigmento una distribución inicial de tamaños de partícula con partículas finas;
- ii) mezclar y calentar la composición de pigmento a una temperatura para conseguir una segunda distribución de tamaños de partícula que carece sustancialmente de partículas finas, en la que dicha temperatura supera en más de 1,11°K a la T_G de dicho aglutinante polimérico, y
- enfriar la composición de pigmento de la etapa (ii) para producir la composición de revestimiento en polvo,
- 10 en la que la distribución de tamaños de partícula se determina como una función de contaje de partículas, teniendo dicha distribución inicial de tamaños de partícula un único modo y teniendo dicha segunda distribución de tamaños de partícula dos modos.
2. Procedimiento según se la reivindicación 1, en el que la temperatura es de un 1% a un 15% superior a la T_G de dicho aglutinante polimérico.
- 15 3. Procedimiento según se la reivindicación 1, en el que el modo de dicha distribución inicial de tamaños de partícula está localizado entre 5 μm y 20 μm y los dos modos de dicha segunda distribución de tamaños de partícula están localizados entre 10 μm y 50 μm .
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dichas partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, comprenden laminillas de metal.
- 20 5. Procedimiento de fabricación de una composición de revestimiento en polvo, que comprende las etapas de:
- (i) proporcionar una composición base que comprende partículas de pigmento no flotantes y un aglutinante polimérico;
- (ii) mezclar la composición base a una temperatura elevada;
- (iii) añadir partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, a la composición base, para producir una composición de pigmento, teniendo la composición de pigmento una distribución inicial de tamaños de partícula con partículas finas;
- 25 (iv) calentar la composición de pigmento a una temperatura, para conseguir una segunda distribución de tamaños de partícula que carece sustancialmente de partículas finas, en la que dicha temperatura es superior en más de 1,11°K a la T_G de dicho aglutinante polimérico;
- (v) mezclar la composición de pigmento producida en la etapa (iv) a dicha temperatura durante un intervalo de tiempo predeterminado; y
- 30 (vi) enfriar la composición de pigmento de la etapa (v) para producir la composición de revestimiento en polvo.
- en el que la distribución de tamaños de partícula se determina como una función de un contaje de partículas, teniendo dicha distribución inicial de tamaños de partícula un único modo y teniendo dicha segunda distribución de tamaños de partícula dos modos.
- 35 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que la temperatura es un 1-15% superior a la T_G de dicho aglutinante polimérico.
7. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el modo de dicha distribución inicial de tamaños de partícula está localizado entre 5 μm y 20 μm y los dos modos de dicha segunda distribución de tamaños de partícula están localizados entre 10 μm y 50 μm .
- 40 8. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que dichas partículas de pigmento con efecto color, con laminillas, comprenden laminillas de metal.
9. Composición de revestimiento en polvo, obtenible según el procedimiento o proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la distribución de tamaños de partícula se determina como una función de un contaje de partículas, teniendo dicha distribución inicial de tamaños de partícula un único modo y teniendo dicha segunda distribución de tamaños de partícula dos modos.
- 45

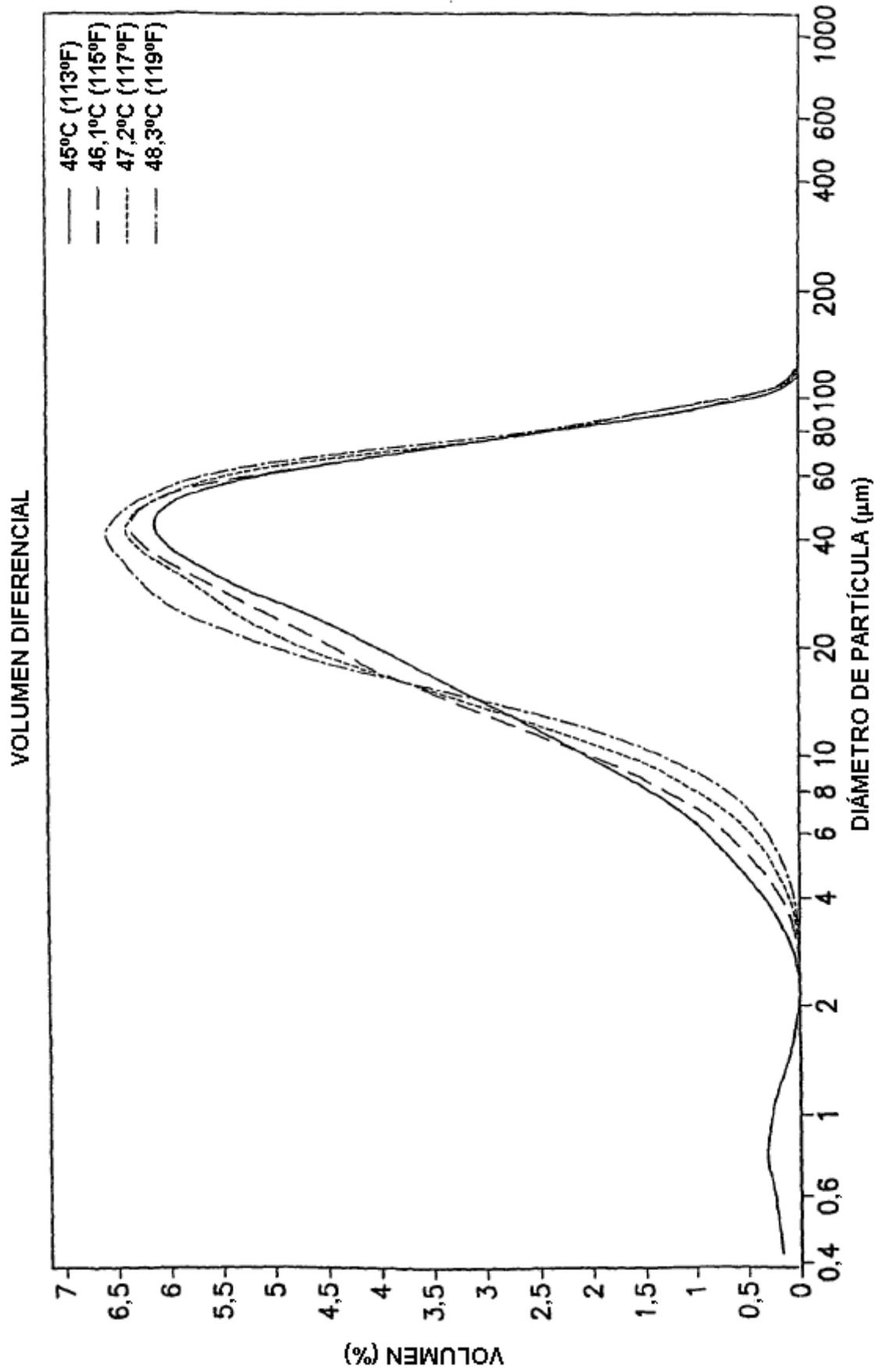


FIG.1