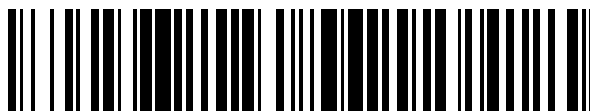


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 374 826**

51 Int. Cl.:
C09D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05824625 .7**
- 96 Fecha de presentación: **08.12.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1833926**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.09.2007**

54 Título: **COMPOSICIÓN ADECUADA PARA UNA COMPOSICIÓN DE REVESTIMIENTO EN POLVO QUE COMPRENDE AL MENOS UNA RESINA Y AL MENOS UN DISPERSANTE.**

30 Prioridad:
24.12.2004 EP 04078582

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.02.2012

73 Titular/es:
**DSM IP ASSETS B.V.
HET OVERLOON 1
6411 TE HEERLEN, NL**

72 Inventor/es:
**MOLHOEK, Leendert, Jan;
BOLKS, Jurjen y
BEETSMA, Jochum**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 374 826 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

Composición adecuada para una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un dispersante

5 La invención se refiere a una composición adecuada para una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un dispersante. La invención se refiere además a un procedimiento para preparar tal composición, a una composición de revestimiento en polvo, al revestimiento y a un sustrato revestido con el revestimiento en polvo.

10 Las composiciones de revestimiento en polvo casi siempre contienen una cierta cantidad de pigmentos para alcanzar los requisitos estéticos. Como se sabe en el campo del revestimiento en polvo, es imposible incluir niveles elevados de pigmentos en la composición de revestimiento. Un nivel elevado de pigmento siempre da lugar a un aspecto inaceptable del revestimiento curado final. Por ejemplo, el flujo, el brillo y la turbidez se deterioran. Por lo tanto, nunca ha sido posible incluir grandes cantidades de pigmento en la composición de revestimiento. Con "nivel elevado" se quiere decir aquí niveles de aproximadamente más de 40-50% p/p (cantidad de pigmento en la composición de revestimiento).

15 En el documento US 6.669.984 se describe una composición de revestimiento en polvo que comprende un aglutinante a base de polvo, un pigmento y un agente tensioactivo. El aglutinante consiste en la combinación de una resina y un agente de reticulación. El documento US 6.669.984 procura mejorar la resistencia del color sin sacrificar demasiado otras propiedades físicas. En una etapa de mezclado y de extrusión, el aglutinante se combina con un pigmento y un agente tensioactivo. Aplicando este procedimiento, el documento US 6.669.984 es capaz de
20 incorporar hasta 50% de pigmento en la mezcla de revestimiento que consiste en el aglutinante, el pigmento y el agente tensioactivo.

Una desventaja del documento US 6.669.984 es que, con mayores niveles de pigmento, el revestimiento final tiene un aspecto inaceptable. Sin embargo, puesto que algunas veces es necesario o deseable incorporar más de 50% de pigmento en la composición de revestimiento sin deteriorar la turbidez, se ha de encontrar una solución a este problema. Un ejemplo de la necesidad de una carga de pigmento mayor que 50% es cuando se aplican sólo capas delgadas de la composición de revestimiento, con lo que todavía es necesario alcanzar los requisitos deseables y específicos tales como, por ejemplo, un elevado "poder de ocultamiento".

Es un objeto de la presente invención superar esta desventaja. Esto se alcanza mediante una composición adecuada para una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un dispersante, por medio de lo cual el dispersante se añade durante la síntesis de la resina o mientras que la resina abandona el reactor. Con "reactor" se quiere decir aquí y en lo sucesivo el reactor en el que se sintetiza la resina. Se ha encontrado sorprendentemente que una composición de revestimiento en polvo que comprende la composición según la presente invención no muestra ningún incremento significativo en la cantidad de turbidez cuando se añade más de 50% p/p de pigmento.

35 Una ventaja adicional de la composición según la invención es que el flujo de una composición de revestimiento en polvo que comprende la composición según la invención es generalmente mejor que una composición de revestimiento en polvo conocida en la técnica anterior. Adicionalmente, el brillo y la procesabilidad de la composición de revestimiento en polvo mejoran cuando se usa la composición según la invención.

40 La composición según la invención comprende al menos una resina y al menos un dispersante. La naturaleza de la resina no es particularmente crítica; se puede usar una amplia variedad de resinas en la composición. La naturaleza de la resina en la composición adecuada para una composición de revestimiento en polvo estará guiada prácticamente por la naturaleza del revestimiento deseado y su aplicación. Por ejemplo, las aplicaciones para exteriores harán probablemente necesario usar otras resinas distintas de las de aplicaciones para interiores. Los ejemplos de resinas adecuadas se eligen de la lista que comprende resina de poliéster, resina uretánica, resina epoxídica, resina acrílica, resina fenólica, resina de poliesteramida, y combinaciones de cualquiera de ellas. La resina de poliéster puede ser saturada o insaturada. Preferiblemente, la resina es una resina de poliéster, una resina acrílica, una poliesteramida, una resina epoxídica, o una combinación de cualquiera de ellas. Muy preferiblemente, la resina es una resina de poliéster, una resina acrílica, una poliesteramida, o una combinación de cualquiera de ellas.

45 La resina tendrá generalmente algunos grupos funcionales a través de los cuales la resina puede reaccionar con un agente de reticulación, con lo que se formará una red. Los ejemplos de grupos funcionales adecuados son grupos carboxilo, hidroxilo, epoxi, amino, y combinaciones de cualquiera de ellos. Preferiblemente, están presentes en la resina grupos carboxilo o hidroxilo.

50 La composición según la invención comprende, además de la resina, al menos un dispersante. Los dispersantes también se denominan algunas veces como "agentes dispersantes". Con "dispersante" se quiere decir aquí y en lo sucesivo un aditivo que incrementa la estabilidad de un polvo en otro medio. Con "aditivo" se quiere decir aquí y en lo sucesivo una sustancia que se añade generalmente en una pequeña cantidad, y que tiene un efecto químico o tecnológico particular. El "otro medio" puede ser también otro polvo, en tanto que su naturaleza química sea diferente de la naturaleza del primer polvo. El polvo puede ser, por ejemplo, un polvo de pigmento, que necesita ser

dispersado en una resina en polvo como medio. El medio es el componente que está presente en mayor cantidad en comparación con la cantidad del polvo (cantidad en una base en peso).

5 La naturaleza del dispersante no es particularmente crítica, y su elección dependerá principalmente de la interacción con los otros componentes en la composición. Los ejemplos adecuados de dispersantes son compuestos que comprenden tanto un grupo "afín al pigmento" como un grupo "afín a la resina". Los ejemplos del grupo "afín al pigmento" son grupos de éster de ácido fosfórico y grupos de ácido sulfónico. Con grupo "afín al pigmento" se quiere decir un grupo químico que, debido a su carácter, tiene una mayor afinidad por el pigmento, en comparación con la resina. Con grupo "afín a la resina" se quiere decir un grupo químico que, debido a su carácter, tiene una mayor afinidad con la resina, en comparación con el pigmento. Los ejemplos de los grupos "afines a la resina" son cadenas de poliéster, acrilato o uretano. La cantidad de dispersante es generalmente al menos 0,01% p/p, y generalmente como máximo 10% p/p (basado en la cantidad de dispersante en la resina). La cantidad de dispersante es preferiblemente al menos 0,1% p/p, más preferiblemente al menos 0,3% p/p. La cantidad de dispersante es preferiblemente como máximo 5% p/p, más preferiblemente como máximo 3% p/p, lo más preferible como máximo 1,5% p/p. Un intervalo preferido es 0,1-5% p/p, más preferiblemente 0,3-3% p/p.

15 El dispersante puede ser un sólido o líquido a temperatura ambiente. Preferiblemente, el dispersante es un sólido a temperatura ambiente.

La resina es un sólido a temperatura ambiente. La temperatura vítrea (T_g) de la resina está en o por encima de 20°C. Preferiblemente, la T_g está por encima de 35°C, más preferiblemente por encima de 45°C. La T_g se determina mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC) a una velocidad de calentamiento de 5°C/min.

20 La composición según la invención que comprende al menos una resina y al menos un dispersante se prepara añadiendo el dispersante durante la síntesis de la resina, o mientras que la resina abandona el reactor. Con "durante la síntesis de la resina" se quiere decir que el dispersante se añade después de que ha comenzado la síntesis de la resina, pero antes de que la resina abandone el reactor de síntesis. Generalmente, la resina se enfriará parcial o completamente antes de que abandone el reactor de síntesis. Preferiblemente, la resina se enfría parcialmente antes de abandonar el reactor. El dispersante se añade preferiblemente a la resina mientras que la resina se enfría parcialmente pero cuando todavía está en el reactor.

La composición preparada de esta manera tiene propiedades nuevas y muy ventajosas que están muy bien reflejadas por las propiedades del revestimiento final que se pueden obtener después de curar una composición de revestimiento en polvo que comprende la composición según la invención. El revestimiento así obtenido, procedente de la composición de revestimiento en polvo que comprende la composición según la invención y al menos un pigmento, presenta una turbidez mucho menor que un revestimiento que se obtiene después de curar la misma composición de revestimiento en polvo sin ningún dispersante. El revestimiento obtenido, procedente de la composición de revestimiento en polvo que comprende la composición según la invención y al menos un pigmento, también presenta una turbidez mucho menor que un revestimiento que se obtiene de una composición de revestimiento en polvo que se prepara de forma diferente, por ejemplo mezclando el aglutinante, el aditivo y el pigmento en una extrusora, o usando una premezcladora junto con una extrusora, a la vez que se mantienen iguales todas las otras condiciones para preparar el revestimiento.

Con turbidez se quiere decir el aspecto o apariencia nebulosa o turbia de una muestra de otro modo transparente provocado por la luz dispersada desde la muestra o desde sus superficies (según ASTM D 883-00). La turbidez se determina con un aparato Byk-Gardner medidor de la turbidez y brillo, bien conocido en la técnica.

La propia resina se puede preparar de maneras conocidas por la persona experta en la técnica; véase, por ejemplo, "Powder Coatings, Chemistry and Technology" por T.A. Mises, John Wiley and Sons, 1991, todo el libro en general y el Capítulo 2 en particular, que se incorpora aquí como referencia. El dispersante se añade durante la síntesis de la resina, o mientras que la resina abandona el reactor. En la primera situación, en la que el dispersante se añade mientras que la resina todavía está en el reactor, el dispersante se añade ventajosamente justo antes de que la resina abandone el reactor. Con "justo antes de que la resina abandone el reactor" se quiere decir el momento de tiempo en el que la resina tiene ya todas las propiedades predeterminadas y está esperando más o menos a abandonar el reactor. Preferiblemente, el dispersante se añade durante un intervalo de tiempo que es 10% del tiempo de reacción, que precede al abandono del reactor. De este modo, cuando la reacción tarda 2 horas para terminar la reacción hasta que se alcanzan todas las propiedades predeterminadas, entonces el dispersante se añade preferiblemente 12 minutos antes de abandonar el reactor.

La otra situación de añadir el dispersante a la resina es "cuando la resina abandona el reactor". Ésta se puede alcanzar, por ejemplo, usando una mezcladora en línea, lo que es bien conocido por la persona experta en la técnica de síntesis de resinas. Las mezcladoras en línea están disponibles, por ejemplo, de Sulzer Chemtech.

55 En el caso de que se use una mezcla de resinas, el dispersante se puede añadir a una de las resinas o a ambas separadamente, mediante un procedimiento según la invención.

La composición según la invención se puede usar ventajosamente en una composición de revestimiento en polvo. Una composición de revestimiento en polvo comprende generalmente una resina, un reticulante, un pigmento y un

dispersante. Adicionalmente se pueden añadir otros componentes a la composición de revestimiento en polvo, por ejemplo agentes de control del flujo, catalizadores, cargas, estabilizantes de la luz, biocidas, y agentes desgasificantes.

5 Con "composición de revestimiento en polvo" se quiere decir aquí y en lo sucesivo una composición sólida que es adecuada para la aplicación como un polvo sobre un sustrato. Con "sólido" se quiere decir aquí y en lo sucesivo un compuesto que es sólido a temperatura ambiente a presión atmosférica. La temperatura vítrea (T_g) de la composición de revestimiento en polvo está en o por encima de 20°C. Preferiblemente, la T_g está por encima de 35°C, más preferiblemente por encima de 45°C. La T_g se determina mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC), a una velocidad de calentamiento de 5°C/min.

10 La presente invención también se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición que comprende al menos una resina y al menos un dispersante, en el que la resina se prepara en un reactor, y en el que el dispersante se añade antes de que la resina abandone el reactor, o mientras abandona el reactor.

15 La presente invención también se refiere a una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un reticulante, en la que está presente al menos un dispersante en la composición, y en la que el dispersante se añade durante la síntesis de la resina o mientras la resina abandona el reactor. La composición de revestimiento en polvo según la invención resulta después de curar un revestimiento con propiedades mejoradas con respecto a turbidez, brillo y procesabilidad, en comparación con una composición de revestimiento en polvo en la que el dispersante se añade a la resina en otro punto de tiempo. La composición de revestimiento en polvo según la presente invención comprende preferiblemente al menos un pigmento.

20 La presente invención también se refiere a un revestimiento obtenido reticulando la composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un reticulante, en el que está presente al menos un dispersante en la composición, y en el que el dispersante se añade durante la síntesis de la resina o mientras que la resina abandona el reactor. La presente invención también se refiere a un sustrato completa o parcialmente
25 revestido con una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un reticulante, en el que está presente al menos un dispersante en la composición, y en el que el dispersante se añade durante la síntesis de la resina o mientras que la resina abandona el reactor.

El reticulante presente en la composición de revestimiento en polvo no es particularmente crítico. La naturaleza del reticulante se determina por la naturaleza de los grupos funcionales en la resina. Los grupos funcionales en el reticulante deben de ser capaces de reaccionar con los grupos funcionales en la resina. Los ejemplos de reticulantes
30 son resinas epoxídicas, poliaminas, isocianatos, aminorresinas, poliácidos carboxílicos, anhídridos de ácidos, polifenoles, compuestos similares a Primid®, y combinaciones de cualesquiera de ellos.

Dependiendo de la naturaleza de los grupos funcionales en la resina, el reticulante se elegirá para reaccionar con los grupos funcionales de la resina. La composición que comprende al menos la resina y el reticulante se curará. Este procedimiento de curado es bien conocido por la persona experta en la técnica de obtención de revestimientos. Los
35 ejemplos de procedimientos de curado son curado térmico, curado con radiación electromagnética, tal como, por ejemplo, curado mediante UV o con haces de electrones. Dependiendo de la naturaleza de los grupos funcionales, también es posible usar dos (curado dual) o más tipos de procedimientos de curado.

El pigmento presente en la composición de revestimiento en polvo puede ser de naturaleza inorgánica u orgánica. Con "pigmento" se quiere decir aquí y en lo sucesivo una sustancia que consiste en partículas, que es prácticamente
40 insoluble en el aglutinante, y se usa como colorante (DIN 55943). Un colorante es una sustancia que da color. Con "aglutinante" se quiere decir la combinación de resina y reticulante. Los pigmentos adecuados para uso en la composición de revestimiento según la invención y en la composición de revestimiento en polvo son, por ejemplo, pigmentos blancos, pigmentos coloreados, pigmentos negros, pigmentos con efectos especiales, y pigmentos fluorescentes. Generalmente, el pigmento puede estar presente en una composición de revestimiento, y más
45 específicamente en una composición de revestimiento en polvo, en una cantidad de 1-50% p/p. Sin embargo, el pigmento puede estar presente en una composición de revestimiento en polvo que comprende la composición según la invención en incluso mayores cantidades, por ejemplo hasta 90% p/p, preferiblemente entre 50 y 85% p/p, más preferiblemente por encima de 60% p/p, sin embargo preferiblemente menor que 80% p/p.

La presente invención también se refiere a una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una
50 resina, al menos un reticulante, al menos un pigmento y al menos un dispersante, en la que la composición de revestimiento en polvo, después del curado, tiene una turbidez menor que la misma composición en ausencia de cualquier dispersante. Preferiblemente, la composición de revestimiento en polvo tiene, después del curado, una turbidez que es 25% menor que la turbidez de la misma composición de revestimiento en polvo curada en ausencia de cualquier dispersante. La menor turbidez obtenible después de curar una composición de revestimiento en polvo según la invención se alcanza a niveles tanto elevados como bajos de pigmento. Sin embargo, ventajosamente se
55 alcanza con una composición que contiene más de 40% (p/p) de pigmento. Preferiblemente con más de 50% p/p, más preferiblemente entre 50 y 85% p/p, incluso más preferiblemente por encima de 60% p/p, sin embargo preferiblemente menor que 80% p/p.

La presente invención también se refiere a un sustrato completa o parcialmente revestido con una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina, al menos un reticulante, al menos un pigmento y al menos un dispersante, en el que la composición de revestimiento en polvo, después del curado, tiene una turbidez menor que la misma composición en ausencia de cualquier dispersante.

- 5 La presente invención también se refiere a un revestimiento obtenido después de curar una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina, al menos un reticulante, al menos un pigmento y al menos un dispersante, en el que el revestimiento tiene una turbidez menor que el revestimiento obtenido después de curar la misma composición de revestimiento en polvo en ausencia de cualquier dispersante.

10 En la gráfica 1 se representa, por ejemplo, la influencia del momento de adición del dispersante a la resina, y de este modo de la invención. En esta gráfica se muestra que el parámetro “turbidez” aumenta abruptamente después de un cierto valor de la carga de pigmento (determinado como peso de pigmento por peso de composición de revestimiento). Se puede observar de la gráfica 1 que, cuando no se añade en absoluto ningún dispersante (representado por la curva etiquetada “estándar de Uralac® P865”), el incremento abrupto en el valor de la turbidez se produce a aproximadamente 45% p/p (Uratac® P865 es un poliéster funcionalizado con carboxilo, comercialmente disponible, vendido por DSM Coating Resins, Países Bajos). La adición de un dispersante comercialmente disponible (Disperbyk® 180, vendido por BYK Chemie International) en la premezcla da como resultado un desplazamiento del incremento abrupto hacia aproximadamente el 49% p/p. Con “en la premezcla” se denomina al momento cuando se añade el dispersante, esto es, el dispersante se añade junto con los otros componentes que constituyen la composición de revestimiento, incluyendo la resina, en una extrusora. De este modo, el dispersante se añade solamente en un momento cuando la resina ha dejado desde ya hace mucho el reactor de síntesis de la resina. Cuando el mismo dispersante se añade exactamente en exactamente la misma cantidad pero en el momento cuando se sintetiza la resina, el incremento abrupto en la turbidez se desplaza hacia arriba hacia cargas de pigmento mayores.

La invención se elucidará adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitantes.

25 EJEMPLOS

Preparación de la composición de resina

30 Para la preparación de la composición de resina, primero se sintetizaron resinas de poliéster. Uralac® P865 es un poliéster carboxifuncional, disponible de DSM Coating Resins, con un intercalo de índice de acidez AV = 33-37 mg de KOH/g, Tg = 56°C. Uralac® P 4050 es un poliéster carboxifuncional, disponible de DSM Coating Resins, con un intercalo de índice de acidez AV = 68-76 mg de KOH/g, Tg = 58°C. El índice de acidez es la cantidad de KOH que es necesaria para neutralizar los constituyentes ácidos en 1 gramo de resina. Uralac® P 1580 es un poliéster hidroxifuncional, disponible de DSM Coating Resins, con un intercalo de índice de hidroxilo (OHV) = 75-95 mg de KOH/g, el índice de acidez es como máximo 10 mg de KOH/g, Tg = 51°C. El índice de hidroxilo se calcula a partir del valor de delta (DV) y el índice de acidez (AV). El valor delta es la diferencia entre el índice de hidroxilo y el índice de acidez de una resina, expresado en mg de KOH/g de resina. Los grupos hidroxilo se acetilan con una cantidad conocida de anhídrido acético. El anhídrido en exceso se hidroliza durante una predosis de disolución de valoración. El ácido acético formado se valora con una disolución acuosa de hidróxido potásico, junto con los grupos ácidos. La diferencia entre el blanco y la muestra determina el valor de delta (DV).

40 Las resinas de poliéster se sintetizaron mediante esterificación directa a un intervalo de temperatura entre 220°C y 270°C. Después de la síntesis, las resinas de poliéster se dividieron cada una en dos partes, procesándose después en resinas A, B (Uralac® P 865), C, D (Uralac® P 4050) y E, F (Uralac® P 1580), respectivamente.

Resina A

Una resina de poliéster sin modificar Uralac® P 865 se enfrió en el reactor de síntesis hasta una temperatura de 180°C. Después, la resina abandonó el reactor y se enfrió posteriormente hasta la temperatura ambiente.

45 Resina B

Al final de la síntesis de la resina de poliéster de Uralac® P 865, la resina se dejó enfriar hasta una temperatura de 180°C, mientras todavía estaba en el reactor de síntesis. Después de alcanzar 180°C, se añadió 2% p/p (cantidad de dispersante en la resina) de Disperbyk® 180 (Byk Chemie International) a la Uralac® P 865, mientras estaba en el reactor. La composición se agitó durante 15 minutos a 180°C. Después, la composición abandonó el reactor y se enfrió posteriormente hasta la temperatura ambiente.

Resina C

Una resina de poliéster sin modificar Uralac® P 4050 se enfrió en el reactor de síntesis hasta una temperatura de 180°C. Después, la resina abandonó el reactor y se enfrió posteriormente hasta la temperatura ambiente.

Resina D

Al final de la síntesis de la resina de poliéster de Uralac® P 4050, la resina se dejó enfriar hasta una temperatura de 180°C, mientras todavía estaba en el reactor de síntesis. Después de alcanzar 180°C, se añadió 2% p/p (cantidad de dispersante en la resina) de Disperbyk® 180 (Byk Chemie International) a Uralac® P 4050. La composición se agitó durante 15 minutos a 180°C. Después, la composición abandonó el reactor y se enfrió posteriormente hasta la temperatura ambiente.

Resina E

Una resina de poliéster sin modificar Uralac® P 1580 se enfrió en el reactor de síntesis hasta una temperatura de 180°C. Después, la resina abandonó el reactor y se enfrió posteriormente hasta la temperatura ambiente.

10 Resina F

Al final de la síntesis de la resina de poliéster de Uralac® P 1580, la resina se dejó enfriar hasta una temperatura de 180°C, mientras todavía estaba en el reactor de síntesis. Después de alcanzar 180°C, se añadió 5% p/p (cantidad de dispersante en la resina) de Disperbyk® 180 (Byk Chemie International) a Uralac® P 1580. La composición se agitó durante 15 minutos a 180°C. Después, la composición abandonó el reactor y se enfrió posteriormente hasta la temperatura ambiente.

Ejemplos I, II, III, IV y Experimentos Comparativos A1, A2, B1, B2, C1, C2, D1, y D2

Se formularon composiciones de revestimiento en polvo pigmentadas en blanco, que contienen los siguientes ingredientes, como se describe en la Tabla 1 y 2 (las cantidades se dan en partes en peso). En los Experimentos Comparativos indicados con un índice "1", no se añade ningún dispersante en absoluto. En los Experimentos Comparativos indicados con un índice "2", el dispersante se añade separadamente en una premezcladora junto con los otros componentes (esto también se denominará como "dispersante externo"). Los ejemplos según la invención también se denominarán como "dispersante interno".

Tabla 1

	Exp. Comp. A-1; sin dispersante	Exp. Comp. A-2; dispersante externo	Ejemplo I; dispersante interno	Exp. Comp. B-1; sin dispersante	Exp. Comp. B-2; dispersante externo	Ejemplo II; dispersante interno
Resina A	190	190		133	133	
Resina B			190			133
Primid® XL-552; reticulante	10	10	10	7	7	7
Disperbyk® 180; dispersante		3,8			2,66	
Kronos® 2160; pigmento blanco	100	100	100	168	168	168
Resiflow® PV 5; aditivo de flujo	3	3	3	3,08	3,08	3,08
Benzoína; agente desgasificante	0,833	0,833	0,833	0,56	0,56	0,56

Tabla 2

	Exp. Comp. C-1; sin dispersante	Exp. Comp. C-2; dispersante externo	Ejemplo III; dispersante interno	Exp. Comp. D-1; sin dispersante	Exp. Comp. D-2; dispersante externo	Ejemplo IV; dispersante interno
Resina C	102	102		71,4	71,4	
Resina D			102			71,4
Araldite® GT 7004	98	98	98	68,6	68,6	68,6
Disperbyk® 180		2,04			1,43	
Kronos® 2160	100	100	100	168	168	168
Resiflow® PV 5	3	3	3	3,08	3,08	3,08
Benzoína	1,5	1,5	1,5	1,05	1,05	1,05

Primid es una marca registrada de EMS Chemie

Disperbyk es una marca registrada de BYK Chemie International

5 Kronos es una marca registrada de Kronos Europe

Resiflow es una marca registrada de Worlee-chemie GmbH

Araldite es una marca registrada de Huntsman Advanced Materials (Europa)

10 Los ingredientes se mezclaron en una premezcladora (Kinematica Blender Microtron MB 550), se homogeneizaron y se extruyeron en una extrusora Prism de doble tornillo (Prism TSE 16 PC (200 rpm, 120°C)). El extrusado se molió (Retsch ZM 100 (18000 rpm)) y se tamizó (Retsch vibro (90 µm)) hasta un polvo con un tamaño de partículas menor que 90 µm. Los polvos se pulverizaron electrostáticamente sobre un sustrato de aluminio (AL-46). Los sustratos revestidos se curaron durante 10 minutos a 180°C. En la Tabla 3 y 4 se dan las propiedades de los sustratos revestidos resultantes.

Tabla 3

	Exp. Comp. A-1; sin dispersante	Exp. Comp. A-2; dispersante externo	Ejemplo I; dispersante interno	Exp. Comp. B-1; sin dispersante	Exp. Comp. B-2; dispersante externo	Ejemplo II; dispersante interno
Turbidez	32	74	21	291	189	45
Brillo 20°	88	87	90	62	70	78
Brillo 60°	96	97	96	89	90	87
Flujo	6	5	7,5	2	2	6
Impacto 60ip / 50 µm inicial	pasa	2 grietas	Pasa	pasa	pasa	pasa
Tiempo de gel a 200°C, s	150	177	180	130	140	160
Estabilidad al calor (b*)						
b* inicial	0,5	0,5	0,3	0,6	1	0,6
b* 60'220°C	0,9	1,5	1	1	4	1,1

ES 2 374 826 T3

	Exp. Comp. A-1; sin dispersante	Exp. Comp. A-2; dispersante externo	Ejemplo I; dispersante interno	Exp. Comp. B-1; sin dispersante	Exp. Comp. B-2; dispersante externo	Ejemplo II; dispersante interno
db* 60'220°C	0,5	0,9	0,7	0,4	3	0,5
b* 10'240°C	0,7	2	0,9	1,1	2,4	1,3
db* 10'240°C	0,3	1,4	0,6	0,5	1,3	0,7

Tabla 4

	Exp. Comp. C-1; sin dispersante	Exp. Comp. C-2; dispersante externo	Ejemplo III; dispersante interno	Exp. Comp. D-1; sin dispersante	Exp. Comp. D-2; dispersante externo	Ejemplo IV; dispersante interno
Turbidez ¹	64	69	73	513	479	155
Brillo 20°	93	90	93	44	18	77
Brillo 60°	101	98	99	88	63	93
Flujo ²	7	6	7	1	1	3
Impacto ³ 60 ip / 50 μm después de 1 día	pasa	pasa	pasa	falla	falla	pasa
Tiempo de gel a 200°C, s ⁴	135	90	92	190	145	115
Estabilidad al calor (b*) ⁵						
b* inicial	0,4	1	0,8	0,7	1,5	0,3
b* 60'220°C	0,8	1,4	1,1	1,1	3,1	0,7
db* 60'220°C	0,4	0,4	0,3	0,4	1,6	0,4
b* 10'240°C	1,2	1,6	1,6	1,3	3,2	0,8
db* 10'240°C	0,8	0,6	0,8	0,6	1,7	0,5

¹ Las propiedades de turbidez y brillo del revestimiento en polvo se miden con un medidor de turbidez y brillo Byk Gardner a un grosor de capa de 60 μm. Es preferible un valor bajo de la turbidez, y es preferible un valor elevado del brillo.

² El flujo se determina visualmente en comparación con paneles de PCI, y se puntúa con un valor entre 1-10, con 10 = el mejor

³ ASTM D2794

⁴ DIN 55 990

⁵ Las propiedades de color del revestimiento en polvo se pueden expresar en un valor de b*, medido con un medidor Dr Lange Micro Color Meter, medido a un grosor de capa de 60 μm según ISO 7724. Cuanto más próximo a cero esté el valor de b*, mejor.

5 Los resultados muestran que la adición de un agente dispersante del pigmento en el reactor de síntesis de la resina (ejemplo I-IV) da mejores propiedades que la ausencia de adición o la adición de un agente dispersante del pigmento en la premezcla del revestimiento en polvo (Experimentos Comparativos). Con la adición de un agente dispersante del pigmento en el reactor de síntesis de la resina, se puede obtener una composición de revestimiento con propiedades aún no conocidas en la técnica, lo que hace posible aplicar mayores cargas de pigmento a la vez que no se ve afectado el aspecto del revestimiento.

También se llevó a cabo el mismo tipo de experimentos como se describe anteriormente con un poliéster hidroxifuncional (Uralac® P 1580), cuya preparación se describe anteriormente.

Ejemplos V y VI y Experimentos Comparativos E1, E2, F1 y F2

- 5 Se formularon composiciones de revestimiento en polvo pigmentadas en blanco que contienen los siguientes ingredientes como se describe en la Tabla 5 (las cantidades se dan en partes en peso).

Tabla 5

	Exp. Comp. E-1; sin dispersante	Exp. Comp. E-2; dispersante externo	Ejemplo V; dispersante interno	Exp. Comp. F-1; sin dispersante	Exp. Comp. F-2; dispersante externo	Ejemplo VI; dispersante interno
Resina E	142	142		85	85	
Resina F			142			85
Vestagon® B 1530; reticulante	58	58	58	36,43	36,43	36,43
Disperbyk® 180		2,04			4,3	
Kronos® 2160	100	100	100	188,5	188,5	188,5
Resiflow® PV 5	3	3	3	3,10	3,10	3,10
Benzoína	1,5	1,5	1,5	0,91	0,91	0,91
Vestagon es una marca comercial de Degussa AG						

Los sustratos revestidos se prepararon de la misma manera como se describe anteriormente. En la Tabla 6 se dan las propiedades de los sustratos revestidos resultantes.

10

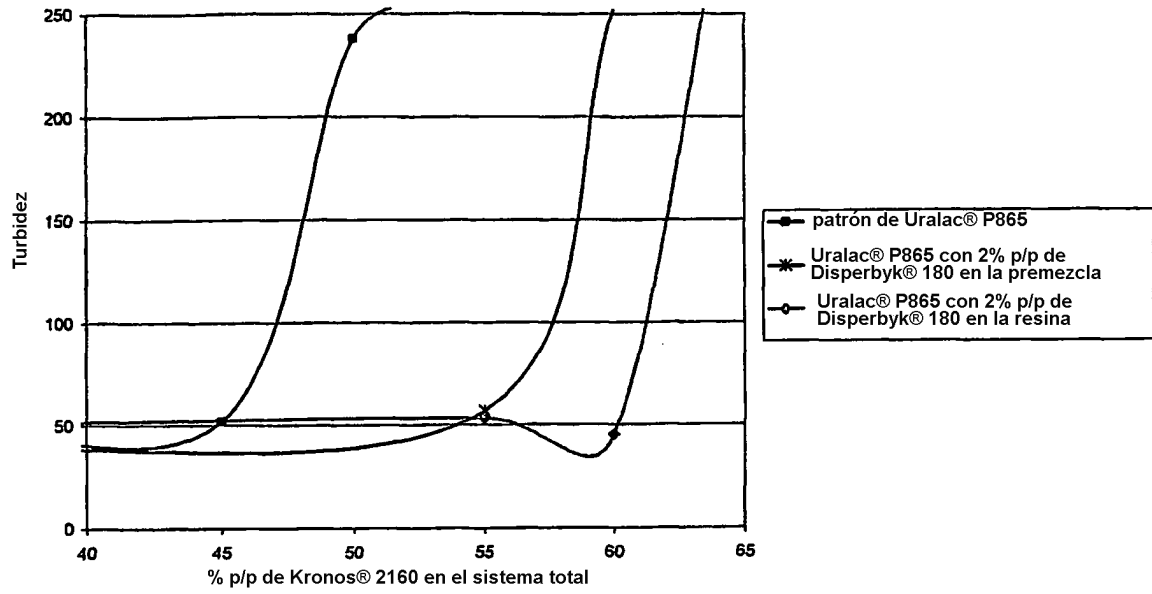
Tabla 6

	Exp. Comp. E-1; sin dispersante	Exp. Comp. E-2; dispersante externo	Ejemplo V; dispersante interno	Exp. Comp. F-1; sin dispersante	Exp. Comp. F-2; dispersante externo	Ejemplo VI; dispersante interno
Turbidez ¹	76	155	76	145	255	140
Brillo 20°	76	71	76	60	50	60
Brillo 60°	89	90	90	82	81	83
Flujo ²	8	3	9	3	2	5,5

- 15 Los resultados muestran que la adición de un agente dispersante de pigmento en el reactor de síntesis de la resina mejora el flujo de la composición de revestimiento final sin deteriorar la turbidez ni el brillo. Comparando esto con la situación en la que se añade el dispersante sólo después de la síntesis, o incluso no se añade, está claro que se mejora el resultado global, mientras que es posible incorporar niveles elevados de pigmento. De este modo, la composición obtenida según el procedimiento tiene propiedades aún no conocidas en la técnica, lo que hace posible usar cargas elevadas de pigmento a la vez que se retienen o se mejoran las otras propiedades.

Gráfica 1: Influencia de dispersante sobre la cantidad de pigmento en relación con la turbidez del revestimiento final

Efecto de dispersante sobre la carga de pigmento Uralac® P865



REIVINDICACIONES

1. Composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina y al menos un reticulante, caracterizado porque la resina se prepara en un reactor, y está presente al menos un dispersante en la composición.
- 5 2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada porque la resina se elige de la lista que comprende resina de poliéster, resina acrílica, poliesteramida, resina epoxídica, o una combinación de cualquiera de ellas.
3. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, caracterizada porque la resina tiene una temperatura de transición vítrea, Tg, por encima de 35°C, preferiblemente por encima de 45°C.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizada porque la composición comprende al menos un pigmento.
- 10 5. Composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina, al menos un reticulante, al menos un pigmento y al menos un dispersante, en la que la composición de revestimiento en polvo, después del curado, tiene una turbidez menor que la misma composición en ausencia de cualquier dispersante.
- 15 6. Composición según la reivindicación 5, caracterizada porque la turbidez de la composición de revestimiento en polvo que comprende el dispersante es 25% menor que la turbidez de la misma composición de revestimiento en polvo en ausencia de cualquier dispersante.
7. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 6-8, caracterizada porque la menor turbidez se alcanza para una composición que contiene más de 40% (p/p) de pigmento.
8. Revestimiento obtenido reticulando la composición de revestimiento en polvo según cualquiera de las reivindicaciones 1-7.
- 20 9. Revestimiento obtenido después de curar una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina, al menos un reticulante, al menos un pigmento y al menos un dispersante, y en el que el dispersante se añade a la resina justo antes de que la resina abandone el reactor o mientras que la resina abandona el reactor, en el que el revestimiento tiene una turbidez menor que el revestimiento obtenido después de curar la misma composición de revestimiento en polvo en ausencia de cualquier dispersante.
- 25 10. Sustrato completa o parcialmente revestido con una composición de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7.
- 30 11. Procedimiento para la preparación de una composición de revestimiento en polvo que comprende al menos una resina, al menos un reticulante y al menos un dispersante, caracterizado porque la resina se prepara en un reactor, y porque el dispersante se añade a la resina justo antes de que la resina abandone el reactor o mientras que la resina abandona el reactor.