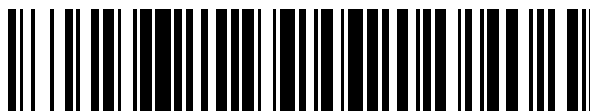


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 394 192**

51 Int. Cl.:

C08L 67/00 (2006.01)

C09D 5/03 (2006.01)

C09D 167/00 (2006.01)

C09D 167/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.03.2010 E 10710059 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **01.02.2012 EP 2411459**

54 Título: **Composición de revestimiento en polvo que comprende un poliéster y una beta-hidroxiálquilamida como agente de reticulación**

30 Prioridad:

27.03.2009 EP 09156530

27.03.2009 EP 09156535

27.03.2009 EP 09156537

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.01.2013

73 Titular/es:

DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)

Het Overloon 1

6411 TE Heerlen, NL

72 Inventor/es:

BUIJSSEN, PAULUS, FRANCISCUS, ANNA;

PAAUWE, JOHANNES, MARIUS;

POSTHUMA VAN TENT, CINDERELLA;

VERHOEF, HENDRIK, JOHANNES y

CUIJPERS, JUUL

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 394 192 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 de revestimiento en polvo que comprende un poliéster y una beta-hidroxiálquilamida como agente de reticulación

5 La presente invención se refiere a una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un poliéster con grupos funcionales capaces de reaccionar con grupos β -hidroxiálquilamida, y un compuesto que tiene grupos β -hidroxiálquilamida.

10 La invención también se refiere a un revestimiento en polvo obtenido mediante curado, preferiblemente curado térmico, de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo mencionada anteriormente, a un revestimiento en polvo preparado a partir de dicha composición termoendurecible de revestimiento en polvo, y a un sustrato parcial o completamente revestido con el revestimiento en polvo. La invención también se refiere al uso de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo para revestir sustratos. La invención también se refiere a un procedimiento para preparar la composición termoendurecible de revestimiento en polvo, y a un procedimiento para revestir el sustrato con dicha composición termoendurecible de revestimiento en polvo.

15 Como se muestra mediante el artículo "Overview of the powder coatings market worldwide" de G. Maggiore en *Pitture e Vernice Europe* 1/92, p. 15-22, y por la conferencia de D. Richart "Powder Coating: Current Developments, Future Trends" (Waterborne, High-Solids and Powder Coatings Symposium, 22-24 de febrero de 1995), la investigación todavía continúa en busca de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo que se puedan curar con poco esfuerzo térmico del sustrato y que consiguientemente sean adecuadas para uso en sustratos sensibles al calor, tales como, por ejemplo, madera y plástico.

20 Se desea una disminución en la temperatura a la que se puede curar una composición termoendurecible de revestimiento en polvo, ya que esto es tanto económica como técnicamente ventajoso. Una disminución en la temperatura de curado, a la vez que se mantiene constante el tiempo de curado, reduce el consumo de energía, lo que es beneficioso tanto desde un punto de vista ecológico como económico, haciendo al mismo tiempo a este tipo de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo atractivas para revestidores de polvo, ya que el rendimiento de sus líneas de revestimiento en polvo también se puede incrementar significativamente. Además, debido a una disminución de la temperatura de curado, también se pueden usar sustratos sensibles al calor, ampliando de ese modo el campo de aplicación para tal composición termoendurecible de revestimiento en polvo.

30 Por lo tanto, existe el deseo de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que tenga la capacidad para ser curada a una baja temperatura de, por ejemplo, en el intervalo de 80 hasta e incluyendo 225°C, preferiblemente durante tiempos de hasta e incluyendo 60 minutos. Además del deseo de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que se pueda curar a temperatura baja (también denominado aquí baja cocción), también puede ser deseable que los revestimientos en polvo preparados a partir de ella usando baja cocción presenten un conjunto de propiedades.

35 Los revestimientos en polvo que resultan de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo, que se han curado a baja temperatura, pueden presentar propiedades físicas y/o mecánicas pobres, tales como, por ejemplo, mala lisura, eflorescencia y/o mala resistencia al tacto inverso, debido a un curado inadecuado. Particularmente, el desarrollo de empañamiento de la superficie debido a la eflorescencia puede convertirse en un problema significativo. La eflorescencia se manifiesta habitualmente por sí misma como enturbiamiento de la superficie que se inspecciona visualmente a simple vista y se evalúa cualitativamente. Se da el intervalo en el que se produce la deposición de material blanco o blanquecino y se manifiesta como empañamiento de la superficie. Esta inspección visual se puede llevar a cabo sobre revestimientos blancos o de color oscuro. Según *Focus on Powder Coatings*, vol. 2003 (6), junio 2003, p. 3-4, y la referencia a la publicación titulada "The Development of Non-blooming Polyester Resin and its Application to Low Temperature Cure Powder Coatings" de Navin Shah y Edward Nicholl de Rohm & Haas Powder Coatings, presentados en la *International Waterborne, High Solids and Powder Coatings Symposium* mantenido en Nueva Orleans el 26-28 de febrero de 2003, la eflorescencia de un poliéster se ha atribuido a la presencia de un oligómero cíclico de 22 miembros formado por la condensación de dos moléculas de ácido tereftálico y dos moléculas de neopentilglicol. Este oligómero cíclico de 22 miembros posee una temperatura de fusión cristalina de alrededor de 275-280°C, y normalmente no se volatiliza a bajas temperaturas de curado, por ejemplo temperaturas de curado que oscilan de 120°C a 160°C.

50 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo en las que no se produce la eflorescencia del revestimiento en polvo resultante después de curar a baja temperatura las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo se describen, por ejemplo, en el documento WO 03/004574. Este último describe una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un poliéster y un agente de curado que contiene un grupo epoxídico, en la que el poliéster se basa en un polioliol y un poliácido, en el que el contenido de ácido isoftálico en el poliácido es de 80 a 100% en moles.

Otro ejemplo de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo en la que está limitada la formación de eflorescencia del revestimiento en polvo resultante después de curar a baja temperatura la composición termoendurecible de revestimiento en polvo se describe, por ejemplo, en el documento US 5.880.223. El documento

US 5.880.223 describe un polvo de revestimiento que comprende una resina de poliéster y un agente de reticulación epoxídico. La resina de poliéster se basa en el monómero 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol para reducir o eliminar la eflorescencia del revestimiento curado cuando dicho revestimiento curado se expone a una temperatura de 107°C durante un período de 12 horas.

5 Los agentes de reticulación epoxídicos, cuando se usan en composiciones termoendurecibles epoxídicas puras de revestimiento en polvo, son conocidos por sus propiedades protectoras y su excelente resistencia química y a la corrosión. Desafortunadamente, también sufren decoloración bajo exposición a la luz UV, e insuficiente durabilidad en exteriores. El TGIC (isocianurato de triglicidilo) es un agente de reticulación epoxídico que es popular para
10 que los revestimientos en polvo que resultan de curar composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de TGIC/poliéster tienen un buen comportamiento global incluso aunque su flexibilidad y resistencia a la corrosión es inferior a la de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo típicas a base de epoxi. Sin embargo, TGIC es un mutágeno conocido (CEPE- Safe Powder Guide 7ª Edición, 2005), y se sospecha que las epoxis de bisfenol-A son carcinógenas.

15 Por lo tanto, existe un deseo de sustituir agentes de reticulación epoxídicos en composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo y en revestimientos en polvo.

Otro grupo atractivo de agentes de reticulación alternativos son los compuestos que tienen grupos β -hidroxialquilamida, cuyos ejemplos son comercializados por EMS Chemie como agentes de reticulación PRIMID®. Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo que usan como agente de reticulación compuestos
20 que tienen grupos β -hidroxialquilamida presentan generalmente una buena durabilidad en exteriores en los revestimientos en polvo preparados a partir de ellas, y no son ni mutágenas ni carcinógenas y de este modo son preferidas respecto a composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo a base de epoxi. Por lo tanto, se desea curar con un agente de reticulación de β -hidroxialquilamida.

La baja cocción es particularmente un reto para composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo en las
25 que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida. Los compuestos que tienen grupos β -hidroxialquilamida presentan habitualmente puntos de fusión relativamente elevados, por ejemplo típicamente mayores que 110-120°C. Cuanto más próxima esté la temperatura de fusión de un componente tal como el agente de reticulación en composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo a la temperatura de curado, más difícil es obtener un revestimiento en polvo que tenga, por ejemplo, suficiente resistencia a impacto inverso,
30 lisura aceptable o esté limitado a no formar eflorescencia, a un tiempo de curado relativamente corto, por ejemplo un tiempo de curado de hasta 30 minutos. Estas dificultades ya se pueden producir a temperaturas tan bajas como 140-155°C para tiempos de curado prácticamente deseados/aplicados, tales como cualquier tiempo hasta 30 min.

El documento US 6284845 describe una composición de revestimiento en polvo que incluye un poliéster terminado
35 en carboxilo, compuestos epoxídicos y catalizador de onio o β -hidroxialquilamida. Sin embargo, debido a la presencia de un poliéster lineal en la composición de revestimiento en polvo, la resistencia al impacto es insuficiente a bajas temperaturas de curado.

Además, en el caso de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo en las que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida, la persona experta en la técnica sabe que
40 combinar el curado a baja temperatura y propiedades atractivas del revestimiento en polvo, tales como las mencionadas aquí anteriormente, es incluso más difícil de lograr en comparación con otros tipos de agentes de reticulación tales como compuestos epoxídicos de naturaleza monómera o polímera que tienen anillos oxiránicos (el oxirano es un éter cíclico con sólo tres átomos anulares). La razón es que la velocidad de curado de los compuestos epoxídicos se puede controlar vía catalizadores apropiados, por ejemplo sales de fosfonio, aminas terciarias, sales de amonio, cloruro de benciltrimetilamonio, imidazol, 1-metilimidazol, 2-metilimidazol, benzotriazoles, cloruro de colina. Hasta la fecha, no se ha encontrado ningún compuesto catalítico que permita el control sobre la velocidad de
45 curado de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprenda un poliéster funcionalizado conocido carboxílico o anhídrido de ácido carboxílico y un compuesto que tenga grupos β -hidroxialquilamida.

Por lo tanto, es un objeto de la invención proporcionar una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprenda un poliéster con grupos funcionales capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida y un
50 compuesto que tenga grupos β -hidroxialquilamida, siendo dicha composición termoendurecible de revestimiento en polvo adecuada para baja cocción (temperaturas de curado en el intervalo de 80 hasta e incluyendo 225°C, preferiblemente durante tiempos de hasta 60 minutos, por ejemplo a 155°C durante 15 minutos, o a 140°C durante 30 minutos), composición la cual proporciona un revestimiento en polvo que tenga al menos dos de las tres propiedades de revestimiento siguientes: limitación a no formar eflorescencia, suficiente resistencia a impacto
55 inverso, y lisura aceptable.

Este objeto se logra mediante una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster

- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida,
- en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico y un monómero de ramificación escogido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,
- en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 50% p/p basada en el poliéster,
- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 6 a 35% p/p basada en el poliéster,
- en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1,
- en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida.

Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la presente invención tienen la capacidad de ser curadas a temperaturas tan bajas como 145°C, preferiblemente 140°C durante como máximo 30 minutos, preferiblemente como máximo 15 minutos, para dar revestimientos en polvo que tienen al menos dos de las tres propiedades de revestimiento siguientes: suficiente resistencia a impacto inverso, lisura aceptable, y limitación a no formar eflorescencia.

Ventajas adicionales de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención pueden ser que la composición termoendurecible de revestimiento en polvo tenga una eficacia de coste mejorada y/o una estabilidad mejorada durante el almacenamiento [igual o mayor que 6, en una escala de 1 (estabilidad durante el almacenamiento muy mala) hasta 10 (estabilidad durante el almacenamiento excelente)] según se mide usando DIN 55990-7 a 40°C después de 28 días.

Además, la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención, al curarla a temperaturas en el intervalo de 140 a 225°C durante un tiempo de curado en el intervalo de 30 segundos a 60 minutos, puede proporcionar revestimientos en polvo que tienen un límite de desgasificación mejorado (igual o mayor que 100 μm) (medido como se describe aquí), brillo (medido a un brillo especular de 20° o 60° usando ASTM D523), empañamiento (medido usando ASTM D523 y como se describe aquí), adhesión (medida según ISO 2409, ensayo "Gitterschnitt"), flexibilidad [medida según ISO 1519 [ensayo de baneo (mandril cilíndrico)], un blanqueo mejorado (medido como se describe aquí, en el que ΔL^* es igual o menor que 1,4, y ΔE^* es igual o menor que 1,4), resistencia mejorada al amarillamiento (como se mide aquí), buen límite de desgasificación (medido según ASTM D 714), y/o una durabilidad mejorada en exteriores (medida según ASTM G53-88). También, los revestimientos en polvo preparados mediante baja cocción de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención puede tener menos defectos superficiales, tales como por ejemplo poros, cráteres, ampollas, etc.

Por "polvo" se quiere decir aquí una colección de partículas sólidas en las que las partículas individuales tienen un tamaño máximo de partículas de como máximo 100 μm a 23°C, por ejemplo un tamaño de partículas de como máximo 90 μm a 23°C.

En el contexto de la presente invención, con "composición termoendurecible de revestimiento en polvo" se quiere decir una mezcla de componentes que forma un material similar a polvo, mezcla la cual es sólida o semisólida a temperatura ambiente, y mezcla la cual tiene la capacidad para formar una red irreversiblemente reticulada (la denominada "forma curada"). En la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención, la reticulación transcurrirá vía la formación de enlaces covalentes permanentes a través de reacciones químicas entre grupos funcionales del poliéster que tiene grupos funcionales que son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida y el agente de reticulación (también denominado normalmente agente de curado o curante), que es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida. Si estuviesen presentes otras resinas en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención, sus grupos funcionales – si son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida – también pueden reaccionar con el agente de reticulación. Como resultado de estas reacciones de reticulación, la forma curada de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo (composición termoendurecible curada de revestimiento en polvo) se convierte en un material "endurecido", esto es, un material que ya no puede fluir o fundirse.

La expresión "revestimiento en polvo", como se usa aquí, es la forma parcial o totalmente curada (reticulada) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la invención. En otras palabras, el revestimiento en polvo deriva del curado parcial o completo de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo.

En el contexto de la presente invención, el poliéster que tiene grupos funcionales que son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida se denomina como "el poliéster". Los grupos funcionales del poliéster que son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida son grupos terminales (= grupos de los extremos) que están

situados en el extremo o extremos de la estructura macromolecular del poliéster (incluyendo grupos terminales en cadenas laterales, cadenas laterales las cuales forman parte de la cadena macromolecular principal y más larga – cuando se comparan con cadenas laterales –) de cada molécula de poliéster. En el caso de un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico, los grupos funcionales del poliéster que son capaces de reaccionar con grupos hidroxialquilamida son grupos terminales de ácido carboxílico o de anhídrido de ácido carboxílico.

El curado se usa de forma intercambiable con los términos reticulación o curado en la presente invención, mientras que el revestimiento en polvo es el objeto derivado del curado de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención. Por “curado” se quiere decir aquí el proceso de convertirse en un material “endurecido”.

En la presente invención, el curado por calor se usa de forma intercambiable con la expresión curado térmico. Preferiblemente, el curado de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo tiene lugar usando solamente energía térmica (curado por calor). En el contexto de la invención, la expresión energía térmica no incluye curado inducido por radiación UV o por haz de electrones.

En el contexto de la presente invención, con funcionalidad (f) del poliéster se quiere decir la cantidad media de grupos funcionales capaces de reaccionar con grupos β-hidroxialquilamida por molécula del poliéster. La funcionalidad f para el poliéster que tenga un cierto M_n (valor teórico) y un índice de acidez (AV) se calcula según la siguiente ecuación:

$$f = (M_n \times AV) / 56110$$

El peso molecular medio numérico (M_n) se define según lo siguiente:

$$M_n = (\sum_i N_i M_i) / (\sum_i N_i)$$

en la que N_i es el número de moléculas del peso molecular M_i .

El M_n (valor teórico) se calcula multiplicando la funcionalidad buscada (f) por 56110 y dividiendo su resultado entre el índice de acidez buscado (AV) (mg de KOH/g del poliéster), según la siguiente ecuación:

$$M_n = (56110 \times f) / AV$$

En el contexto de la presente invención, por poliéster funcionalizado con ácido carboxílico se quiere decir un poliéster que tiene un índice de acidez mayor que el índice de hidroxilo. Generalmente, un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico tiene un índice de acidez entre 15 y 120 mg de KOH/g de poliéster, mientras que el índice de hidroxilo del poliéster es menor que 14 mg de KOH/g de poliéster. El índice de acidez (AV) y el índice de hidroxilo (OHV) del poliéster se miden valorimétricamente según ISO 2114-2000 e ISO 4629-1978, respectivamente.

En el contexto de la presente invención, con “un revestimiento en polvo que no muestra eflorescencia” o un “revestimiento en polvo libre de eflorescencia” se quiere decir un revestimiento en polvo que no presenta eflorescencia si se prepara a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo curada a una temperatura mayor que 145°C, preferiblemente mayor que 140°C, según se mide usando la evaluación como se describe aquí. Por “eflorescencia” se quiere decir el fenómeno de la formación de un polvo o costra blanca o blanquecina sobre la superficie de un revestimiento durante el curado. La eflorescencia se evaluó cualitativamente a simple vista. Un tipo de panel de AlMg3 se revistió con una composición termoendurecible de revestimiento en polvo blanca de la invención, y se inspeccionó visualmente el revestimiento derivado al curar el revestimiento en polvo en un horno de gradiente, configurado desde 100 hasta 200°C durante 30 min. La eflorescencia se puede observar como un empañamiento superficial sobre el revestimiento, y se da el intervalo de temperatura cuando se produce la eflorescencia. El grado de eflorescencia se evaluó según: a) sin eflorescencia, b) eflorescencia limitada, y c) eflorescencia extensa. Para las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención, se prefieren sus revestimientos en polvo correspondientes que no presentan eflorescencia a temperaturas de curado mayores que 145°C, preferiblemente mayores que 140°C.

En la bibliografía, el término lisura también se denomina como flujo. La lisura de los revestimientos en polvo derivados del curado completo de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo correspondientes de la presente invención se determinó comparando la lisura del revestimiento con paneles de lisura de revestimiento en polvo PCI (ACT Test Panels Inc., APR22163 (A) Lote: 50708816) a un grosor de aproximadamente 60 μm. La puntuación de la lisura es de 1 a 10, representando 1 el revestimiento más rugoso, y representando 10 el revestimiento más liso. Para las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención, son deseables sus revestimientos en polvo correspondientes que presentan una lisura igual o mayor que 4. Como se presenta aquí, la lisura aceptable de un revestimiento en polvo es una lisura de al menos PCI 4.

La resistencia a impacto inverso (RIR) (in/lbs, 1 in/lbs = 0,055997 m/kg) de un revestimiento en polvo obtenido curando una composición termoendurecible de revestimiento en polvo a una cierta temperatura y tiempo se define como la capacidad de un revestimiento en polvo de 75 μm de grosor, preparado a partir de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la invención, sobre paneles ALQ-46 de 0,8 mm de grosor, para

soportar el impacto de 60 in/lbs según se mide usando una bola de 5/8" ("pasa" según ASTM D 2794). La RIR se mide usando ASTM D2794 según el método como se describe aquí. Por "suficiente resistencia a impacto inverso de un revestimiento en polvo" se quiere decir que los revestimientos en polvo preparados a partir de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención soportan el ensayo de resistencia a impacto inverso (como se describe aquí) cuando se curan durante sólo 15 minutos, y preferiblemente también cuando se curan durante sólo 12 minutos a 155°C.

En el contexto de la presente invención, el tiempo de curado y la temperatura de curado se seleccionan de manera que el revestimiento en polvo soporta 60 in/lbs usando el método para medir RIR como se describe aquí.

Para todos los límites superiores e inferiores de cualesquiera parámetros dados aquí, el valor límite se incluye en cada intervalo para cada parámetro. Para definir los intervalos de los parámetros para diversas realizaciones y preferencias de la invención, se pueden usar todas las combinaciones de valores mínimos y máximos de los parámetros descritos aquí.

Los poliésteres adecuados para uso en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención se pueden basar, por ejemplo, en una reacción de condensación entre monómeros funcionalizados con alcohol y monómeros funcionalizados con ácido carboxílico. El poliéster se puede preparar según procedimientos convencionales mediante esterificación o transesterificación, opcionalmente en presencia de catalizadores de esterificación habituales, por ejemplo óxido de dibutilestaño o titanato de tetrabutilo. Las condiciones de preparación y la relación COOH/OH se pueden seleccionar para obtener productos finales que tengan un índice de acidez y/o un índice de hidroxilo dentro del intervalo buscado de valores.

El poliéster tiene al menos una temperatura de transición vítrea (T_g), y puede tener adicionalmente una temperatura de fusión (T_m); preferiblemente el poliéster no tiene una T_m . Tanto la T_g como la T_m se miden vía DSC según el método descrito aquí. Preferiblemente, el poliéster tiene una T_g de como máximo 120°C, más preferiblemente como máximo 100°C, incluso más preferiblemente como máximo 90°C, lo más preferible de como máximo 85°C, por ejemplo como máximo de 80°C, por ejemplo como máximo de 75°C, por ejemplo como máximo de 70°C. Preferiblemente, la T_g del poliéster es al menos 20°C, más preferiblemente al menos 35°C, incluso más preferiblemente al menos 40°C, lo más preferible al menos 45°C, por ejemplo al menos 50°C.

El poliéster tiene funcionalidad de al menos 2,1, más preferiblemente de al menos 2,2, incluso más preferiblemente de al menos 2,25, incluso más preferiblemente de al menos 2,35, lo más preferible de al menos 2,5. Preferiblemente, el poliéster tiene funcionalidad de como máximo 4,0, más preferiblemente de como máximo 3,0, incluso más preferiblemente de como máximo 2,8, incluso más preferiblemente de al menos 2,75, incluso más preferiblemente de como máximo 2,65, por ejemplo de como máximo 2,6. La funcionalidad se controla mediante la cantidad de monómero de ramificación a partir del que se prepara el poliéster. La funcionalidad del poliéster tiene un efecto sobre la temperatura y tiempo de curado de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo. La elección de la funcionalidad del poliéster a un valor dentro de los intervalos preferidos como se indican anteriormente puede proporcionar revestimientos en polvo que tienen una lisura (incluso más) mejorada y/o propiedades mecánicas mejoradas, tales como, por ejemplo, resistencia a impacto inverso y/o flexibilidad.

El peso molecular medio numérico (M_n) (valor teórico) del poliéster puede estar, por ejemplo, en el intervalo de 1000 a 10000 g/mol. Preferiblemente, el M_n del poliéster oscila desde 1200 hasta 8000 g/mol, y lo más preferible el M_n del poliéster oscila desde 1400 hasta 7500 g/mol, por ejemplo el M_n del poliéster oscila desde 1450 hasta 7000 g/mol, por ejemplo el M_n del poliéster oscila desde 1500 hasta 6500 g/mol, por ejemplo el M_n del poliéster oscila desde 1600 hasta 6400 g/mol, por ejemplo el M_n del poliéster oscila desde 1700 hasta 6300 g/mol, por ejemplo el M_n del poliéster oscila desde 1750 hasta 6200 g/mol, por ejemplo el M_n del poliéster oscila desde 1900 hasta 6000 g/mol.

La viscosidad del poliéster se mide a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹).

El poliéster tiene preferiblemente una viscosidad a 160°C de como máximo 200 Pa.s, más preferiblemente el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 150 Pa.s, incluso más preferiblemente de como máximo 125 Pa.s, más preferiblemente de como máximo 60 Pa.s, incluso más preferiblemente de como máximo 58 Pa.s, lo más preferible de como máximo 56 Pa.s, por ejemplo de como máximo 55 Pa.s, por ejemplo de como máximo 54 Pa.s, por ejemplo de como máximo 52 Pa.s, por ejemplo de como máximo 50 Pa.s, por ejemplo de como máximo 48 Pa.s. Preferiblemente, el poliéster tiene una viscosidad a 160°C de al menos 2 Pa.s, más preferiblemente el poliéster tiene una viscosidad al menos 4 Pa.s, y lo más preferible el poliéster tiene una viscosidad al menos 5 Pa.s.

Los ejemplos de monómeros funcionalizados con ácido carboxílico, adecuados para uso en el poliéster, incluyen, por ejemplo, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, ácido 4,4'-oxibisbenzoico, ácido 3,6-dicloroftálico, ácido tetracloroftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido trimelítico, ácido piromelítico, ácido hexahidrotereftálico (ácido ciclohexanodicarboxílico), ácido hexacloroendometilentetrahidroftálico, ácido ftálico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido decanodicarboxílico, ácido adípico, ácido succínico, ácido maleico y ácido fumárico. Estos monómeros funcionalizados con ácido carboxílico se pueden usar como tales, o, en la medida en que estén disponibles, como sus anhídridos, cloruros de ácido, o ésteres de alquilo inferior.

Preferiblemente, el poliéster comprende grupos ácido isoftálico, grupos ácido tereftálico y opcionalmente también grupos ácido adípico. Preferiblemente, la cantidad de ácido isoftálico (IPA) en el poliéster es como máximo 65% p/p, más preferiblemente como máximo 55% p/p, más preferiblemente como máximo 50% p/p, incluso más preferiblemente como máximo 45% p/p, lo más preferible como máximo 40% p/p, por ejemplo como máximo 35% p/p, por ejemplo como máximo 30% p/p, por ejemplo como máximo 29% p/p, por ejemplo como máximo 28% p/p, por ejemplo como máximo 27% p/p, por ejemplo como máximo 26% p/p, por ejemplo como máximo 25% p/p, por ejemplo como máximo 20% p/p, por ejemplo como máximo 15% p/p, por ejemplo como máximo 13,7% p/p basado en el poliéster. Preferiblemente, la cantidad de IPA es al menos 6% p/p, lo más preferible al menos 7% p/p, por ejemplo al menos 7,1% p/p basado en el poliéster.

Como alternativa, la cantidad de IPA en el poliéster se puede calcular en monómero de ácido aromático en el poliéster. En ese caso, la cantidad de ácido isoftálico es como máximo 40% en moles en el monómero de ácido aromático en el poliéster, más preferiblemente es como máximo 38% en moles en el monómero de ácido aromático en el poliéster, por ejemplo una cantidad de ácido isoftálico es como máximo 24% en moles, por ejemplo es como máximo 23% en moles en el monómero de ácido aromático, por ejemplo es como máximo 22% en moles, por ejemplo es como máximo 20% en moles en el monómero de ácido aromático. Los ejemplos de monómeros de ácido aromático incluyen ácido tereftálico y ácido isoftálico.

Preferiblemente, en el caso en el que se calcule la cantidad de IPA en el poliéster sobre la cantidad de monómero de ácido aromático, la cantidad de ácido isoftálico es al menos 1% en moles en el monómero de ácido aromático, más preferiblemente la cantidad de ácido isoftálico es al menos 3% en moles en el monómero de ácido aromático, incluso más preferiblemente la cantidad de ácido isoftálico es al menos 5% en moles en el monómero de ácido aromático, y lo más preferible la cantidad de ácido isoftálico es al menos 7% en moles en el monómero de ácido aromático.

En una realización preferida, la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 35% p/p basada en el poliéster. Estas composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo pueden proporcionar revestimientos en polvo que pueden tener al menos dos de las tres propiedades de revestimiento siguientes, tales como limitación a no formar eflorescencia, suficiente resistencia a impacto inverso, y lisura aceptable, siendo la limitación a no formar eflorescencia una de las dos propiedades de los revestimientos.

Preferiblemente, la cantidad de ácido tereftálico (TPA) en el poliéster es como máximo 63,0% p/p, más preferiblemente es como máximo 62,3% p/p basado en el poliéster. Preferiblemente, la cantidad de TPA en el poliéster es al menos 30% p/p, más preferiblemente al menos 35% p/p, incluso más preferiblemente al menos 37% p/p, lo más preferible al menos 50% p/p basado en el poliéster, por ejemplo más preferiblemente es al menos 51,7% p/p basado en el poliéster.

Preferiblemente, la relación molar de TPA usado para preparar el poliéster a IPA usado para preparar el poliéster (TPA/IPA) es al menos 1,1, más preferiblemente al menos 1,2, incluso más preferiblemente al menos 1,23, lo más preferible al menos 1,28, por ejemplo al menos 1,3, por ejemplo al menos 1,5, por ejemplo al menos 1,7, por ejemplo al menos 2,0, por ejemplo al menos 2,5, por ejemplo al menos 3,1, por ejemplo al menos 3,2, por ejemplo al menos 3,3, por ejemplo al menos 3,5.

Preferiblemente, el ácido adípico está presente en el poliéster. La presencia de ácido adípico en el poliéster puede ser ventajoso puesto que afecta a la T_g del poliéster y puede incrementar la lisura de un revestimiento en polvo preparado a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende el poliéster. Además, se pueden mejorar las propiedades mecánicas del revestimiento en polvo, por ejemplo la flexibilidad.

Preferiblemente, la cantidad de ácido adípico en el poliéster es al menos 1% p/p, más preferiblemente al menos 1,5% p/p, incluso más preferiblemente al menos 2% p/p, lo más preferible al menos 2,5% p/p, por ejemplo al menos 3% p/p, por ejemplo al menos 5% p/p basada en el poliéster. Preferiblemente, la cantidad de ácido adípico en el poliéster es como máximo 15% p/p, más preferiblemente como máximo 10% p/p, incluso más preferiblemente como máximo 8% p/p, muy preferiblemente como máximo 7% p/p, por ejemplo como máximo 6% p/p basada en el poliéster.

En una realización preferida, la cantidad de ácido adípico en el poliéster oscila de 1 a 10% p/p basado en el poliéster.

Para obtener el poliéster, también se pueden usar monómeros de ácidos hidroxicarboxílicos difuncionales. Un monómero de ácido hidroxicarboxílico difuncional es un monómero que tiene grupos funcionales tanto ácido carboxílico como alcohol, cuya suma de los grupos funcionales ácido carboxílico y alcohol por monómero es 2. Los ejemplos de monómeros de ácidos hidroxicarboxílicos difuncionales incluyen, pero no se limitan a, ácido hidroxipivalico y ácido hidroxisteárico, y/o lactonas tales como, por ejemplo, ϵ -caprolactona.

En la preparación del poliéster también se pueden usar ácidos monocarboxílicos, tales como, por ejemplo, ácido benzoico, ácido terc-butilbenzoico, ácido hexahidrobencico, y/o ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados.

Los alcoholes útiles, que pueden reaccionar con los ácidos carboxílicos para obtener el poliéster, incluyen dioles alifáticos. Los ejemplos adecuados incluyen etilenglicol, propano-1,2-diol, propano-1,3-diol, butano-1,2-diol, butano-

1,4-diol, butano-1,3-diol, 2,2-dimetilpropanodiol-1,3 (= neopentilglicol), hexano-2,5-diol, hexano-1,6-diol (1,6-hexanodiol), 2,2-bis-(4-hidroxi-ciclohexil)-propano (bisfenol-A hidrogenado), 1,4-dimetilolciclohexano, etilenglicol, dipropilenglicol, 2,2-bis[4-(2-hidroxietoxi)-fenil]propano, el éster hidroxipiválico de neopentilglicol, 2-etil,2-butilpropanodiol-1,3 (= butiletilpropanodiol), 2-etil,2-metilpropanodiol-1,3 (= etilmetilpropanodiol), 2-metil-1,3-propanodiol (= mp-diol).

Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la presente invención comprenden un poliéster y un agente de reticulación. El poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol; ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas. La cantidad del alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 50% p/p basada en el poliéster. Preferiblemente, la cantidad del alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 11% p/p basada en el poliéster, por ejemplo la cantidad del alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 10% p/p basada en el poliéster, por ejemplo la cantidad del alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 5 a 8% p/p basada en el poliéster.

En una realización preferida, la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 35% p/p basada en el poliéster, la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 11% p/p basada en el poliéster, y el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s^{-1}). Estas composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo proporcionan revestimientos en polvo que tienen al menos limitación a no formar eflorescencia, y lisura aceptable.

Preferiblemente, cuando se usa 2-metil-1,3-propanodiol como el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, entonces preferiblemente la cantidad de 2-metil-1,3-propanodiol es al menos 8% p/p basada en el poliéster, y como máximo 11% p/p basada en el poliéster.

Preferiblemente, cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol y 2-metil-1,3-propanodiol, entonces preferiblemente la cantidad de dicho alcohol difuncional es al menos 1% p/p basada en el poliéster, y como máximo 10% p/p basada en el poliéster.

En una realización preferida, la invención proporciona una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí

- en la que la cantidad de ácido adípico en el poliéster oscila de 1 a 10% p/p basada en el poliéster, y
- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 30% p/p basada en el poliéster, y
- en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s^{-1}), y
- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, oscila de 8 a 11% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es 2-metil-1,3-propanodiol, o
- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 1 a 10% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol y 2-metil-1,3-propanodiol.

Estas composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo pueden proporcionar revestimientos en polvo que combinan las siguientes tres propiedades de revestimiento, tales como limitación a no formar eflorescencia, suficiente resistencia a impacto inverso, y lisura aceptable.

En una realización preferida, la invención proporciona una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí,

- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 1 a 5% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol y 2-metil-1,3-propanodiol, y
- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 30% p/p basada en el poliéster, y
- en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s^{-1}).

Estas composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo presentan una estabilidad mejorada durante el almacenamiento, y proporcionan revestimientos en polvo con limitación a no formar eflorescencia, suficiente resistencia a impacto inverso, y lisura aceptable.

5 En una realización preferida de la invención, el poliéster con grupos funcionales capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida es un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico. Un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico se puede preparar seleccionando la relación de alcoholes y ácidos carboxílicos o anhídridos, de manera que haya un exceso de ácido carboxílico o anhídrido con respecto al alcohol (a fin de) para formar un poliéster que tiene grupos terminales ácido carboxílico y/o anhídrido de ácido carboxílico. Preferiblemente, el poliéster funcionalizado con ácido carboxílico tiene un índice de acidez de al menos 15, más preferiblemente de al menos 30, incluso más preferiblemente de al menos 32, lo más preferible de al menos 34, por ejemplo de al menos 35, por ejemplo de al menos 40, por ejemplo de al menos 45, por ejemplo de al menos 48 mg de KOH/g del poliéster. Preferiblemente, el poliéster funcionalizado con ácido carboxílico tiene un índice de acidez de como máximo 120, más preferiblemente como máximo 80, incluso más preferiblemente como máximo 65, lo más preferible como máximo 60, por ejemplo lo más preferible como máximo 58, por ejemplo como máximo 56, por ejemplo como máximo 55, por ejemplo como máximo 54, por ejemplo como máximo 53, por ejemplo como máximo 52 mg de KOH/g del poliéster. Una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico con menor índice de acidez es más eficaz desde el punto de vista del coste, puesto que se necesita menos cantidad de compuestos que tengan grupos β -hidroxialquilamida (agente de reticulación). Además, la estabilidad durante el almacenamiento de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico con menor índice de acidez también puede ser mejor.

En otra realización, la presente invención proporciona una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí, en la que el poliéster tiene un índice de acidez que oscila de 30 a 60 mg de KOH/g de poliéster, preferiblemente un índice de acidez que oscila de 34 a 56, incluso más preferiblemente un índice de acidez que oscila de 45 a 55 mg de KOH/g de poliéster, por ejemplo un índice de acidez que oscila de 48 a 54 mg de KOH/g de poliéster.

Preferiblemente, el poliéster tiene un índice de hidroxilo de como máximo 14, más preferiblemente de como máximo 12, incluso más preferiblemente de como máximo 10, lo más preferible de como máximo 8, por ejemplo de como máximo 7, por ejemplo de como máximo 6, por ejemplo de como máximo 5 mg de KOH/g de poliéster. Preferiblemente, el poliéster tiene un índice de hidroxilo de al menos 1 mg de KOH/g de poliéster.

En otra realización, la presente invención proporciona una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí, en la que el poliéster es un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico.

Preferiblemente, la cantidad de neopentilglicol (NPG) en el poliéster oscila de 25-40% p/p, por ejemplo de 30,0 a 35,0% p/p, basada en el poliéster.

35 Preferiblemente, la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster es como máximo 45, más preferiblemente como máximo 35, por ejemplo como máximo 30, por ejemplo como máximo 25, por ejemplo como máximo 20, por ejemplo como máximo 15, por ejemplo como máximo 11, por ejemplo como máximo 10, o por ejemplo como máximo 8% p/p, basada en el poliéster. Preferiblemente, la cantidad del alcohol difuncional distinto de neopentilglicol (NPG) en el poliéster es al menos 1, por ejemplo es al menos 5,1% p/p, basada en el poliéster.

40 Los ejemplos de alcoholes difuncionales distintos de neopentilglicol incluyen, pero no se limitan a, etilenglicol, 1,6-hexanodiol, butil-etil-propanodiol, 1,4-butanodiol, 2-metil-1,3-propanodiol y 1,3-propanodiol. En la preparación del poliéster, preferiblemente el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es etilenglicol, éster del ácido hidroxipiválico con neopentilglicol, 1,6-hexanodiol, o una mezcla de los mismos. Incluso más preferiblemente, en la preparación del poliéster, el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es 1,6-hexanodiol.

45 Preferiblemente, el éster del ácido hidroxipiválico con neopentilglicol (= éster neopentilglicólico del ácido hidroxipiválico) se usa como el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención, ya que la durabilidad en exteriores de un revestimiento en polvo curado obtenido a partir de ella aumenta por la incorporación de éster del ácido hidroxipiválico con neopentilglicol en el poliéster.

50 Un alcohol al menos trifuncional es un monómero que tiene al menos tres grupos alcohólicos. En la preparación del poliéster, se puede usar un alcohol al menos trifuncional. Los ejemplos de alcoholes al menos trifuncionales incluyen glicerol, hexanotriol, trimetiloletano, trimetilopropano, pentaeritritol y sorbitol. Preferiblemente, si se usa en la preparación del poliéster un alcohol al menos trifuncional, se usa trimetilopropano.

55 Un ácido carboxílico al menos trifuncional es un monómero que tiene al menos tres grupos "ácido carboxílico" funcionales. Un grupo anhídrido de ácido carboxílico debería contarse como dos grupos "ácido carboxílico". La suma de los grupos ácido carboxílico debería ser al menos tres; por ejemplo, un monómero que tiene un grupo anhídrido y un grupo ácido carboxílico es, en el contexto de la presente invención, un ácido carboxílico trifuncional. También, en la preparación del poliéster se puede usar un ácido carboxílico al menos trifuncional. Los ejemplos de ácidos al

menos trifuncionales incluyen, pero no se limitan a, ácido trimelítico, anhídrido de ácido trimelítico, y ácido piromelítico. Preferiblemente, si se usa en la preparación del poliéster un ácido carboxílico o anhídrido al menos trifuncional, se usa ácido trimelítico o anhídrido trimelítico.

5 Un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional es un monómero que tiene grupos funcionales tanto ácido carboxílico (anhídrido) como alcohol, cuya suma de los grupos funcionales ácido carboxílico (anhídrido) y alcohol por monómero es al menos 3. Un grupo anhídrido de ácido carboxílico debería contarse como dos grupos "ácido carboxílico". Por ejemplo, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional es un monómero que tiene grupos funcionales tanto ácido carboxílico como alcohol. Los ejemplos de un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional incluyen, por ejemplo, ácido dimetilolpropiónico.

10 Preferiblemente, el poliéster que tiene grupos funcionales capaces de reaccionar con β -hidroxialquilamida se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol; ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas, en el que la cantidad total de estos monómeros en el poliéster es al menos 90% p/p, preferiblemente al menos 93% p/p, más preferiblemente al menos 95% p/p, incluso más preferiblemente al menos 97% p/p, en particular al menos 98% p/p, más en particular al menos 99% p/p, y lo más preferible 100% p/p, basada en el poliéster.

20 Como es manifiesto para la persona experta, además del poliéster, también pueden estar presentes otras resinas en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la invención. Si está presente una mezcla de poliésteres en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención, entonces preferiblemente cada poliéster se prepara independientemente a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol; ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas, en el que preferiblemente la cantidad total de estos monómeros en el poliéster es al menos 90% p/p, preferiblemente al menos 93% p/p, más preferiblemente al menos 95% p/p, incluso más preferiblemente al menos 97% p/p, en particular al menos 98% p/p, más en particular al menos 99% p/p, y lo más preferible 100% p/p, basada en el poliéster.

25 Preferiblemente, la cantidad del poliéster es al menos 90% p/p, preferiblemente al menos 93% p/p, más preferiblemente al menos 95% p/p, incluso más preferiblemente al menos 97% p/p, en particular al menos 98% p/p, más en particular al menos 99% p/p, y lo más preferible 100% p/p, basada en la cantidad total de resinas presentes en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo.

30 Es ventajoso usar solamente el poliéster en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo, ya que el uso de un solo poliéster, en oposición a una mezcla de resinas en una composición termoendurecible de revestimiento en polvo, es menos laborioso y económicamente más atractivo.

35 En una realización especial, la presente invención proporciona una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster

- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida,
- 40 - en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol; ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,
- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es 1,6-hexanodiol, y la cantidad del 1,6-hexanodiol en el poliéster oscila de 1 a 5% p/p basada en el poliéster,
- 45 - en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 15 a 30% p/p basada en el poliéster,
- en la que la cantidad de ácido adípico en el poliéster oscila de 3 a 6% p/p basada en el poliéster,
- en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,4 y de como máximo 2,8,
- en la que el poliéster es un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico con un índice de acidez que oscila de 45 a 60, por ejemplo de 45 a 55 mg de KOH/g del poliéster,
- 50 - en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida.

Estas composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo presentan una estabilidad mejorada durante el almacenamiento, y proporcionan revestimientos en polvo que tienen las siguientes tres propiedades de revestimiento: limitación a no formar eflorescencia, suficiente resistencia a impacto inverso, y lisura aceptable.

El agente de reticulación en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida, pero también puede ser una mezcla de dichos compuestos. Los ejemplos adecuados de compuestos β -hidroxialquilamida disponibles son, por ejemplo, N,N,N',N'-tetraquis-(2-hidroxiethyl)-adipamida (Primid® XL-552) y N,N,N',N'-tetraquis-(2-hidroxipropil)-adipamida (Primid® QM 1260).

5 La relación entre la cantidad del poliéster y la cantidad del agente de reticulación se elige generalmente en el intervalo de 85:15 a 99:1, preferiblemente en el intervalo de 90:10 a 98:2. Típicamente, si el poliéster es la única resina presente en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención, la relación entre la cantidad del poliéster y la cantidad del agente de reticulación se elige en el intervalo de 92:8 a 97:3, por ejemplo 93:7 ó 95:5.

10 Según una realización preferida de la presente invención, la composición termoendurecible de revestimiento en polvo comprende un compuesto de naturaleza monómera o polímera que tiene anillos oxiránicos (compuesto epoxídico en el contexto de la presente invención) en una cantidad de como máximo 1% p/p con relación al poliéster. Preferiblemente, la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención no comprende ningún compuesto epoxídico.

15 La temperatura de transición vítrea (T_g) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo no curada es preferiblemente al menos 20°C, más preferiblemente al menos 25°C, incluso más preferiblemente al menos 35°C, lo más preferible al menos 45°C. La temperatura de transición vítrea (T_g) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo no curada es preferiblemente como máximo 100°C, más preferiblemente como máximo 90°C, incluso más preferiblemente como máximo 80°C, lo más preferible como máximo 70°C. En el caso en el que las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo tengan una T_g así como una T_m , la T_m es preferiblemente al menos 30°C, más preferiblemente al menos 40°C, incluso más preferiblemente al menos 45°C, lo más preferible al menos 50°C. La T_m de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo no curada es preferiblemente como máximo 160°C, más preferiblemente como máximo 140°C, incluso más preferiblemente como máximo 120°C, lo más preferible como máximo 100°C. La temperatura de transición vítrea (T_g) y/o la T_m de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo no curada se mide vía DSC modulada por temperatura (MDSC). La medición de T_g y/o T_m se lleva a cabo usando un aparato de TA Instruments Q 2000 MDSC, con una unidad de enfriamiento RCS2-90. Las medidas se llevan a cabo en atmósfera de N_2 , y el aparato de MDSC se calibra con indio, cinc y agua. El software usado para hacer funcionar el MDSC y analizar los termogramas es la versión 2.8.0394 de Q-Series Advantage de TA Instruments. Una muestra de aproximadamente 10 mg cerrada herméticamente en bandejas de DSC de aluminio se calienta hasta una temperatura de 0°C hasta 200°C a una velocidad de calentamiento de 5°C/min. y una amplitud de modulación de temperatura de $\pm 0,5^\circ C$ con un período de 40 s. La señal de T_g observada en el flujo de calor reversible se determina usando el software de análisis.

20 La composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la invención puede comprender además pigmentos, cargas y/o los aditivos (de procesamiento) habituales, por ejemplo antioxidantes, agentes desgasificantes, agentes para dar lisura, agentes mejoradores del aspecto, o estabilizantes (de la luz). Los pigmentos pueden ser inorgánicos u orgánicos. Los pigmentos inorgánicos adecuados incluyen, por ejemplo, dióxido de titanio, sulfuro de cinc, óxido de hierro y/u óxido de cromo. Los pigmentos orgánicos adecuados incluyen, por ejemplo, azocompuestos. Las cargas adecuadas incluyen, por ejemplo, óxidos, silicatos, carbonatos y sulfatos de metales. Los estabilizantes adecuados incluyen, por ejemplo, antioxidantes primarios y/o secundarios, y estabilizantes de la radiación UV, por ejemplo quinonas, compuestos fenólicos (estéricamente impedidos), fosfonitos, fosfitos, tioéteres y HALS (estabilizantes de la luz de tipo aminas impedidas). Los ejemplos de agentes desgasificantes adecuados incluyen bisbenzoato de ciclohexanodimetanol, benzoína y derivados de benzoína tales como, por ejemplo, los descritos en el documento WO 02/50194. También se pueden añadir otros aditivos, tales como aditivos para mejorar la capacidad de carga por frotamiento.

25 En una realización preferida de la invención, la composición termoendurecible de revestimiento en polvo comprende un aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m , en la que n es un número entero de 1 a 3, preferiblemente 1, y m es un número entero de 1 a 4, preferiblemente 1 a 3, aditivo del procesamiento el cual tiene una T_g en el intervalo de 30 a 90°C, en la que Y es un poliéster, poliacrilato o poliesteruretano, y en la que Y está conectado vía un enlace de éster a X, que se elige del grupo de ácido fosfórico, ácido fosfónico, ácido sulfúrico, ácido sulfónico, ácido sulfamínico, ácido bórico, piridinetanol, ácido 1,4,5,6,7,7-hexaclorobis[2.2.1]-hept-5-en-2,3-dicarboxílico (ácido HET), ácido maleico, y sus combinaciones, en una cantidad de al menos 0,5% p/p en el poliéster. Si Y es un poliéster, lo cual se prefiere, el poliéster se puede fabricar a partir de al menos un monómero alcohólico seleccionado del grupo que consiste en neopentilglicol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, trimetilolpropano y glicerol, y al menos un monómero de ácido carboxílico seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido adípico, ácido succínico, ácido trimelítico, y los anhídridos correspondientes al monómero de ácido carboxílico. Preferiblemente, el M_n del aditivo de procesamiento se elige en el intervalo de 750 a 5.000 g/mol.

30 Un aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se puede preparar preparando Y, que es un poliéster, poliacrilato o poliuretano-poliéster, según métodos bien conocidos en la técnica, y condensando los grupos hidroxifuncionales de Y con un ácido elegido del grupo de ácido fosfórico, ácido fosfónico, ácido sulfúrico, ácido

sulfónico, ácido sulfamínico, ácido bórico, ácido HET, ácido maleico, y sus combinaciones, o mediante condensación de los grupos carboxifuncionales de Y con un alcohol, tal como, por ejemplo, piridinetanol.

5 Preferiblemente, la cantidad de aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m es como máximo 12% p/p en el poliéster, más preferiblemente es como máximo 8% p/p en el poliéster, incluso más preferiblemente es como máximo 7% p/p en el poliéster. Preferiblemente, la cantidad de aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m es al menos 0% p/p en el poliéster, más preferiblemente es al menos 2% p/p en el poliéster, incluso más preferiblemente es al menos 3% p/p en el poliéster, e incluso lo más preferible es al menos 4% p/p en el poliéster.

10 El aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se puede añadir al poliéster durante la síntesis del poliéster. También, el aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se puede añadir al poliéster justo antes de que el poliéster abandone el reactor en el que se sintetizó el poliéster. En otras palabras, el aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se puede añadir al poliéster cuando el poliéster está en estado líquido, por ejemplo por encima de su temperatura de transición vítrea. La mezcla del poliéster y del aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se puede añadir entonces como un componente en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo. Como alternativa, el aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se puede añadir a la composición termoendurecible de revestimiento en polvo como un ingrediente separado. Preferiblemente, el aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m se añade al poliéster justo antes de que el poliéster abandone el reactor en el que se sintetizó el poliéster.

20 En otra realización, la invención se refiere a una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí, en la que la composición termoendurecible de revestimiento en polvo comprende además un aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m , en la que n es un número entero de 1 a 3, y m es un número entero de 1 a 4, aditivo del procesamiento el cual tiene una T_g en el intervalo de 30 a 90°C, en la que Y es un poliéster, poliacrilato o poliesteruretano, y en la que Y está conectado vía un enlace de éster a X, que se elige del grupo de ácido fosfórico, ácido fosfónico, ácido sulfúrico, ácido sulfónico, ácido sulfamínico, ácido bórico, piridinetanol, ácido 1,4,5,6,7,7-hexaclorobis[2.2.1]-hept-5-en-2,3-dicarboxílico (ácido HET), ácido maleico, y sus combinaciones, en la que el aditivo del procesamiento está presente en una cantidad de al menos 0,5% p/p en el poliéster.

25 Preferiblemente, el curado de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo tiene lugar usando solamente energía térmica (por claridad, la expresión energía térmica no incluye curado inducido por radiación UV o por haz de electrones).

30 En todavía otra realización, la invención se refiere a un revestimiento en polvo obtenible curando, preferiblemente curando por calor, una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí.

En otro aspecto, la invención se refiere a un sustrato completa o parcialmente revestido con la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la invención, o con un revestimiento en polvo según la invención.

Los sustratos pueden ser sensibles al calor y/o no sensibles al calor.

35 En una realización de la invención, el sustrato es un sustrato no sensible al calor, por ejemplo vidrio, cerámica, tableros de cemento de fibra, o metal, por ejemplo aluminio, cobre o acero.

40 En otra realización de la invención, el sustrato puede ser un sustrato sensible al calor. Los sustratos sensibles al calor incluyen sustratos plásticos, sustratos de madera, por ejemplo madera sólida, tal como, por ejemplo: madera dura, madera blanda, contrachapado; chapa de madera, tablero de partículas, tablero de fibras de baja densidad, tablero de fibras de densidad media y tablero de fibras de alta densidad, OSB (tablero de virutas orientadas), laminados de madera, tablero de viruta de madera, u otro sustrato en el que la madera es un constituyente importante, tal como, por ejemplo, sustratos de madera cubiertos por hoja metálica, madera transformada, madera modificada con plástico, sustratos plásticos o compuestos plásticos de madera (WPC); sustratos con fibras celulósicas, por ejemplo cartón o sustratos de papel; sustratos textiles y de cuero.

45 Otros sustratos sensibles al calor incluyen objetos que son una combinación de un sustrato metálico con una parte sensible al calor, tal como mangueras de plástico, partes metálicas pesadas, tiras, por ejemplo armazones de aluminio con tiras térmicas, etc.

50 Los ejemplos de sustratos plásticos incluyen composiciones a base de poliésteres insaturados, ABS (acrilonitrilo-butadieno-estireno), resinas de melamina-formaldehído, policarbonato, polipropileno, monómero de etileno-propileno-dieno (EPDM), olefina termoplástica (TPO), poliuretano (PU), polióxido de propileno (PPO), polióxido de etileno (PEO), politereftalato de etileno (PET), y nailon, por ejemplo poliamida 6,6, y sus combinaciones, por ejemplo policarbonato-ABS.

Otros sustratos que son particularmente adecuados para el revestimiento con el revestimiento en polvo de la invención son aquellos en los que se desea un curado a temperatura baja para la producción eficiente, tales como partes metálicas pesadas.

En todavía otro aspecto, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la invención. La preparación de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo se describe por Misev en "Powder Coatings, Chemistry and Technology" (p. 224-300; 1991, John Wiley), incorporado aquí como referencia.

5 Una manera habitual de preparar una composición termoendurecible de revestimiento en polvo es mezclar en una premezcladora los componentes pesados separadamente, calentar la premezcla obtenida, por ejemplo en una amasadora, preferiblemente en una extrusora para obtener un extrusado, enfriar el extrusado obtenido hasta que solidifica, y triturarlo en gránulos o copos que se muelen posteriormente para reducir el tamaño de partículas, seguido de la clasificación apropiada para obtener una composición termoendurecible de revestimiento en polvo del tamaño correcto de partículas. Por lo tanto, la invención también se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la invención, que comprende las etapas de:

- a. mezclar los componentes de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo para obtener una premezcla
- b. calentar la premezcla obtenida, preferiblemente en una extrusora, para obtener un extrusado
- 15 c. enfriar el extrusado obtenido para obtener un extrusado solidificado, y
- d. romper el extrusado solidificado obtenido en partículas más pequeñas para obtener la composición termoendurecible de revestimiento en polvo, y preferiblemente
- e. clasificar las partículas de polvo así preparadas vía un tamiz y recoger la fracción del tamiz con un tamaño de partículas por debajo de 90 μm .

20 Preferiblemente, la premezcla se calienta hasta una temperatura en el intervalo de 80-130°C, más preferiblemente en el intervalo de 100-130°C, incluso más preferiblemente en el intervalo de 110-120°C, incluso lo más preferible en el intervalo de 115-125°C. Si la premezcla se calienta en una extrusora, se prefiere usar un control de temperatura a fin de evitar temperaturas demasiado altas que podrían conducir al curado de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo en la extrusora.

25 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención también se pueden usar de manera que dos composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo individuales de la invención, preparadas separadamente según la manera mencionada anteriormente, pueden actuar como los precursores para la preparación de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo derivadas al amasar en seco las dos o más composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo individuales. La composición termoendurecible de revestimiento en polvo así derivada se aplicará sobre un sustrato según realizaciones relevantes de la invención, y se puede curar según las descripciones de la invención.

30 En otro aspecto, la invención se refiere a un sustrato total o parcialmente revestido con una composición termoendurecible de revestimiento en polvo como se describe aquí, o con un revestimiento en polvo como se describe aquí.

35 En todavía otro aspecto, la invención se refiere a un procedimiento para revestir un sustrato, que comprende las siguientes etapas:

- aplicar la composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11 a un sustrato, de manera que el sustrato se reviste parcial o totalmente con la composición termoendurecible de revestimiento en polvo,
- 40 • calentar el sustrato parcial o totalmente revestido obtenido durante un tiempo, preferiblemente de 1 minuto a 40 minutos, y a una temperatura, preferiblemente de 140°C a 180°C, de manera que se obtenga un revestimiento que está al menos parcialmente curado.

45 La composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención se puede aplicar usando las técnicas conocidas por la persona experta en la técnica, por ejemplo usando pulverización electrostática o lecho fluidizado electrostático.

El calentamiento del sustrato revestido se puede llevar a cabo usando métodos convencionales, tales como con un horno de convección y/o con una lámpara de IR.

50 El tiempo durante el cual el revestimiento se cura al menos parcialmente está preferiblemente por debajo de 60 minutos, y habitualmente por encima de 1 minuto en el caso de que se use un horno de convección para calentar el revestimiento. Más preferiblemente, el tiempo de curado está por debajo de 40 minutos en el caso de que se use un horno de convección para calentar el revestimiento.

La composición termoendurecible de revestimiento en polvo es especialmente adecuada para curar a temperaturas por debajo de 225°C. Por lo tanto, la temperatura a la que se cura la composición termoendurecible de revestimiento

en polvo está por debajo de 225°C, y habitualmente por encima de 140°C. Preferiblemente, la temperatura de curado es menor que 190°C, más preferiblemente menor que 170°C, lo más preferible menor que 160°C. Preferiblemente, la temperatura de curado es al menos 140°C, más preferiblemente 145°C, incluso más preferiblemente al menos 150°C.

5 En otra realización de la invención, la invención se refiere a un procedimiento para revestir un sustrato, que comprende las siguientes etapas:

- aplicar una composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la invención a un sustrato, de manera que el sustrato se reviste parcial o totalmente con un revestimiento,
- calentar el sustrato parcial o totalmente revestido obtenido durante 30 segundos hasta 60 minutos, preferiblemente de 1 minuto hasta 40 minutos, más preferiblemente de 5 minutos a 30 minutos, y a una temperatura de 140°C a 225°C, preferiblemente de 140 a 180°C, de manera que se obtiene un revestimiento que está al menos parcialmente curado.

10

15 En todavía otro aspecto, la invención se refiere a un sustrato que está total o parcialmente revestido con una composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la presente invención, y la composición termoendurecible de revestimiento en polvo se cura a una temperatura preferiblemente por debajo de 225°C y habitualmente por encima de 140°C. Preferiblemente, la temperatura de curado es menor que 190°C, más preferiblemente menor que 170°C, lo más preferible menor que 160°C. Preferiblemente, la temperatura de curado es al menos 140°C, más preferiblemente 145°C, incluso más preferiblemente al menos 150°C.

15

20 En otro aspecto, la invención también se refiere al uso de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo para la preparación de un revestimiento en polvo adecuado tanto para aplicaciones de revestimiento en polvo en exteriores, por ejemplo fachadas y estructuras de edificios, equipo industrial y agrícola, como para aplicaciones de revestimiento en polvo en interiores, por ejemplo mobiliario, herramientas, aparatos domésticos grandes, etc.

20

25 En todavía otra realización, la invención se refiere al uso del sustrato parcial o totalmente revestido según la reivindicación 13, en el que el sustrato total o parcialmente revestido se cura a una temperatura que oscila desde 140 hasta 180°C durante un tiempo que oscila desde 1 minuto hasta 40 minutos, para aplicaciones de automóviles (partes de coches, estructuras compuestas, estructuras cerámicas, etc.), aplicaciones marinas (barcos, botes), aplicaciones aeroespaciales (aviones, helicópteros, estructuras compuestas, estructuras cerámicas, etc.), aplicaciones médicas (articulaciones artificiales, mallas, hojas tejidas o no tejidas, cintas, bandas, vendas, cables, productos similares a tubos para, por ejemplo, la sustitución de ligamentos, estructuras compuestas, estructuras cerámicas, etc.), aplicaciones de defensa (protección balística, armaduras corporales, chalecos antibalas, cascos antibalas, protección de vehículos antibalas, estructuras compuestas, estructuras cerámicas, etc.), aplicaciones deportivas/recreativas (esgrima, patines, monopatín, deslizamiento con tabla para la nieve, líneas de suspensión en paracaídas deportivos, parapentes, cometas, líneas de cometas, equipo de alpinismo, estructuras compuestas, estructuras cerámicas, etc.), aplicaciones arquitectónicas (ventanas, puertas, (pseudo)paredes, cables, etc.), aplicaciones de embotellado, aplicaciones domésticas (aparatos domésticos, aparatos domésticos grandes, mobiliario, etc.), aplicaciones de maquinaria (partes de máquinas de manipulación de botes y botellas, partes móviles en telares, cojinetes, engranajes, estructuras compuestas, estructuras cerámicas, etc.).

25

30

35

40 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo no sólo son muy adecuadas para baja cocción, sino también se pueden usar para el curado rápido. Se sabe que las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo que se pueden curar a temperaturas más bajas ofrecen al mismo tiempo la posibilidad de ser curadas a temperaturas relativamente más elevadas, pero durante tiempos significativamente más cortos, permitiendo así al usuario final (revestidores en polvo) seleccionar a voluntad las condiciones óptimas de curado, maximizando por tanto la eficiencia del procedimiento y el rendimiento de la línea de revestimiento en polvo.

40

La invención se ilustrará ahora mediante los siguientes ejemplos sin, sin embargo, estar limitada a ellos.

45

EJEMPLOS

En la sección de Ejemplos, la abreviatura "Comp" representa un Ejemplo Comparativo de un poliéster, por ejemplo CompPR1, o una composición termoendurecible de revestimiento en polvo, por ejemplo CompPCC1, o un revestimiento en polvo, por ejemplo CompPC1.

50

La estabilidad durante el almacenamiento es una propiedad de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo.

Métodos analíticos y técnicas para la medida de las propiedades de los poliésteres

55 La medida de la temperatura de transición vítrea (T_g) de los poliésteres se llevó a cabo mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) en un aparato Mettler Toledo, TA DSC821, en atmósfera de nitrógeno, calibrado con indio, cinc y agua. El procesamiento de la señal (termograma de DSC, flujo de calor frente a temperatura) se llevó a cabo vía el software STARe versión 9.10 proporcionado por Mettler Toledo A.G. Se calentó una muestra de 10 mg

desde la temperatura ambiente hasta 150°C a una velocidad de calentamiento de 40°C/min. Tan pronto como la muestra alcanzó 150°C, la temperatura permaneció constante durante 15 min. Después, la muestra se enfrió hasta 0°C a una velocidad de enfriamiento de 40°C/min. Después de que la muestra alcanzó 0°C, y mantener la muestra a esa temperatura durante 30 segundos, se calentó subsiguientemente hasta 200°C a una velocidad de calentamiento de 5°C/min. A la temperatura de transición vítrea, la movilidad de las moléculas del poliéster cambia, dando como resultado una capacidad calorífica diferente, y esto da como resultado un cambio/desplazamiento de la línea base en el termograma de DSC. Esta denominada transición de etapa conduce a una línea curva entre las dos líneas base. En ciertos casos, y dependiendo del poliéster, este cambio/desplazamiento no es muy pronunciado, aunque se extiende a lo largo de un intervalo de temperatura que generalmente depende de la velocidad de calentamiento usada en una medida de DSC. Esta curva o etapa se usa para calcular la T_g del poliéster dibujando tangentes aplicadas a la etapa que interseca con estas dos tangentes a la temperatura de comienzo extrapolada y a la temperatura de final extrapolada, respectivamente. El punto medio que según la presente invención se define como la T_g del poliéster se determina tomando la temperatura a la altura media de la etapa entre las intersecciones de la tangente de inflexión. Las tangentes por encima y por debajo de T_g se adaptan de tal manera que se logra el ajuste óptimo con las líneas base. La exactitud del método es $\pm 0,5^\circ\text{C}$. En el caso de que el poliéster presente también una temperatura de fusión (T_m), ésta se registrará como un pico endotérmico, y T_m es la temperatura que corresponde al mínimo del flujo de calor del pico endotérmico.

Las medidas de viscosidad se llevaron a cabo a 160°C usando un reómetro de cono y placa, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s^{-1}).

El índice de acidez (AV) (mg de KOH/g de poliéster) y el índice de hidroxilo (OHV) (mg de KOH/g de poliéster) de los poliésteres se midieron valorimétricamente según ISO 2114-2000 e ISO 4629-1978, respectivamente.

La T_g , la viscosidad, el AV y el OHV se midieron en el poliéster sin la adición de ningún aditivo.

La funcionalidad (f) para un poliéster de cierto M_n (valor teórico) y un índice de acidez medido (AV) se calculó según la siguiente ecuación:

$$f = (M_n \times AV) / 56110$$

El M_n (valor teórico) se calculó multiplicando la funcionalidad buscada (f) por 56110 y dividiendo su resultado entre el índice de acidez medido (AV) (mg de KOH/g del poliéster) según la siguiente ecuación:

$$M_n = (56110 \times f) / AV$$

Los valores teóricos del M_n y de f se refieren al poliéster sin la adición de ningún aditivo.

Medidas y evaluación de las propiedades de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo

La estabilidad durante el almacenamiento de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la presente invención se ensayó según ISO 8130/parte 8, a 40°C durante un total de 28 días. Antes de evaluar la estabilidad durante el almacenamiento, la composición termoendurecible de revestimiento en polvo se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente durante al menos 2 horas. El grado de la aglomeración se evaluó visualmente y se puntuó según la siguiente puntuación en una escala de 1-10 [1: estabilidad muy mala (amplia aglomeración, la composición termoendurecible de revestimiento en polvo se compactó en un bloque sólido) y 10: excelente estabilidad (sin aglomeración, polvo que fluye libremente, flujo del polvo igual que una composición termoendurecible de revestimiento en polvo recientemente preparada)].

Medidas y evaluación de las propiedades de los revestimientos en polvo

Las propiedades de los revestimientos en polvo se evaluaron usando dos tipos de paneles, dependiendo del tipo del ensayo. Cuando el curado tuvo lugar en un horno de gradiente (horno de gradiente (BYK-Gardner GmbH, la temperatura del horno y de los paneles osciló desde 100°C hasta 200°C en un gradiente lineal de temperatura a lo largo de toda la longitud del horno y la del panel), se usaron paneles de aluminio (AlMg3) no tratados, con un grosor de 1 mm. Cuando el curado tuvo lugar en un horno de circulación de aire (Heraeus Instruments UT6120), se usaron paneles Q de cromato de aluminio de 0,8 mm de grosor (tipo: ALQ-46). La evaluación de las propiedades del revestimiento en polvo se llevó a cabo en un revestimiento en polvo que se curó a tal tiempo y temperatura como se señalan aquí a presión atmosférica (1 bar).

El grosor del revestimiento se midió mediante un calibre de grosor de revestimiento PosiTector 6000 de DeFelsko Corporation. La RIR de los revestimientos en polvo se midió a un grosor de película de 75 micrómetros. Todas las otras propiedades de los revestimientos en polvo se midieron a un grosor de película de 60 micrómetros.

La resistencia a impacto inverso (RIR) se ensayó según ASTM D 2794, con una bola de 5/8" y a un grosor de película de 75 μm en paneles ALQ-46 1 día después de que tuvo lugar el curado. Un "Pasa" en la fila para RIR de 60 in/lbs a 155°C/15 min. indica que el revestimiento pudo soportar el impacto cuando la composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondiente se curó durante 15 minutos a 155°C. Un "falla" indica que el revestimiento

no soportó el impacto cuando la composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondiente se curó durante 15 minutos a 155°C.

5 El curado completo de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo (o “composición termoendurecible de revestimiento en polvo totalmente curada”) se define aquí como la condición de temperatura y tiempo de curado a la que el revestimiento en polvo resultante que tiene un grosor de revestimiento de 75 µm no mostró grietas o deslaminación después de haber sido sometido a resistencia a impacto inverso ensayada según ASTM D 2794 como se describe anteriormente.

10 El brillo y el empañamiento de los revestimientos en polvo derivados con el curado total de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo correspondientes en paneles ALQ-46 se midieron según ASTM D523 con un medidor de enturbiamiento y de brillo BYK-Gardner GmbH. El brillo se da a ángulos de 20° y 60° en unidades de brillo, junto con el empañamiento medido.

15 La eflorescencia se evaluó cualitativamente a simple vista. Un tipo AlMg3 de panel se revistió con una composición termoendurecible de revestimiento en polvo blanca de la invención, y se inspeccionó visualmente el revestimiento derivado al curar el revestimiento en polvo en un horno de gradiente, ajustado desde 100 hasta 200°C durante 30 min. La eflorescencia se puede observar como un empañamiento superficial sobre el revestimiento, y se da el intervalo de temperatura en el que se produce la eflorescencia. El grado de eflorescencia se evaluó como: a) sin eflorescencia, b) eflorescencia limitada, y c) eflorescencia extendida. Para las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención, se prefieren sus revestimientos en polvo correspondientes que no presentan eflorescencia a temperaturas de curado mayores de 145°C, preferiblemente mayores de 140°C.

20 La lisura de los revestimientos en polvo derivados del curado total de las composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondientes en paneles ALQ-46 se determinó comparando la lisura del revestimiento con paneles de Lisura de Revestimiento en Polvo PCI (ACT Test Panels Inc., APR22163 (A) Lote: 50708816) a un grosor de aproximadamente 60 µm. La puntuación de la lisura es de 1 a 10, representando 1 el revestimiento más rugoso, y representando 10 el revestimiento más liso. Para las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención, son deseables sus revestimientos en polvo correspondientes que presentan una lisura igual o mayor que 4.

30 Para simular la durabilidad en exteriores de los revestimientos en polvo, se llevaron a cabo ensayos QUV-B sobre composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo totalmente curadas en paneles Q según ASTM G53-88 (lámparas de UV-B a 313 nm): un ciclo comprende 4 horas de UV-B a 50°C, seguido de una condensación durante 4 horas a 40°C con agua desmineralizada. Antes del comienzo del ensayo, se mide el brillo del revestimiento a 60°, y el tiempo que tarda en reducirse el nivel de brillo hasta 50% se da en horas (véase Tabla 2B, QUV-B). Cuanta mayor sea la cantidad de horas, mejor es la durabilidad en exteriores. Para las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención, son muy preferidos sus revestimientos en polvo correspondientes que presentan más de 300 h (QUV-B).

35 El ensayo de sobrecocción y el ensayo de NO_x miden la decoloración (amarillamiento) de un revestimiento en polvo, y también proporcionan una indicación de la estabilidad térmica del revestimiento en polvo. Cuanto mayor sea la decoloración (amarillamiento), menor es la estabilidad térmica del revestimiento en polvo. Ambos ensayos se usaron a fin de evaluar la resistencia al amarillamiento de los revestimientos en polvo de los Ejemplos 69-102.

40 Ensayo de sobrecocción: Un panel curado blanco (ALQ-46, 15 min./155°C en horno eléctrico) se cortó por la mitad, paralelo al lado longitudinal. Cada mitad tuvo el mismo grosor de revestimiento en polvo de aproximadamente 60 micrómetros. Una mitad se usó como referencia (no tratada térmicamente) para la muestra tratada térmicamente después, mientras que la otra mitad se introdujo en un horno con circulación de aire a una temperatura específica durante un tiempo específico (ciclo de ensayo). Cada revestimiento en polvo se ensayó en dos ciclos de ensayo diferentes: a) 1 hora a 220°C, y b) 10 minutos a 240°C. Al terminar el ciclo de ensayo, se midió el color (amarillamiento) de cada una de las dos mitades, la de la referencia y la tratada térmicamente, registrando los valores de CIE-lab L*, a* y b* con la ayuda de un colorímetro (Sheen Spectromatch Gloss Sphere) y según ISO 7724. El colorímetro usado calculó automáticamente las diferencias entre la muestra de referencia y la muestra tratada térmicamente. Las diferencias entre los valores se registraron según:

$$\Delta L^* = L^*_{\text{muestra tratada térmicamente}} - L^*_{\text{muestra de referencia}}$$

50
$$\Delta a^* = a^*_{\text{muestra tratada térmicamente}} - a^*_{\text{muestra de referencia}}$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{muestra tratada térmicamente}} - b^*_{\text{muestra de referencia}}$$

$$\Delta E^* = \sqrt{[(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]}$$

55 Ensayo de NO_x: Un panel revestido blanco (ALQ-36, 2 min./160°C para fundir la composición en un horno eléctrico) se cortó por la mitad, paralelamente al lado longitudinal. Cada mitad tuvo el mismo grosor de revestimiento en polvo de aproximadamente 60 micrómetros. Una mitad se usó como referencia (tratada térmicamente en una atmósfera de aire en circulación en un horno eléctrico), mientras que la otra mitad se trató térmicamente en un horno eléctrico en

el que fluía NO₂ gaseoso a su través (el caudal de NO₂ fue aproximadamente 3,68 L/hora). Durante el calentamiento, el NO₂ forma una mezcla de óxidos nítricos (NO_x). Cada revestimiento en polvo de los Ejemplos 69-102 se ensayó en un ciclo de ensayo: 20 minutos a 185°C. El ciclo de ensayo aplicado fue el mismo tanto para la muestra de referencia como para la tratada térmicamente con NO_x. Al terminar el ciclo de ensayo, se midió el color (amarillamiento) de cada una de las dos mitades, la de la referencia y la tratada con NO_x, registrando los valores de CIE-lab L*, a* y b* con la ayuda de un colorímetro (Sheen Spectromatch Gloss Sphere) y según ISO 7724. El colorímetro usado calculó automáticamente las diferencias de color entre la muestra de referencia y la muestra tratada térmicamente. Los cálculos se basaron en las siguientes ecuaciones:

$$\Delta L^* = L^*_{\text{muestra tratada con NO}_x} - L^*_{\text{muestra de referencia}}$$

$$\Delta a^* = a^*_{\text{muestra tratada con NO}_x} - a^*_{\text{muestra de referencia}}$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{muestra tratada con NO}_x} - b^*_{\text{muestra de referencia}}$$

$$\Delta E^* = \sqrt{[(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]}$$

Cuanto menor son Δb^* y ΔE^* , mejor es la resistencia al amarillamiento de un revestimiento en polvo.

La resistencia a la humedad de los revestimientos en polvo de la presente invención se evaluó vía el ensayo de blanqueo descrito en p. 26, §2.3.8.4 y en p. 29, Documento adjunto 2, en la norma GSB AL 631 (edición de enero de 2006, versión preliminar) titulada "International Quality Guidelines for the coating of Aluminium Building Components" que se incluye aquí como referencia – con los cambios mencionados en lo sucesivo – y presentada por GSB International (<http://www.gsb-international.de>). Para el ensayo de blanqueo de los revestimientos en polvo de la presente invención, se revistieron paneles de aluminio AL-36 con composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de color marrón curadas (15 minutos a 160°C). Además, el ensayo de blanqueo se llevó a cabo adoptando lo siguiente con respecto a lo que se describe en p. 26, §2.3.8.4 y en p. 29, Documento adjunto 2, de la norma GSB AL 631:

- a) los filtros redondos "Schleicher und Schull" usados fueron No 1575 (Ø 55 mm);
- b) la saturación se llevó a cabo aplicando 2 ml ± 0,1 mL de agua desmineralizada;
- c) la temperatura del horno fue 60°C ± 1°C y se registra aquí,
- d) el vidrio de reloj y los filtros se retiraron al sacar las muestras del horno;
- e) con lo mencionado anteriormente en la etapa d), las muestras se acondicionaron durante 1 h a temperatura ambiente (23°C);
- f) sólo se midieron los valores de CIE-lab L*, a* y b*;
- g) sólo se dieron los valores ΔL^* y ΔE^* .

Los cálculos de ΔL^* y ΔE^* se basaron en las siguientes ecuaciones [las expresiones muestra expuesta y muestra no expuesta se refieren al mismo revestimiento en polvo, parte de él se sometió al ensayo de blanqueo mientras que la otra parte no (muestra de referencia)].

$$\Delta L^* = L^*_{\text{muestra expuesta}} - L^*_{\text{muestra no expuesta}}$$

$$\Delta a^* = a^*_{\text{muestra expuesta}} - a^*_{\text{muestra no expuesta}}$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{muestra expuesta}} - b^*_{\text{muestra no expuesta}}$$

$$\Delta E^* = \sqrt{[(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]}$$

Cuanto menor son ΔL^* y ΔE^* , mejor es la resistencia a la humedad de un revestimiento en polvo.

El límite de desgasificación de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención se midió según ASTM D714. El límite de desgasificación de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo se mide sobre el revestimiento en polvo preparado a partir de ella, y se expresa en grosor de revestimiento (µm). Más particularmente, y en el contexto de la presente invención, se midió según el siguiente procedimiento experimental: un panel ALQ-46 se revistió electrostáticamente con una composición termoendurecible de revestimiento en polvo de tal manera que, al curar a 155°C durante 15 minutos, se obtuvo un gradiente de grosor que oscila típicamente desde 40 hasta 160 µm. El revestimiento en polvo resultante se inspeccionó visualmente en busca de defectos del revestimiento. El límite de desgasificación se da como el grosor de la capa (µm) a partir de la cual comienzan a ser visibles a simple vista ampollas, poros u otros defectos superficiales del revestimiento. Se prefieren mayores valores para el límite de desgasificación frente a valores más bajos.

Ejemplos 1-34

Síntesis de poliésteres CompPR1, CompPR2, CompPR3 y PR4-PR34 (ejemplos 1-34): monómeros usados y procedimiento general

- 5 Los monómeros y otros componentes usados para la preparación de los poliésteres CompPR1, CompPR2, CompPR3 y PR4-PR34 se describen en las Tablas 1, 2 y 3.
- 10 Una vasija reactiva equipada con un termómetro, un agitador y un dispositivo de destilación se llenó con un catalizador a base de estaño y con todos los glicoles como se muestran en las Tablas 1, 2 y 3. La vasija se calentó hasta 150°C hasta que la mezcla se fundió. Después se añadió ácido tereftálico y, bajo un caudal de nitrógeno, la temperatura se incrementó gradualmente hasta 260°C mientras se destilaba el agua de reacción hasta que el índice de acidez del precursor del poliéster estuvo por debajo de 20 mg de KOH/g. La mezcla de reacción se enfrió hasta 220°C, y subsiguientemente se añadieron el ácido adípico y el ácido isoftálico durante la segunda etapa. La temperatura se elevó hasta 240-250°C mientras se destilaba el agua. En la etapa final se aplicó presión reducida hasta que el poliéster alcanzó el índice de acidez deseado. El vacío se detuvo y el poliéster se enfrió hasta 195°C.
- 15 Se añadieron al poliéster un antioxidante fenólico (0,3% p/p basado en el peso total del poliéster y los aditivos) y un agente de tribo-carga que contiene amina (0,1% p/p basado en el peso total del poliéster y los aditivos). En el caso de que los poliésteres contuvieran aditivo del procesamiento (véanse las Tablas 1, 2 y 3), este aditivo del procesamiento se añadió al poliéster cuando el poliéster alcanzó 195°C. Subsiguientemente, el poliéster se agitó durante al menos 20 minutos a 195°C antes de descargarlo sobre un papel de aluminio mantenido a temperatura ambiente.
- 20 Los poliésteres de los Ejemplos 1-34 son todos poliésteres funcionalizados con ácido carboxílico, y todos ellos tienen un índice de hidroxilo (OHV) menor que 5 mg de KOH/g de poliéster.

Tabla 1: Composición y propiedades de los poliésteres CompPR1, CompPR2, CompPR3 y PR4-PR14.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
POLIÉSTER														
	Comp PR1	Comp PR2	Comp PR3	PR4	PR5	PR6	PR7	PR8	PR9	PR10	PR11	PR12	PR13	PR14
Monómeros														
Neopentilglicol (g)	37,7	38,0	30,1	31,6	30,0	30,2	29,5	31,5	29,0	34,3	30,8	26,7	32,5	34,3
Trimetilopropano (g)	3,3	3,4	1,9	2,6	1,8	1,8	1,8	1,3	3,4	3,0	3,2	1,8	1,8	3,0
Etilenglicol (g)	---	---	7,5	5,2	7,5	7,5	---	7,5	7,5	---	---	10,1	---	---
2-metil-1,3-propanodiol (g)	---	---	---	---	---	---	10,1	---	---	---	---	---	7,5	---
1,6-hexanodiol (g)	---	---	---	---	---	---	---	---	---	4,0	---	---	---	4,0
Ester de ácido hidroxipivalico con neopentilglicol (g)	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	10,1	---	---	---
Acido tereftálico (g)	53,2	53,3	65,3	62,8	69,0	65,7	62,8	61,8	62,1	54,5	50,3	63,5	59,3	38,7
Acido isoftálico (g)	15,1	12,4	4,0	6,4	7,0	7,0	7,1	7,0	7,0	15,3	13,2	7,2	7,1	31,1
Acido adípico (g)	4,8	7,2	6,5	6,2	---	3,2	3,4	6,4	6,4	3,0	5,8	6,3	6,5	3,0
Aditivo del procesamiento X _n -Y _m (g)	---	---	---	---	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	---	4,2	4,2	4,2
Propiedades del poliéster														
M _n (valor teórico) (g/mol)	2953	3060	4265	2851	4212	4137	4053	5588	4990	3117	2883	3984	4089	2929
Funcionalidad (valor teórico)	2,7	2,7	2,6	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,9	2,6	2,6	2,5	2,5	2,6
T _g (°C)	58	52	53	54	69	61	56	54	53	56	49	53	49	54
Viscosidad (Pa.s) a 160°C	43	41	46	24	111	74	59	98	85	57	25	36	30	28
AV (mg KOH/g de poliéster)	51	50	34	49	33	34	35	25	33	47	51	35	34	50

* no contiene monómero específico

Tabla 2: Composición y propiedades de los poliésteres PR15-PR27.

	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
	PR15	PR16	PR17	PR18	PR19	PR20	PR21	PR22	PR23	PR24	PR25	PR26	PR27
POLIÉSTER													
Monómeros													
Neopentilglicol (g)	34,5	34,5	31,6	30,3	30,3	30,4	29,6	26,8	31,0	30,6	30,0	32,5	29,7
Trimetilolpropano (g)	3,1	3,1	2,6	1,8	1,8	1,8	1,8	3,3	1,2	1,5	2,1	3,0	3,0
Etilenglicol (g)	---	---	5,2	7,5	7,5	7,5	--	7,5	7,5	7,5	7,5	---	---
2-metil-1,3-propanodiol (g)	---	---	---	---	---	---	10,2	---	---	---	---	---	---
1,6-hexanodiol (g)	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	6,0	9,0
Ester del ácido hidroxipivalico con neopentilglicol (g)	5,1	5,1	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Acido tereftálico (g)	51,7	51,7	55,5	62,3	60,3	59,1	59,5	63,7	62,3	62,3	62,4	43,6	43,4
Acido isoftálico (g)	13,6	13,6	13,7	7,1	9,1	7,1	7,2	7,1	7,0	7,0	7,0	25,0	25,0
Acido adípico (g)	6,0	6,0	6,2	6,4	6,4	9,4	6,5	6,4	6,4	6,4	6,4	4,0	4,0
Aditivo del procesamiento X _n -Y _m (g)	---	4,2	---	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2
Propiedades del poliéster													
M _n (valor teórico) (g/mol)	2953	3001	2750	4030	4007	4113	4077	2244	3784	3814	4240	2894	2965
Funcionalidad (valor teórico)	2,6	2,6	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,3	2,4	2,6	2,6	2,6
T _g (°C)	52	52	52	53	53	47	48	54	53	53	54	49	46
Viscosidad (Pa.s) a 160°C	28	30	17	35	30	30	34	21	32	36	51	21	21
AV (mg de KOH/g de poliéster)	49	49	51	35	35	34	34	63	34	35	34	50	49

* no contiene monómero específico

Tabla 3: Composición y propiedades de los poliésteres PR28-PR34.

	28	29	30	31	32	33	34
	POLIÉSTER						
	PR28	PR29	PR30	PR31	PR32	PR33	PR34
Monómeros							
Neopentilglicol (g)	36,3	36,3	34,3	34,3	35,3	35,3	34,4
Trimetilolpropano (g)	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Etilenglicol (g)	---	---	---	---	---	---	---
2-metil-1,3-propanodiol (g)	---	---	---	---	---	---	---
1,6-hexanodiol (g)	2,0	2,0	4,0	4,0	3,0	3,0	4,0
Ester del ácido hidroxipivalico con neopentilglicol (g)	---	---	---	---	---	---	---
Acido tereftálico (g)	43,8	43,8	49,6	44,6	44,6	43,7	43,7
Acido isoftálico (g)	25,1	25,1	20,2	25,2	25,2	25,0	25,0
Acido adipico (g)	4,0	4,0	3,0	3,0	3,0	4,0	4,0
Aditivo del procesamiento X _n -Y _m (g)	4,2	---	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2
Propiedades del poliéster							
M _n (valor teórico) (g/mol)	2983	2816	3051	2959	2983	3007	2917
Funcionalidad (valor teórico)	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
T _g (°C)	55	55	55	55	56	54	53
Viscosidad (Pa.s) a 160°C	36	26	40	35	39	39	27
AV (mg de KOH/g de poliéster)	49	52	48	49	49	49	50

* no contiene monómero específico

Ejemplos 35-68

Preparación de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1, CompPCC2, CompPCC3, PCC4-PCC34 (Ejemplo 35-68) basadas en los poliésteres CompPR1, CompPR2, CompPR3 y PR4-PR34 (Ejemplos 1-34): Compuestos químicos usados y procedimiento general

- 5 Los compuestos químicos usados para preparar las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1, CompPCC2, CompPCC3, PCC4-PCC34 en los siguientes ejemplos se describen en las Tablas 4, 5 y 6. Primid® XL-552 ($T_m = 120-124^\circ\text{C}$, índice de hidroxilo 620-700 mg de KOH/g del Primid® XL-552) es un agente de reticulación de EMS Chemie, Kronos® 2160 es dióxido de titanio de Kronos Titan GmbH, Resiflow® PV 5 es un agente de flujo de Worlee-Chemie GmbH.
- 10 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo se prepararon mezclando los componentes presentados en las Tablas 4, 5 y 6 en una amasadora y extruyendo subsiguientemente en una PRISM TSE16 PC de doble tornillo a 120°C con una velocidad del tornillo de 200 rpm. El extrusado se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente, y se rompió en virutas. Las virutas se molieron en un Retsch ZM100 con un tamiz de anillo de 0,5 mm a 18000 rpm, y después se tamizaron. Se recogió la fracción del tamiz con un tamaño de partículas por debajo de 90
- 15 μm .

Tabla 4: Composición de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCCI, CompPCC2, CompPCC3, PCC4-PCC14.

		35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48
		COMPOSICIÓN TERMOENDURECIBLE DE REVESTIMIENTO EN POLVO													
		Comp PCC1	Comp PCC2	Comp PCC3	PCC4	PCC5	PCC6	PCC7	PCC8	PCC9	PCC10	PCC11	PCC12	PCC13	PCC14
Poliéster y peso (g)		CompPR1 (558)	CompPR2 (558)	CompPR3 (570)	PR4 (558)	PR5 (570)	PR6 (570)	PR7 (570)	PR8 (576)	PR9 (570)	PR10 (558)	PR11 (558)	PR12 (570)	PR13 (570)	PR14 (558)
Agente de reticulación (PRIMID® XL-552) (g)		42	42	30	42	30	30	30	24	30	42	42	30	30	42
Relación de cantidad de poliéster : cantidad de agente de reticulación		93:7	93:7	95:5	93:7	95:5	95:5	95:5	96:4	95:5	93:7	93:7	95:5	95:5	93:7
Kronos® 2160 (g)		300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
Resiflow® PV 5 (g)		9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9
Benzoína (g)		3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Propiedades de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo															
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor)		9	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	9	n.m.	n.m.	1	8

Tabla 5: Composición de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo PCC15-PCC27.

		49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61
		COMPOSICIÓN TERMOENDURECIBLE DE REVESTIMIENTO EN POLVO												
		PCC15	PCC16	PCC17	PCC18	PCC19	PCC20	PCC21	PCC22	PCC23	PCC24	PCC25	PCC26	PCC27
Poliéster y peso (g)		PR15 (558)	PR16 (558)	PR17 (558)	PR18 (570)	PR19 (570)	PR20 (570)	PR21 (570)	PR22 (546)	PR23 (570)	PR24 (570)	PR25 (570)	PR26 (558)	PR27 (558)
Agente de reticulación (PRIMID® XL-552) (g)		42	42	42	30	30	30	30	54	30	30	30	42	42
Relación de cantidad de poliéster : cantidad de agente de reticulación		93:7	93:7	93:7	95:5	95:5	95:5	95:5	91:9	95:5	95:5	95:5	93:7	93:7
Kronos® 2160 (g)		300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
Resiflow® PV 5 (g)		9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9
Benzoina (g)		3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Propiedades de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo														
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor)		1	1	n.m.	3	n.m.	1	1	n.m.	1	n.m.	n.m.	1	1

Tabla 6: Composición de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo PCC28-PCC34.

	62	63	64	65	66	•67	68
	COMPOSICIÓN TERMOENDURECIBLE DE REVESTIMIENTO EN POLVO						
	PCC28	PCC29	PCC30	PCC31	PCC32	PCC33	PCC34
Poliéster y peso (g)	PR25 (558)	PR29 (558)	PR30 (558)	PR31 (558)	PR32 (558)	PR33 (558)	PR34 (558)
Agente de reticulación (PRIMID® XL-552) (g)	42	42	42	42	42	42	42
Relación de cantidad de poliéster : cantidad de agente de reticulación	93:7	93:7	93:7	93:7	93:7	93:7	93:7
Kronos® 2160 (g)	300	300	300	300	300	300	300
Resiflow® PV 5 (g)	9	9	9	9	9	9	9
Benzoína (g)	3	3	3	3	3	3	3
Propiedades de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo							
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor)	9	9	9	7	9	8	7

Ejemplos 69-102

Preparación de revestimientos en polvo CompPC1, CompPC2, CompPC3, PC4-PC34 (Ejemplos 69-102) basados en las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1, CompPCC2, CompPCC3, PCC4-PCC34 (Ejemplos 35-68): Procedimiento general

- 5 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1, CompPCC2, CompPCC3, PCC4-PCC34 preparadas en los Ejemplos 69-102 (Tablas 7, 8 y 9) se pulverizaron electrostáticamente (corona, 60 kV) sobre los paneles de ensayo deseados, y se curaron a temperaturas apropiadas al método de ensayo o como se indica en las Tablas 7, 8 y 9. Dieron revestimientos en polvo de color blanco.

Tabla 7: Propiedades de los revestimientos en polvo CompPC1, CompPC2, CompPC3, PC4-PC14 derivados al curar las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompCC1, CompCC2, CompCC3, PCC4-PCC14

REVESTIMIENTO EN POLVO														
	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82
	Comp PC1	Comp PC2	Comp PC9	PC4	PC5	PC6	PC7	PC8	PC9	PC10	PC11	PC12	PC13	PC14
RIR de 60 in/lbs a 155°C/15min	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Falla	Falla	Falla
Brillo 20°/60°	88/96	75/94	72/94	87/96	85/96	88/96	88/96	85/95	83/95	85/95	86/96	89/96	88/95	87/95
Empañamiento	45	127	208	45	68	42	38	59	79	63	54	31	33	29
Intervalo de temperatura al que se produjo eflorescencia	127-155°C	125-155°C	125-150°C	125-150°C	140-160	140-152	135-150	137-151	ninguno	128-152	---	---	140-156	ninguno
Evaluación de la eflorescencia	Eflorescencia amplia	Eflorescencia amplia	Eflorescencia amplia	Eflorescencia amplia	Eflorescencia limitada	Eflorescencia limitada	Eflorescencia limitada	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia
Lisura	3	3	3	6	2	3	3	3	2	3	5	6	4	5
QUV-B (h)	370	380	n.m.	337	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	311	447	328	n.m.	442
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondiente	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	9	n.m.	n.m.	1	8

Tabla 7: Propiedades de los revestimientos en polvo CompPC1, CompPC2, CompPC3, PC4-PC14 derivados al curar las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompCC1, CompCC2, CompCC3, PCC4-PCC14 (continuación)

	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82
	REVESTIMIENTO EN POLVO													
	Comp PC1	Comp PC2	Comp PC9	PC4	PC5	PC6	PC7	PC8	PC9	PC10	PC11	PC12	PC13	PC14
	1,3/1,7	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
Sobrecocción ($\Delta b^*/\Delta E^*$) a 240°C/10 min														
Resistencia al amarillamiento	4,8/6,3	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
Sobrecocción ($\Delta b^*/\Delta E^*$) a 220°C/60 min														
NOX ($\Delta b^*/\Delta E^*$) a 185°C/20 min	3,5/3,6	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
Resistencia a la humedad (Blanqueo) ($\Delta L^*/\Delta E^*$) a las 4 h a 60°C	1,4/1,4	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
Límite de desgasificación (μm)	95	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	> 95	> 120	110	120	110	145	n.m.	110

n.m.: no medido

* no se observó eflorescencia a ninguna temperatura

Tabla 8: Propiedades de los revestimientos en polvo PC15-PC27 derivados al curar las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo PCC15-PCC27.

		83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	
		REVESTIMIENTO EN POLVO													
		PC15	PC16	PC17	PC18	PC19	PC20	PC21	PC22	PC23	PC24	PC25	PC26	PC27	
		Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	
RIR de 60 in/lbs a 155°C/15min		86/95	86/95	90/97	87/96	90/97	87/95	88/95	84/95	87/95	88/95	87/95	88/95	88/95	
Brillo 20°/60°		36	33	32	42	27	34	33	75	29	30	38	29	31	
Empañamiento		122-140°C	122-140°C	---	125-135°C	---	---	138-150	---	135-148	131-148	131-148	---	---	
Intervalo de temperatura al que se produjo eflorescencia		Eflorescencia limitada	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia	Eflorescencia limitada	Eflorescencia limitada	Eflorescencia limitada	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	
Evaluación de la eflorescencia		4	5	6	5	5	6	5	5	5	5	4	5	5	
Lisura		413	413	385	335	335	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	401	390	
QUV-B (h)		1	1	n.m.	3	n.m.	1	1	n.m.	1	n.m.	n.m.	1	1	
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondiente		n.m.	n.m.	n.m.	1,2/1,2	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	
Sobrecocción ($\Delta b^* / \Delta E^*$) a 240°C/10 min		n.m.	n.m.	n.m.	1,3/1,4	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	
Resistencia al amarillamiento ($\Delta b^* / \Delta E^*$) a 220°C/60 min		n.m.	n.m.	n.m.	1,0/1,1	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	
NOx ($\Delta b^* / \Delta E^*$) a 185°C/20 min		n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	
Resistencia a la humedad (Blanqueo) ($\Delta L^* / \Delta E^*$) a las 4 h a 60°C		n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	
Límite de desgasificación (μm)		n.m.	n.m.	n.m.	152	155	> 100	n.m.	n.m.	> 100	120	115	115	115	

n.m: no medido

* no se observó eflorescencia a ninguna temperatura

Tabla 9: Propiedades de los revestimientos en polvo PC28-PC34 derivados al curar las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo PCC28-PCC34.

		96	97	98	99	100	101	102
		REVESTIMIENTO EN POLVO						
		PC 28	PC 29	PC 30	PC31	PC 32	PC 33	PC 34
RIR de 60 in/lbs a 155°C/15min		Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
Brillo 20°/60°		88/96	88/96	86/95	88/96	87/95	88/95	87/95
Empañamiento		40	46	42	36	42	37	87
Intervalo de temperatura al que se produjo eflorescencia		---	---	---	---	---	---	---
Evaluación de la eflorescencia		Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia	Sin Eflorescencia
Lisura		5	4	4	4	4	4	5
QUV-B (h)		439	420	347	371	411	400	407
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondiente		9	9	9	7	9	8	7
Resistencia al amarillamiento	Sobrecocción ($\Delta b^*/\Delta E^*$) a 240°C/10 min	0,9/1,0	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
	Sobrecocción ($\Delta b^*/\Delta E^*$) a 220°C/60 min	2,1/2,3	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
	NOX ($\Delta b^*/\Delta E^*$) a 185°C/20 min	2,4/2,5	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
Resistencia a la humedad (Blanqueo) ($\Delta L^*/\Delta E^*$) a las 4 h a 60°C		0.5/0.6	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.	n.m.
Límite de desgasificación (μm)		105	110	110	> 95	105	110	110

n.m: no medido

* no se observó eflorescencia a ninguna temperatura

Como se puede observar de los Ejemplos en las Tablas 7, 8 y 9:

- 5 a) Los revestimientos en polvo que tienen al menos dos de las siguientes propiedades: limitación a no formar eflorescencia a temperaturas de curado mayores de 145°C, una lisura de al menos PCI 4, y una resistencia al impacto inverso de 60 in/lbs a un curado de 155°C/15 min., se pueden preparar a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster
- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida,
 - 10 - en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,
 - 15 - en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 50% p/p basada en el poliéster,
 - en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 6 a 35% p/p basada en el poliéster,
 - en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1,
 - en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida.
- 20 Esto se puede observar comparando los ejemplos 69, 70 y 71 con 72-102.
- 25 b) Los revestimientos en polvo que tienen limitación a no formar eflorescencia a temperaturas de curado mayores de 145°C y al menos una de las siguientes dos propiedades: una lisura de al menos PCI 4 y una resistencia a impacto inverso de 60 in/lbs a un curado de 155°C/15 min., se pueden preparar a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster
- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida,
 - 30 - en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,
 - 35 - en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 50% p/p basada en el poliéster,
 - en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 35% p/p basada en el poliéster,
 - en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1,
 - en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida.
- 40 Esto se puede observar a partir de las Tablas 7, 8 y 9 comparando los ejemplos 69, 70 y 71 y 72 con 73-102.
- 45 c) Los revestimientos en polvo que tienen limitación a no formar eflorescencia a temperaturas de curado mayores de 145°C y una lisura de al menos PCI 4, se pueden preparar a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster
- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida,
 - 50 - en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,

ES 2 394 192 T3

- en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 11% p/p basada en el poliéster,
- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 35% p/p basada en el poliéster,
- en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1,
- en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹),
- en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β-hidroxialquilamida.

5

10

Esto se puede observar comparando los ejemplos 69-78 con los ejemplos 79-102.

- d) Los revestimientos en polvo que tienen limitación a no formar eflorescencia a temperaturas de curado mayores de 145°C, una lisura de al menos PCI 4 y una resistencia a impacto inverso de 60 in/lbs a un curado de 155°C/15 min., se pueden preparar a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster

15

- en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β-hidroxialquilamida,
- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β-hidroxialquilamida,
- en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,

20

- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 30% p/p basada en el poliéster,

25

- en la que la cantidad de ácido adípico en el poliéster oscila de 1 a 10% p/p basada en el poliéster,

- en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1,

30

- en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹), y

- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 8 a 11% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es 2-metil-1,3-propanodiol, o

- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 1 a 10% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol y 2-metil-1,3-propanodiol.

35

Esto se puede observar comparando los ejemplos 69-82 con los ejemplos 83-102.

- e) Los revestimientos en polvo que tienen limitación a no formar eflorescencia a temperaturas de curado mayores de 145°C, una lisura de al menos PCI 4 y una resistencia a impacto inverso de 60 in/lbs a un curado de 155°C/15 min., se pueden preparar a partir de una composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster

40

- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β-hidroxialquilamida,

- en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido adípico, y un monómero de ramificación elegido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,

45

- en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 5% p/p basada en el poliéster,

- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 30% p/p basada en el poliéster,
- en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1,
- en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹),
- en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β-hidroxialquilamida.

Esto se puede observar comparando los ejemplos 69-95 con los ejemplos 96-102. Una ventaja adicional de esta composición termoendurecible de revestimiento en polvo es que tienen una estabilidad durante el almacenamiento que es al menos 6 después de 28 días a 40°C.

- f) Los revestimientos en polvo que tienen una mejor resistencia al amarillamiento, resistencia a la humedad y límite de desgasificación se pueden preparar a partir de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la presente invención.

Esto se puede observar comparando el Ejemplo 69 con los Ejemplos 86 y 96.

- g) Al comparar los resultados de lisura del ejemplo PC15 (Ejemplo 83) con PC16 (Ejemplo 84) y PC28 (Ejemplo 96) con PC29 (Ejemplo 97), y estos a su vez basados en PR15, PR16, PR28 y PR29, se hace claro que la presencia del aditivo del procesamiento X_n-Y_m en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo aumenta la lisura del revestimiento en polvo.

- h) Al comparar los resultados de QUV-B de PC15 y PC17 (Ejemplos 83-85), se hace evidente que la introducción como monómero (2° dialcohol) de éster de ácido hidroxipiválico con neopentilglicol en el poliéster, que está presente en PCC15 y no en PCC17, mejora la durabilidad en exteriores evaluada vía QUV-B. De este modo, la presencia del éster de ácido hidroxipiválico con neopentilglicol en el poliéster en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la presente invención se prefiere cuando el revestimiento en polvo resultante se usa para aplicaciones en exteriores.

Ejemplos 103-110

Preparación de revestimientos en polvo PC35-PC38 (Ejemplos 103-106) basados en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo PCC18, y preparación de revestimientos en polvo PC39-PC42 (Ejemplos 107-110) basados en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo PCC28: Procedimiento general

Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo PCC18 y PCC28, preparadas en los Ejemplos 52 y 62, se pulverizaron electrostáticamente (corona, 60 kV) sobre los paneles de ensayo deseados, y se curaron a diferentes temperaturas y tiempos como se indica en las Tablas 10 y 11.

A fin de evaluar la idoneidad de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención para el curado a baja temperatura y/o el curado rápido (tiempo corto de curado) a temperaturas elevadas, se seleccionó PCC18 (Ejemplo 52) y se curó en un horno con circulación de aire a cuatro condiciones de curado diferentes (véase la Tabla 10), dando así PC35-PC38 (Ejemplos 103-106), respectivamente. Para los Ejemplos 103-106, se usaron los paneles ALQ-46. A partir de los resultados de la Tabla 10, es evidente que las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención pueden dar revestimientos lisos (lisura igual/mayor que 4), libres de eflorescencia, preferiblemente también con la capacidad para pasar el ensayo de resistencia a impacto inverso como se ejecuta según ASTM D 2794, cuando se cura a baja temperatura (140°C/30 min.) (Ejemplo 103), o cuando se cura a temperatura elevada durante un tiempo significativamente más corto (200°C/3 min.) (Ejemplo 106), sin que se vean afectadas de forma adversa ninguna de las propiedades mencionadas anteriormente (lisura, RIR y eflorescencia).

Tabla 10: Propiedades de PC35-38 (Ejemplos 103-106) basados en PCC18 (Ejemplo 52)

	103	104	105	106
	REVESTIMIENTO EN POLVO			
	PC35	PC36	PC37	PC38
RIR de 60 in/lbs ("pasa") en las condiciones de curado (temperatura y tiempo) indicadas	140°C/30 min	155°C/12 min	180°C/6 min	200°C/3 min
Brillo 20°/60°	82/92	87/96	87/95	80/92

Empañamiento	45	42	49	47
Evaluación de la eflorescencia	Sin eflorescencia	Sin eflorescencia	Sin eflorescencia	Sin eflorescencia
Lisura	5	5	5	5

A partir de la Tabla 10, se hace claro que las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la presente invención también son muy adecuadas para curar a diversas condiciones de curado, por ejemplo que oscilan desde curado a 140°C durante 30 minutos hasta curado a 200°C durante 3 minutos, mientras que al mismo tiempo son capaces de proporcionar revestimientos en polvo que no tienen eflorescencia, y que también tienen una lisura de al menos PCI 4, y también preferiblemente son capaces de pasar el ensayo de resistencia al impacto inverso y/o tener un bajo empañamiento.

Además, se seleccionó otra composición termoendurecible de revestimiento en polvo libre de eflorescencia, PCC28 (Ejemplo 96), y se curó en un horno con circulación de aire a cuatro condiciones de curado diferentes (véase la Tabla 11), dando así PC39 y PC40-42 (Ejemplos 107-110). Para estos Ejemplo también se usaron los paneles ALQ-46. A partir de los resultados de la Tabla 11, es evidente que las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención pueden dar revestimientos lisos (lisura igual/mayor que 4), libres de eflorescencia, preferiblemente también con la capacidad para pasar el ensayo de resistencia a impacto inverso como se ejecuta según ASTM D 2794, cuando se curan a baja temperatura (145°C/30 min.) (Ejemplo 107) o cuando se curan a temperatura elevada durante un tiempo significativamente más corto (180°C/5 min.) (Ejemplo 110), sin que se vean afectadas ninguna de las propiedades mencionadas anteriormente (lisura, RIR y eflorescencia). La diferencia de la PCC18 mencionada y ensayada de forma similar aquí anteriormente es que la PCC28 combina también una estabilidad mejorada durante el almacenamiento (véase la Tabla 9, Ejemplo 96) en comparación con PCC18.

Tabla 11: Propiedades de PC39, PC28 y PC40-42 (Ejemplos 107, 96 y 108-110) basados en PCC28 (Ejemplo 62)

	107	96	108	109	110
	REVESTIMIENTO EN POLVO				
	PC39	PC28	PC 40	PC41	PC42
RIR de 160 in/lbs ("pasa") en las condiciones de curado (temperatura y tiempo) indicadas	145°C/30 min	n.m.	160°C/10 min	175°C/6 min	n.m.
RIR de 60 in/lbs ("pasa") en las condiciones de curado (temperatura y tiempo) indicadas	145°C/30 min	155°C/15 min	160°C/10 min	175°C/6 min	180°C/5 min
Brillo 20°/60°	n.m.	88/96	n.m.	n.m.	86/95
Empañamiento	n.m.	40	n.m.	n.m.	43
Evaluación de la eflorescencia	n.m.	Sin eflorescencia	n.m.	n.m.	Sin eflorescencia
Lisura	n.m.	5	n.m.	n.m.	5

Las propiedades de las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la invención, tales como la PCC18 y PCC28, las hacen adecuadas para revestir en forma de polvo a sustratos sensibles al calor y no sensibles al calor, y también para incrementar la producción de líneas de revestimiento en polvo típicas.

Ejemplos 111-113

Preparación de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1BR, PCC18BR y PCC28BR (Ejemplos 111-113) basadas en los poliésteres Compr1, PR18 y PR28 (Ejemplos 1, 18 y 28): Compuestos químicos usados y procedimiento general

Los compuestos químicos usados para preparar las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1BR, PCC18BR y PCC28BR en los siguientes ejemplos se describen en la Tabla 12. Primid® XL-552 es un agente de reticulación de EMS Chemie (T_m = 120-124°C, índice de hidroxilo 620-700 mg de KOH/g del Primid® XL-552), BaSO₄ (carga) fue suministrada por Sachtleben, Resiflow® PV 5 es un agente de control del flujo de Worlée-Chemie GmbH, Printex 300 (pigmento negro) se suministró por Degussa, Bayferrox Red 130 M (pigmento

rojo) y Bayferrox 920 (pigmento amarillo) se suministraron por Necarbo, y Sicotan Yellow L 2010 (pigmento amarillo) fue suministrado por BASF.

5 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo se prepararon mezclando los componentes presentados en la Tabla 12 en una amasadora y extruyendo posteriormente en una PRISM TSE16 PC de doble tornillo a 120°C con una velocidad del tornillo de 200 rpm. El extrusado se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente y se rompió en virutas. Las virutas se molieron en un aparato Retsch ZM100 con un tamiz de anillo de 0,5 mm a 18000 rpm, y después se tamizaron. Se recogió la fracción del tamiz con un tamaño de partículas por debajo de 90 µm.

10 Tabla 12: Composición de composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1BR, PCC18BR y PCC28BR.

	111	112	113
	COMPOSICIÓN TERMOENDURECIBLE DE REVESTIMIENTO EN POLVO		
	CompPCC1BR	PCC18BR	PCC28BR
Poliéster y peso (g)	CompPR1 (558)	EC1 (570)	EC2 (558)
Agente de reticulación (PRIMID® XL-552) (g)	42	30	42
Relación de cantidad de poliéster : cantidad de agente de reticulación	93:7	95:5	93:7
BaSO ₄ (g)	150	150	150
Printex 300 (g)	2,6	2,6	2,6
Bayferrox red 130 M (g)	11,4	11,4	11,4
Bayferrox 920 (g)	17,4	17,4	17,4
Sicotan Yellow L 2010 (g)	13,4	13,4	13,4
Resiflow® PV 5 (g)	9	9	9
Benzoína (g)	3,6	3,6	3,6
Propiedades de la composición de revestimiento en polvo			
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor)	9	1	9

Preparación de revestimientos en polvo marrones CompPC1BR, PC18BR y PC28BR (Ejemplos 114-116) basados en las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1BR, PCC18BR y PCC28BR: Procedimiento general

15 Las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1BR, PCC18BR y PCC28BR, preparadas en los Ejemplos 111, 112 y 113, respectivamente, se pulverizaron electrostáticamente (corona, 60 kV) sobre los paneles de ensayo deseados, y se curaron a 160°C durante 15 minutos. Produjeron revestimientos en polvo de color marrón.

20 Tabla 13: Propiedades de CompPC1BR, PC18BR y PC28BR (Ejemplos 114-116) basados en las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo CompPCC1BR, PCC18BR y PCC28BR

	114	115	116
	REVESTIMIENTO EN POLVO		

ES 2 394 192 T3

	CompPC1BR	PC18BR	PC28BR
Brillo 20°/60°	85/94	89/95	85/94
Empañamiento	62	40	71
Intervalo de temperatura al que se produjo eflorescencia	124-155°C	129-140°C	---*
Evaluación de la eflorescencia	Eflorescencia amplia	Eflorescencia limitada	Sin eflorescencia
Lisura	3	5	5
Estabilidad durante el almacenamiento después de 28 días a 40°C (1-10, 10 la mejor) de la composición termoendurecible de revestimiento en polvo correspondiente	9	1	9
QUV-B (h)	300	250	320
Resistencia a la humedad (Blanqueo) ($\Delta L^*/\Delta E^*$) con 4 h a 60°C	1,4/1,4	n.m.	0,5/0,6

n.m.: no medido

* no se observó eflorescencia a ninguna temperatura

A partir de la Tabla 13, se hace evidente que las composiciones termoendurecibles de revestimiento en polvo de la presente invención se pueden formular no sólo en formulaciones blancas, sino también en formulaciones coloreadas (por ejemplo marrón), para proporcionar revestimientos en polvo que tienen al menos dos de las siguientes tres propiedades de revestimiento: limitación a no producir eflorescencia, suficiente resistencia a impacto inverso, y lisura aceptable.

5

REIVINDICACIONES

1. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo que comprende un agente de reticulación y un poliéster

- en la que el poliéster tiene grupos funcionales, grupos funcionales los cuales son capaces de reaccionar con grupos β -hidroxialquilamida,
- 5 - en la que el poliéster es un poliéster funcionalizado con ácido carboxílico,
- en la que el poliéster se prepara a partir de al menos los siguientes monómeros: neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol; ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico y un monómero de ramificación escogido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas,
- 10 - en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 50% p/p basada en el poliéster,
- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 6 a 35% p/p basada en el poliéster,
- en la que el poliéster tiene una funcionalidad de al menos 2,1 y de como máximo 4,0,
- 15 - en la que el poliéster tiene un índice de acidez de como máximo 80 mg de KOH/g del poliéster,
- en la que el agente de reticulación es un compuesto que tiene grupos β -hidroxialquilamida.

2. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 35% p/p basada en el poliéster.

3. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la reivindicación 1 o reivindicación 2, en la que la cantidad de ácido adípico en el poliéster oscila de 1 a 10% p/p basada en el poliéster.

4. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según la reivindicación 2 o reivindicación 3, en la que la cantidad de alcohol difuncional distinto de neopentilglicol en el poliéster oscila de 1 a 11% p/p basada en el poliéster, y en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹),

5. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 2-4,

- en la que la cantidad de ácido adípico en el poliéster oscila de 1 a 10% p/p basada en el poliéster, y
- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 30% p/p basada en el poliéster, y
- en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹), y
- 30 - en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 8 a 11% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es 2-metil-1,3-propanodiol, o
- en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 1 a 10% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol y 2-metil-1,3-propanodiol.
- 35

6. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol oscila de 1 a 5% p/p basado en el poliéster cuando el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol y 2-metil-1,3-propanodiol, y

- en la que la cantidad de ácido isoftálico en el poliéster oscila de 7 a 30% p/p basada en el poliéster, y
- 40 - en la que el poliéster tiene una viscosidad de como máximo 56 Pa.s medida a 160°C usando un reómetro de cono y plato, el viscosímetro de Brookfield CAP 2000+, con husillo CAP-S-05 a 21 rpm (velocidad de cizallamiento 70 s⁻¹).

7. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en la que el poliéster tiene un índice de acidez que oscila de 30 a 60 mg de KOH/g de poliéster, preferiblemente un índice de acidez que oscila de 34 a 56 mg de KOH/g de poliéster.

8. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en la que el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es etilenglicol, éster del ácido hidroxipiválico con neopentilglicol,

1,6-hexanodiol, o una mezcla de los mismos, preferiblemente el alcohol difuncional distinto de neopentilglicol es 1,6-hexanodiol.

5 9. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en la que la cantidad total de neopentilglicol, un alcohol difuncional distinto de neopentilglicol; ácido isoftálico, ácido tereftálico, opcionalmente ácido adípico y un monómero de ramificación escogido del grupo de un ácido carboxílico al menos trifuncional, un alcohol al menos trifuncional, un ácido hidroxicarboxílico al menos trifuncional, y sus mezclas, es al menos 90% p/p en el poliéster.

10 10. Composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en la que la cantidad de poliéster es al menos 90% p/p basada en la cantidad total de resinas presentes en la composición termoendurecible de revestimiento en polvo.

15 11. Una composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en la que la composición termoendurecible de revestimiento en polvo comprende además un aditivo del procesamiento de fórmula general X_n-Y_m , en la que n es un número entero de 1 a 3, y m es un número entero de 1 a 4, aditivo del procesamiento el cual tiene una T_g en el intervalo de 30 a 90°C, en la que Y es un poliéster, poliacrilato o poliesteruretano, y en la que Y está conectado vía un enlace de éster a X, que se elige del grupo de ácido fosfórico, ácido fosfónico, ácido sulfúrico, ácido sulfónico, ácido sulfamínico, ácido bórico, piridinetanol, ácido 1,4,5,6,7,7-hexaclorobis[2.2.1]-hept-5-en-2,3-dicarboxílico (ácido HET), ácido maleico, y sus combinaciones, en la que el aditivo del procesamiento está presente en una cantidad de al menos 0,5% p/p en el poliéster.

20 12. Revestimiento en polvo obtenible curando una composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11.

13. Sustrato total o parcialmente revestido con una composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, o con un revestimiento en polvo según la reivindicación 12.

14. Procedimiento para revestir un sustrato, que comprende las etapas de:

- 25
- aplicar la composición termoendurecible de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11 a un sustrato, de manera que el sustrato se reviste parcial o totalmente con la composición termoendurecible de revestimiento en polvo,
 - calentar el sustrato parcial o totalmente revestido obtenido durante un tiempo, preferiblemente de 1 minuto a 40 minutos, y a una temperatura, preferiblemente de 140°C a 180°C, de manera que se obtenga un revestimiento que está al menos parcialmente curado.

30 15. Uso del sustrato parcial o totalmente revestido según la reivindicación 13, en el que el sustrato parcial o totalmente revestido se cura a una temperatura que oscila de 140°C a 180°C durante un tiempo que oscila de 1 minuto a 40 minutos, para aplicaciones de automóviles, aplicaciones marinas, aplicaciones aeroespaciales, aplicaciones médicas, aplicaciones de defensa, aplicaciones deportivas/recreativas, aplicaciones arquitectónicas, aplicaciones de embotellado, aplicaciones domésticas, aplicaciones de maquinaria.