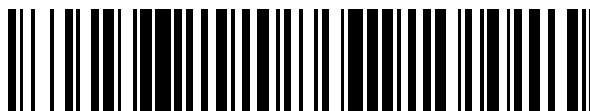


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 425 348**

51 Int. Cl.:

C09D 5/03

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.02.2003 E 03003976 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2013 EP 1347021**

54 Título: **Composiciones de polvo de revestimiento y método**

30 Prioridad:

20.03.2002 US 102216

19.12.2002 US 326785

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

14.10.2013

73 Titular/es:

PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)

3800 West 143rd Street

Cleveland, OH 44111, US

72 Inventor/es:

LADATTO, STEVEN M.

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 425 348 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de polvo de revestimiento y método

- 5 La presente invención se refiere a composiciones de polvo de revestimiento y a métodos para preparar y usar nuevas composiciones de polvo de revestimiento que incluyen mezclar agentes de coloración inorgánicos, tales como un óxido metálico mixto o dióxido de titanio, para composiciones base de polvo de revestimiento.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

- 10 Se sabe en los sistemas de pintura líquida añadir un agente de coloración a una composición base acabada para conseguir una composición de pintura coloreada final. Esta tecnología permite la preparación de un gran conjunto de pinturas de color líquidas a la medida que se pueden crear a partir de un pequeño número de composiciones base acabadas. En sistemas de pintura de polvo de revestimiento, la adición de un agente de coloración a una
 15 composición base de polvo de revestimiento es más difícil y generalmente requiere extrusión, molienda, o tamizado para mezclar adecuadamente los componentes secos. De otro modo, cuando se mezclan una base de polvo de revestimiento y un agente de coloración, se obtienen revestimientos resultantes que tiene pobre fluidez. Se cree que esta dificultad bien reconocida para sistemas de polvo de revestimiento está provocada por las propiedades de bajo
 20 humedecimiento de la composición base de polvo de revestimiento. De este modo, es un antiguo problema en la industria de polvo de revestimiento ser capaces de producir polvos de revestimiento que sean capaces de obtener revestimientos de buena calidad usando la técnica altamente ventajosa actualmente usada para sistemas de pintura líquida.

- La presente invención se puede usar ventajosamente con una amplia variedad de composiciones de polvo de
 25 revestimiento que incluyen sistemas termoendurecibles, termoplásticos, curables por radiación, y sistemas dobles tales como termoendurecibles/curables por radiación y sistemas termoendurecibles de polímero de fluorocarbono. Una vez que se produce un polvo de revestimiento base que tiene suficientes propiedades de humedecimiento, tal como se mide por la viscosidad, se mezcla a continuación un agente(s) de coloración en partículas con tal polvo de revestimiento base en partículas para producir un color deseado. Una importante ventaja comercial de la invención es que se puede producir un polvo de revestimiento base y a continuación almacenarlo para esperar a la etapa de
 30 mezcla final para producir color. No se cree actualmente que este procedimiento se siga en la industria de polvo de revestimiento. Para ser capaces de obtener un polvo coloreado deseado mezclando simplemente una base y un agente de coloración permitiría la producción previa de grandes cantidades de la base y a continuación el uso de una porción de tal base para obtener un color deseado en lugar de tener una sola tanda de producción capaz de producir solo un color. Obviamente, son posibles con la invención tiempos de producción y suministro más cortos.
 35 Además, si un fabricante de polvo de revestimiento está en medio de una tanda de producción de un color dado, la única alternativa para ser capaz de producir rápidamente un color diferente sería interrumpir la tanda, limpiar el equipo, y a continuación producir el otro color. A continuación el equipo necesitaría limpieza una vez más para producir el resto de la primera tanda. Este problema sustancial se elimina con la presente invención, permitiendo de este modo producir rápidamente una amplia variedad de polvos coloreados y transportarlos a los consumidores sin
 40 interrupción de la tanda de producción de la base.

Otros han intentado resolver este significativo y antiguo problema en la técnica con el uso de técnicas que son distintas de las de la presente invención. Una descripción más detallada de tales intentos se describe a continuación.

- 45 La patente de EE.UU. No. 5.856.378, otorgada a Ring et al., describe una composición de polvo de revestimiento para proporcionar un revestimiento que tiene ciertos atributos de aspecto o rendimiento. La composición de revestimiento de polvo comprende partículas compuestas que son aglomerados de componentes de partícula individual que se han fusionado o unido conjuntamente en partículas compuestas que son fluidizables en aire y no se rompen bajo las fuerzas electrostáticas y/o mecánicas que se encuentran durante su aplicación al sustrato. Los
 50 componentes en partículas individuales, presentes en forma de partículas discretas dentro de los composites, comprenden un primer componente sólido en partículas y uno o más componentes sólidos en partículas adicionales que difieren del primer componente en partículas. Cada partícula del primer componente comprende un sistema aglomerante polimérico sólido una de cuyas porciones por lo menos es una resina en una cantidad suficiente para impartir revestibilidad a la composición. Las partículas del(de los) componente(s) adicional(es) que contienen por lo
 55 menos una substancia que proporciona, junto con el primer componente, el cierto atributo de aspecto o rendimiento al revestimiento cuando se procesa en un revestimiento con el primer componente, las identidades, tamaños de partícula y proporciones de los componentes en la composición que se selecciona tal que, cuando la composición se aplica a un sustrato y se calienta para formar un revestimiento continuo, se forma un revestimiento que tiene el cierto atributo de aspecto o rendimiento.

- 60 La patente de EE.UU. No. 6.133.344, otorgada a Blatter et al., describe una composición de revestimiento pulverulento coloreado que comprende partículas esféricas que tienen un tamaño medio de partícula $>40 \mu\text{m}$, en dos o más colorantes de color diferente. Por lo menos las partículas de un colorante son coloreadas y las partículas del otro colorante pueden ser incoloras. Las partículas empleadas para la mezcla tienen cada una una distribución de tamaño de partícula monomodal con un amplitud $(d_{90}-d_{10}/d_{50}) < 2,5$ y la composición de revestimiento pulverulento
 65

se puede fundir a temperaturas <200° C para formar un revestimiento continuo. Las diferencias de color que surgen de las diferentes partículas coloreadas son indistinguibles al ojo humano en el revestimiento curado.

La patente de EE.UU. No. 6.133.344, otorgada a Itakura et al., describe un método para producir un revestimiento de polvo a juego con un color. El método comprende proporcionar un revestimiento de polvo que transmite luz coloreado que está coloreado por un agente colorante y un revestimiento de polvo que transmite luz incoloro que no contiene agente colorante. Se calcula una relación de mezcla del revestimiento de polvo coloreado y el revestimiento de polvo incoloro. El revestimiento de polvo coloreado y el revestimiento de polvo incoloro se pesan en base a la etapa de cálculo. El revestimiento de polvo se mezcla en seco usando un mezclador.

El documento EP 0 845 507 A describe una composición de revestimiento que comprende dos o más revestimientos de polvo de los que cada color es diferente, en el que cada uno de los revestimiento se fusiona entre sí y se cura por calentamiento, para dar por ello una película de revestimiento que tiene un tono homogéneo.

El documento US 5.256.493 A describe un método para revestir sustratos poniendo en contacto dicho sustrato con una composición curable líquida que contiene un catalizador de curado de sulfonimida, un reticulador aminoplástico, y una resina.

El documento US 6.146.145 A describe un método para producir un revestimiento de polvo a juego con un color, en el que se calcula una relación de mezcla de un revestimiento de polvo coloreado y un revestimiento de polvo incoloro y dichos polvos se mezclan a continuación en la relación calculada.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a composiciones de polvo de revestimiento base que comprenden una resina; agente de curado en una cantidad efectiva para curar la resina (a menos que la resina sea termoplástica); una cantidad efectiva de un agente de modificación de la resina para obtener una viscosidad de la composición base de entre 15 y 85 Pa.s (Pascal-segundo); un agente de flujo en una cantidad opcional de hasta 5 phr; un agente de desgasificación en una cantidad opcional de hasta 5 phr; y un pigmento orgánico y/o inorgánico en una cantidad opcional de hasta 85 phr. El término phr quiere decir partes de ingrediente por cien partes de resina. La composición base tiene un intervalo de viscosidad de 15 a 85 Pa.s (medida usando un viscosímetro ICI de cono y placa a 160° C) para conseguir las necesarias propiedades de humedecimiento que permitirán la mezcla uniforme de la base con un agente de coloración y/o aditivo para producir una mezcla de polvo de revestimiento que se puede aplicar fácilmente a un sustrato para producir un revestimiento de alta calidad. La resina se puede formular con la viscosidad anteriormente especificada o tal viscosidad se puede obtener incorporando un agente de modificación de la resina en la composición base. El agente de coloración puede comprender un óxido metálico mixto, dióxido de titanio, o un material híbrido orgánico-inorgánico. Se pueden usar también colorantes solubles en polímero orgánico (también conocidos como "colorantes solubles") como agente de coloración. Los agentes de coloración, cuando están presentes, están incluidos en una cantidad efectiva para colorear la composición base, típicamente de 0,01% a 20% del peso de la base.

Una vez que la composición base se produce por medios convencionales tales como mezclando sus respectivos constituyentes, extruyendo la mezcla, y moliendo el extrudido en forma de polvo, y a continuación clasificando opcionalmente el polvo de revestimiento, las composiciones base proporcionadas de este modo y el agente de coloración se mezclan, preferentemente por mezcla en seco, en una mezcla final de la composición de polvo de revestimiento que tiene un color deseado.

En otra realización de la invención, la composición base se puede mezclar con un aditivo que es capaz de alterar una propiedad de revestimiento de dicha composición. La adición de un agente de coloración es opcional en esta realización.

En una realización adicional, se puede obtener una deseada propiedad del polvo de revestimiento curado final, tal como brillo, mezclando por lo menos dos composiciones base para obtener una propiedad deseada. Además, se puede añadir un agente de coloración a las dos composiciones base para obtener un color deseado. Tal procedimiento facilita adicionalmente la producción de pequeños lotes de polvos de revestimiento.

La mezcla de la composición de polvo de revestimiento se puede cargar electrostáticamente, aplicar a un sustrato, y curar, si es necesario, para producir un revestimiento de buena calidad.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a composiciones base de polvo de revestimiento que se pueden mezclar simplemente, preferentemente en estado seco, con agentes de coloración, tales como óxido metálico mixto, dióxido de titanio, materiales híbridos orgánico-inorgánico, y/o colorantes solubles en polímero orgánico para preparar las composiciones de revestimiento de polvo finales. En las composiciones de revestimiento de polvo convencionales, los agentes de coloración se deben añadir a las composiciones de polvo de revestimiento, junto con otros ingredientes, antes de procesar tal como premezcla, extrusión, enfriamiento, molienda, clasificación, y tamizado. En

- la presente invención, los agentes de coloración se añaden a las composiciones base de polvo de revestimiento en un estado acabado, seguido de un corto ciclo de mezcla. No se requiere ningún otro procesado. A diferencia de los agentes de coloración orgánicos, que tienden a descomponerse fácilmente y proporcionar colores descoloridos, los agentes de coloración de la presente invención son compuestos que se pueden mezclar posteriormente con composiciones base de polvo de revestimiento para preparar las composiciones finales de mezcla de polvo de revestimiento. La capacidad para mezclar posteriormente agentes de coloración en seco y/o aditivos con una composición base seca permite la creación de un polvo final de virtualmente cualquier color, brillo, textura, estructura, lubricidad, o conductividad, reduciendo enormemente por ello el tiempo para producir un color dado y el número de polvos de revestimiento acabado que se necesitan almacenar en existencias. Las propiedades de las composiciones base pueden variar de color, brillo, o textura pero se formulan de tal modo que se pueden introducir materiales secos por un método de adición posterior.
- El término “aditivo”, tal como se usa aquí, se refiere a cualquier compuesto químico que se añade a una base de polvo de revestimiento para alterar el acabado o mejorar una propiedad deseada del revestimiento de polvo acabado.
- La expresión “sílice pirolítica amorfa”, tal como se usa aquí, se refiere a SiO₂ natural o sintéticamente producido caracterizado por la ausencia de una estructura cristalina pronunciada.
- La expresión “composición base de polvo de revestimiento”, tal como se usa aquí, se refiere al polvo de revestimiento acabado usado como intermedio para la producción de un color final entremezclado. La base se puede usar sola como material de revestimiento pero tiene atributos que permiten usarla con agentes de coloración y aditivos definidos aquí.
- El término “calcinación”, tal como se usa aquí, se refiere a un método de calentar un material a una alta temperatura, pero por debajo de su temperatura de fusión, para provocar que el material pierda humedad o se oxide de tal modo que se establezca y se incremente la dureza de la sustancia.
- La expresión “compuesto iónico metálico inorgánico complejo” u “óxido metálico mixto”, tal como se usa aquí, se refiere a compuestos de los que están compuestos ciertos agentes de coloración. Estos materiales se producen por calcinación y comprenden diferentes átomos metálicos que forman enlaces iónicos con oxígeno dentro de una red cristalina.
- El término “poliéster-TGIG”, tal como se usa aquí, se refiere a una composición base de polvo de revestimiento termoendurecible en la que la resina termoendurecible comprende polímeros de función carboxilo (-COO-), que reaccionan con isocianurato de triglicidilo en presencia de calor.
- El término “poliolefina”, tal como se usa aquí, se refiere a un polímero derivado de olefinas simples, específicamente, etilenos y propilenos, que cuando se polimerizan, proporcionan compuestos con relativamente alta reactividad debido a los dobles enlaces presentes en cada monómero.
- El término “precipitación”, tal como se usa aquí, se refiere a la sedimentación de un material sólido de una disolución líquida por medio de la aplicación de calor, frío, o por una reacción química.
- La expresión “estructura de tipo espinela”, tal como se usa aquí, se refiere a una disposición cristalina cúbica en la que los enlaces iónicos son paralelos a los lados del cubo. Este tipo de estructura cristalina es común entre los agentes de coloración usados aquí y da como resultado agentes de coloración muy estables.
- La expresión “agente de coloración”, tal como se usa aquí, se refiere a un compuesto químico usado para cambiar el color de una composición base.
- El término “termoplástico”, tal como se usa aquí, se refiere a un polvo de revestimiento que se fundirá repetidamente cuando se somete al calor y se solidificará cuando se enfríe.
- El término “pigmento”, tal como se usa aquí, se refiere a partículas naturales o sintéticas finamente molidas que cuando se dispersan en un polvo de revestimiento pueden proporcionar, además de color, otras propiedades tales como opacidad, dureza, durabilidad, y resistencia a la corrosión. El término se usa para incluir extensores así como pigmentos blancos o de color.
- Se puede usar apropiadamente cualquier polvo de revestimiento en la práctica de la invención, incluyendo revestimientos termoendurecibles; termoplásticos; curables por radiación, especialmente aquellos curados por UV o IR; revestimientos de curado doble, tales como aquellos curables por medios térmicos o de radiación; y fluorocarbonos.
- Las resinas termoendurecibles que se pueden emplear en la presente invención pueden ser cualquier resina

termoendurecible que tenga suficientes propiedades de humedecimiento para dar una composición base de polvo de revestimiento termoendurecible que se pueda mezclar fácilmente con agentes de coloración y/o aditivos. Las resinas termoendurecibles son materiales que se polimerizan por la acción del calor en un estado permanentemente sólido y relativamente infusible. Las resinas termoendurecibles que tienen alta fluidez y baja viscosidad proporcionan los mejores resultados en la presente invención. Las resinas termoendurecibles ilustrativas no limitantes se pueden seleccionar del grupo que consiste en resinas alquídicas, acrílicas, aminos (melanina y urea), epoxis, fenólicos, poliésteres (carboxilo, hidroxilo, e híbridos), siliconas, y uretanos.

Las resinas alquídicas se preparan por esterificación de un ácido polibásico con un alcohol polihidroxilado para dar una resina hidroxicarboxílica termoendurecible. El glicerol y el pentacritritol son los alcoholes polihidroxilados más comunes para las resinas alquídicas. Se pueden usar mezclas de pentacritritol y etilenglicol para preparar resinas alquídicas de aceite medio y corto con buenas propiedades de compatibilidad, retención del brillo, y durabilidad. Se pueden usar también polialcoholes tales como sorbitol y dietilenglicol. Los ácidos polibásicos más importantes para las resinas alquídicas son ácido ftálico y ácido isoftálico. Otros ácidos dibásicos usados en las resinas alquídicas para impartir propiedades especiales son ácido adipico, ácido azeláico, ácido sebáico (para impartir flexibilidad), anhídrido tetracloroftálico, y anhídrido cloréndico (para impartir propiedades retardantes del fuego).

Las resinas acrílicas se preparan por la polimerización de derivados acrílicos tales como ácido acrílico, acrilato de metilo, acrilato de etilo, ácido metacrílico, metacrilato de metilo, metacrilato de glicidol, y metacrilato de etilo. Las resinas acrílicas apropiadas son Reichhol A249a (Reichhold Chemicals, Inc.), Reichhol A229A (Reichhold Chemicals, Inc.), y Anderson P7610 (Anderson Development Co.).

Las aminoresinas se preparan por la reacción de adición entre formaldehído y compuestos tales como anilina, etilenurea, diciandiamina, melanina, sulfonamida, y urea. Los compuestos de urea y melanina son los más usados. Hay muchos tipos de aminoresinas. La resina etilenurea H, basada en dimetiloletilenurea(1,3-bis(hidroximetil)-2-imidazolidinona), se prepara de urea, etilendiamina, y formaldehído. La propilenurea-formaldehído, 1,3-bis(hidroximetil)-tetrahidro-2(1H)-pirimidinona, se prepara de urea, 1,3-diaminopropano, y formaldehído. La resina de triazona se prepara de urea, formaldehído, y una amina alifática primaria, usualmente hidroxietilamina. Las resinas de uron son mezclas de una cantidad minoritaria de resina de melanina y uron, predominantemente N,N'-bis(metoximetil)uron más 15-25% de resinas de ureaformaldehído metilada. Las resinas de glicoxal, basadas en dimetiloldihidroxietilenurea en la que grupos metanol están unidos a cada nitrógeno, se preparan de urea, glicoxal, y formaldehído. Las resinas de melanina-formaldehído incluyen el éter dimetilico de trimetilolmelamina. Las resinas de carbamato de metilol son derivados preparados de urea y un alcohol, el grupo alquilo puede variar de un metilo a un éter monoalquílico de etilenglicol. Otras aminoresinas incluyen derivados de metilol de acrilamida, hidantoína, y diciandiamida.

Las resinas epoxídicas se preparan generalmente por reacción de un epóxido y un alcohol. Estructuralmente, los grupos epoxi son anillos de tres miembros con un oxígeno y dos átomos de carbono. Las resinas epoxídicas más comunes se preparan haciendo reaccionar epiclorhidrina con un compuesto polihidroxilado, tal como bisfenol A. Las resinas epoxídicas producidas de esta manera se denominan éteres diglicídicos de bisfenol A (bis-A). Cambiando la relación de epiclorhidrina a bis-A, cambia el intervalo de resina de líquidos de baja viscosidad a sólidos de alto punto de fusión. Las resinas de epoxifenol novolak, las resinas novolack cuyos grupos hidroxilo fenólico se han convertido en éteres glicídicos, son las más importantes. Las resinas epoxídicas se curan por medio de agentes reticulantes tales como dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, dietilaminopropilamina, y piperazinas. Las resinas epoxídicas apropiadas son Ciba-Geigy GT-9013 (Vantico Inc), GT-7014 (Vantico Inc), GT-7074 (Vantico Inc.) y Kukdo 242G (Kukdo Chemical Co. Ltd.).

Las resinas fenólicas se preparan por la reacción de fenoles y aldehídos, a menudo con el uso de hexametilentetramina como agente de curado. Los compuestos fenólicos se pueden hacer reaccionar con una amplia variedad de aldehídos y otros compuestos para dar muchos polímeros modificados. La reacción de un fenol con un aldehído (generalmente aquella entre fenol y formaldehído) conduce a la formación de dos clases de resinas fenólicas, novolacs y resoles. Los novolacs se preparan con un catalizador ácido y sustancialmente menos de un mol de aldehído por mol de fenol y requieren la adición de un catalizador de curado para volverse termoendurecibles. Los resoles se preparan con 1 a 3 moles de aldehído por mol de fenol y emplean un catalizador de condensación básica y son inherentemente termoendurecibles.

Las resinas de poliéster (carboxilo, hidroxilo, e híbrido) se preparan haciendo reaccionar ácidos dibásicos insaturados (ácidos o anhídridos insaturados) con alcoholes polihidroxilados. Las resinas de poliéster de carboxilo preferidas son Crylcoat 7304 (UCB Chemicals Corp.), Crylcoat 7305 (UCB Chemicals Corp.), Crylcoat 7309 (UCB Chemicals Corp.), Crylcoat 7337 (UCB Chemicals Corp.), Rucote 905 (Ruco Polymers), y Rucote 915 (Ruco Polymers). Las resinas de polyester de hidroxilo preferidas son Rucote 102 (Ruco Polymers), Rucote 104 (Ruco Polymers), Rucote 112 (Ruco Polymers), Crylcoat 290 (UCB Chemicals Corp.), Crylcoat 291 (UCB Chemicals Corp.), y Crylcoat 690 (UCB Chemicals Corp.). Se pueden emplear también resinas de poliéster tales como Rucote 551 (Ruco Polymers), Rucote 560 (Ruco Polymers), Rucote 570 (Ruco Polymers), y Crylcoat 7401 (UCB Chemicals Corp.)

5 Los ácidos di- y tri-básicos que se pueden emplear en las resinas de poliéster de carboxilo incluyen ácido 1,2-benzenodicarboxílico (88-99-3), ácido 1,3-benzenodicarboxílico (121-91-5), ácido 1,3-benzenodicarboxílico, éster dimetílico (1459-9304), ácido 1,4-benzenodicarboxílico (100-21-0), ácido 1,4-benzenodicarboxílico, éster dietílico (636-09-9), éster dimetílico de ácido 1,4-benzenodicarboxílico (120-61-6), ácido 1,2,4-benzenotricarboxílico (528-44-9), ácido butanodiólico (110-15-6), éster dietílico de ácido butanodiólico (123-25-1), éster dimetílico de ácido butanodiólico (106-65-0), ácido 2-butenodiólico-(E)-(110-17-8), ácido hexanodiólico (124-04-9), éster dimetílico de ácido hexanodiólico (627-93-0), éster dietílico de ácido hexanodiólico (141-28-6).

10 Los polialcoholes que se pueden emplear en las resinas de poliéster de carboxilo incluyen 1,3-butanodiol (107-88-0), 1,4-butanodiol (110-63-4), 1,4-ciclohexanodimetanol (105-08-8), 1,2-etanodiol (107-21-1), etanol,2,2'-oxibis-(111-46-6), 1,6-hexanodiol(629-11-8), 1,3-pentanodiol,2,2,4-trimetil-(114-19-4), 1,2-propanodiol(57-55-6), 1,3-propanodiol,2,2,bis(hidroximetil)-(115-77-5), 1,3-propanodiol,2,2-dimetil-(126-30-7), 1,3-propanodiol,2-etil-2-(hidroximetil)-(77-99-6), 1,3-propanodiol, 2-(hidroximetil)-2-metil-(77-85-0), 1,3-propanodiol,2-metil(2163-42-0), 1,2,3-propanotriol (56-81-5).

20 Las resinas de silicona son sistemas de siloxano muy ramificado. La química de la resina de silicona está basada en los hidruros, o silanos, los haluros, los ésteres, y los alquilos o arilos. Los óxidos de silicio están compuestos de redes de átomos alternos de silicio y oxígeno dispuestos de tal modo que cada átomo de silicio está rodeado por cuatro átomos de oxígeno y cada átomo de oxígeno está unido a dos átomos de silicio independientes. Los componentes de reticulación se introducen usualmente como silanos trifuncionales o tetrafuncionales en la primera etapa de preparación. El curado de las resinas de silicona usualmente ocurre por la formación de uniones siloxano por condensación de silanoles.

25 Las resinas de poliuretano se preparan por la reacción de un poliisocianato con un polialcohol. Las resinas de poliuretano contienen grupos carbamato o grupos uretano, -NHCOO-, en su columna vertebral. Los poliisocianatos ilustrativos incluyen diisocianato de etileno; diisocianato de etilideno; diisocianato de propileno; diisocianato de butileno; diisocianato de hexametileno; diisocianato de tolueno; ciclopentileno-1,3-diisocianato; isocianato de 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilo; cianurato isocianato de 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilo; 30 ciclohexileno-1,4-diisocianato; y ciclohexileno-1,2-diisocianato; 4,4'-difenilmetanodiisocianato; 2,2-difenilpropano-4,4'-disisocianato; diisocianato de p-fenileno; diisocianato de m-fenileno; diisocianato de xilileno; diisocianato de 1,4-naftileno; diisocianato de 1,5-naftileno; difenil-4,4'-diisocianato; azobenceno-4,4'-diisocianato; difenilsulfona-4,4'-diisocianato; diisocianato de diclorohexametileno; diisocianato de furfurilideno; 1-clorobenceno-2,4-diisocianato; 35 4,4',4''-triisocianato-tolueno y 4,4'-dimetildifenilmetano-2,2',5,5-tetraisocianato, y similares. Los polialcoholes ilustrativos incluyen éteres polihidroxiados (polialquileneterglicoles o polialquileneteres polihidroxiados substituidos o sin substituir), polihidroxipoliésteres, los aductos de óxido de etileno o propileno de polialcoholes, y los ésteres monosubstituidos de glicerol.

40 Los polvos de revestimiento termoendurecible apropiados para su uso en la invención son bien conocidos en la técnica e incluyen resinas tales como resinas epoxídicas, resinas de poliéster, resinas de uretano, resinas acrílicas, y resinas de flurocarbono.

45 Se pueden utilizar en la reacción los polvos de polímero de fluorocarbono funcionalmente reactivo. Tal polímero típicamente comprende monómeros etilénicamente insaturados copolimerizados que contienen insaturación de dobles enlaces carbono-carbono que incluyen pequeñas cantidades de monómeros de vinilo hidroxilado y cantidades mayores de monómeros de fluorocarbono. Tal polímero de fluorocarbono se puede adaptar para ser reticulado con una resina de reticulación de isocianato bloqueado. Tales resinas pueden contener adicionalmente polímeros acrílicos de hidroxilo funcional o polímeros de poliéster que pueden co-reaccionar con el diisocianato sin bloquear en el curado térmico del polvo. Tales polvos de revestimiento se describen adicionalmente en la patente de 50 EE.UU. No. 4.916.188.

Los polvos de revestimiento termoplásticos apropiados para su uso en la invención son bien conocidos en la técnica y pueden incluir vinilos, poliolefinas, nailons, poliésteres, etc.

55 Los polvos de revestimiento curables por radiación son bien conocidos en la técnica. Una clase importante de polvo de revestimiento curable por radiación son polvos curables por UV. Los polvos curables por UV tienen la capacidad de fluir y curarse y producen revestimientos uniformes a temperaturas mucho más bajas de lo previamente posible con polvos de revestimiento termoendurecible tradicionales. Esta capacidad es principalmente debida a la reacción de curado que se desencadena por radiación fotoiniciada en lugar de por calor. Típicamente, los polvos UV se 60 formulan a partir de resinas sólidas de base insaturada con baja Tg, tales como poliésteres insaturados; resinas de reticulador copolimerizable insaturado, tales como éteres vinílicos; fotoiniciadores; agentes de flujo y de nivelación; aditivos de mejora del rendimiento; y, si es necesario, pigmentos y cargas. También es común en la técnica del polvo de revestimiento reemplazar todo o parte de las resinas base o reticuladores con materiales cristalinos para proporcionar polvos con más baja viscosidad en fundido y mejor comportamiento de salida de flujo.

65

Como ocurre con los polvos de revestimiento termoendurecibles, los polvos de revestimiento curables por UV se pueden aplicar a un sustrato en el modo usual, con el uso de técnicas de pulverización electrostática y a continuación curar por radiación.

5 En otro tipo de curado, un sustrato revestido se calienta durante el tiempo que se requiera para sacar los sustratos volátiles y fundir los polvos en un revestimiento fundido uniforme. Inmediatamente después de la fusión, el revestimiento fundido se expone a luz UV, que, en un instante, cura y endurece el polvo aplicado en forma de un revestimiento atractivo duradero extraordinariamente uniforme. En este caso, se usa un curado doble que implica tanto curado térmico como por radiación.

10 La cantidad de resina usada en la composición base de polvo de revestimiento puede variar dependiendo de la resina particular empleada así como del uso final particular de la composición base de polvo de revestimiento. En general, la resina está básicamente presente en la composición base de polvo de revestimiento en una cantidad de 40% a 95%, preferentemente de 50% a 85%, más preferentemente de 55% a 75%, y lo más preferentemente de 60% a 70%, en peso de la composición base de polvo de revestimiento.

15 Los agentes de curado, que se pueden emplear con la presente invención, pueden ser cualquier agente de curado que proporciona suficiente reticulación para el curado. Los agentes de curado ilustrativos no limitantes para resinas termoendurecibles incluyen TGIC-Araldite PT-810 (Ciba-Geigy); poliuretano Alure 4400 (Eastman Chemical); Creanova B-1530 (Creanova), Creanova B-1540 (Creanova); Epoxy-Dicy CG-1200 (461-58-5) (Aldrich Chemical Co., Inc.), Ciba-Geigy HT-2844 (93-69-6) (Vantico), Creanova B-68 (Creanova), y Creanova B-55 (Creanova).

20 La cantidad de agente de curado usado en el revestimiento termoendurecible y/o las composiciones base de polvo curable por radiación puede variar dependiendo del particular agente de curado y resina empleados así como del particular uso final de la composición base de polvo de revestimiento. Un agente de curado está típicamente presente en la composición base de polvo de revestimiento termoendurecible en una cantidad efectiva para curar la resina, típicamente de 2 a 40 phr, preferentemente de 5 a 35 phr, más preferentemente de 10 a 25 phr, y lo más preferentemente de 15 a 20 phr si se usa el agente de curado.

25 Los polvos de revestimiento termoplástico no necesitan agente de curado ya que tales polvos se aplican a un sustrato y a continuación se funden por calentamiento para formar un revestimiento.

30 Los agentes de modificación de la resina que se emplean en la presente invención incluyen los siguientes: sales de alquilamonio de polímeros polifuncionales, copolímeros de polisiloxano, homopolímeros acrílicos, copolímeros acrílicos, sales de ésteres de acrilamida, y todos los anteriores agentes de modificación de la resina mezclados o sin mezclar con sílice. La sílice es útil para colocar los agentes en forma de polvo. Los agentes de modificación de la resina ilustrativos no limitantes se pueden seleccionar de Synthrowet PA-100 (Synthron Inc.), Crayvallac PC (Ray Valley Ltd.), y Piiester 4360-40 (Pioneer Plastics, Inc.).

35 Es apropiado un agente de viscosidad de 15 a 85 Pa.s, siendo preferido un intervalo de 15 a 50 Pa.s, y siendo el más preferido un intervalo de 15 a 30 Pa.s. Las preferencias anteriores conducen a polvos de revestimiento que tienen propiedades de revestimiento optimizadas. Las viscosidades más bajas permiten la inclusión de mayores cantidades de agentes de coloración. Sin embargo, las viscosidades en el extremo inferior del intervalo de 2 a 85 Pa.s, tienden a producir revestimientos de menor calidad debido al excesivo flujo.

40 La cantidad de agente de modificación de la resina usado en las composiciones base de polvo de revestimiento de la presente invención es una cantidad efectiva para obtener la viscosidad deseada en la composición base. Típicamente hasta 10 phr es efectiva para proporcionar suficiente viscosidad para dar una composición base de polvo de revestimiento que se puede mezclar fácilmente con agentes de coloración y aditivos en estado seco y formar un revestimiento de buena calidad. La cantidad de agente de modificación de la resina usado en la composición base de polvo de revestimiento puede variar dependiendo del particular agente de modificación de la resina y resina empleados así como del particular uso final de la composición base de polvo de revestimiento. El agente de modificación de la resina presente en la composición base de polvo de revestimiento es una cantidad efectiva para obtener la viscosidad deseada. El agente de modificación de la resina está presente de 0,1 a 5 phr, preferentemente de 0,5 a 4 phr, más preferentemente de 0,8 a 3 phr, y lo más preferentemente de 1 a 2 phr.

45 Los agentes de adición de flujo, que se pueden emplear opcionalmente en la presente invención, pueden ser cualquier agente de adición de flujo que promueve el flujo de las composiciones base de polvo de revestimiento proporcionando por ello buenas propiedades de revestimiento resultantes. Los agentes de adición de flujo ilustrativos no limitantes bien conocidos incluyen Modafow III (9003-01-4) (Solutia Chemicals, Inc.), Modaflow 2000 (Solutia Chemicals, Inc.), y Silwet L6705 (OSI Specialties, Inc.).

50 La cantidad de aditivo de flujo usado en las composiciones base de polvo de revestimiento de la presente invención es una cantidad efectiva para promover el flujo de las composiciones base de polvo de revestimiento, proporcionando por ello buenas propiedades de mezcla. La cantidad de aditivo de flujo usado en la composición

65

base de polvo de revestimiento puede variar dependiendo del particular agente de adición de flujo y la resina empleada así como del particular uso final de la composición base de polvo de revestimiento. Típicamente, el aditivo de flujo, cuando está presente en la composición base de polvo de revestimiento, es una cantidad de hasta 5 phr, preferentemente de 0,2 a 5 phr, más preferentemente de 0,3 a 4 phr, incluso más preferentemente de 0,5 a 3 phr, y lo más preferentemente de 1 a 2 phr.

Los agentes de desgasificación, que se pueden emplear opcionalmente en la presente invención, incluyen cualquier agente de desgasificación para promover la desgasificación de las composiciones base de polvo de revestimiento proporcionando por ello propiedades de revestimiento uniforme. Los agentes de desgasificación ilustrativos no limitantes se pueden seleccionar de benzoína, Uraflow B (Aldrich Chemical Co., Inc.), y Troy EX542 (Troy Corp., USA). Preferentemente, el agente de desgasificación es benzoína o Troy EX-542.

La cantidad de agente de desgasificación usado en las composiciones base de polvo de revestimiento de la presente invención es una cantidad efectiva para promover la desgasificación de las composiciones base de polvo de revestimiento, proporcionando por ello propiedades de revestimiento uniforme. La cantidad de agente de desgasificación usado en la composición base de polvo de revestimiento puede variar dependiendo el agente de desgasificación y la resina empleada así como del particular uso final de la composición base de polvo de revestimiento. Típicamente, el agente de desgasificación está presente en la composición base de polvo de revestimiento hasta 2 phr, preferentemente de 0,2 a 1,5 phr, más preferentemente de 0,4 a 1,2 phr, y lo más preferentemente de 0,5 a 1 phr.

Se pueden incluir opcionalmente pigmentos orgánicos o inorgánicos en la composición base de la presente invención. Tales pigmentos pueden ser blanco, gris, negro, rojo, naranja, amarillo, azul, violeta, o cualquier otro color deseado. Tales pigmentos son bien conocidos y están comercialmente disponibles.

Los pigmentos orgánicos incluyen PV Fast Blue A2R, PV Fast Blue A4R, PV Fast Blue BG, PV Fast Blue B2GA, Paliogen Blue L6385, Paliogen Blue L6470, Heliogen Blue L6875F, Heliogen Blue L6989F, Irgalite Blue BCFR, Irgalite Blue 2GW, Irgalite Blue PDS6, Irgalite Blue GLSM, Heliogen Green L8605, Heliogen Green L8730, Heliogen Green L9361, PV Fast Green GNX, Hostaperm Green GG-01, PV Fast Red HF4B, Novaperm F5RK, Novaperm F3Rk-70, Novaperm Red BLS02, Paliogen Red L3885, Paliogen Red L3910HD, Irgazin Red BPT, Irgalite Red FBL, Cromophtal Red A2B, Cromophtal Orange 2g, Irgazin Orange 5R, Paliotol L2930HD, Sico Orange L3052HD, Novaperm Orange H5G70, Novaperm Orange HL, Novaperm Yellow FGL, Hanso Yellow 10G, Novaperm Yellow M2R70, Novaperm Yellow 4TG, Paliotol Yellow L1970, Paliotol Yellow L0960, Cromophtal Yellow 8GN, Irgazin Yellow 5GT, Monastral Magenta RT243D, Monastral Violet R RT201D, permanent Bordeaux FGR, PV Fast Violet ER, Paliotol Black L0086, Black Pearls 2000, Raven 14, Raven 1255, Monarch 1300, Black FW-200, Blak Oxide F6331, y Orasol Black CN. Los agentes de coloración orgánicos blancos pueden incluir R-700 White, R-706 White, R-960 White, Kronos 2310, Tíóxido RL-6, y White TR-93.

Los pigmentos inorgánicos incluyen litopón, óxido de cinc, y dióxido de titanio, óxidos metálicos mixtos, ocreos oscuros, ocreos, sienas, y otros.

Tal pigmento imparte un color a la composición base y de este modo permite las subsecuentes variaciones de color cuando se mezcla un agente de coloración con la composición base. Tales combinaciones de pigmentos y agentes de coloración permiten grados variables de cromaticidad. Si no se incluyeran tales pigmentos en la composición base, el agente produce un color traslúcido de baja cromaticidad. Aplicando los principios aditivos del color, son alcanzables colores monocromáticos uniformes. Cuando estos compuestos de coloración de pequeño tamaño se añaden a la composición base de polvo de revestimiento, se crea una matriz microscópica, y el color que ve a simple vista es la suma de las diferentes partículas de agente de coloración en conjunción con la base. Por ejemplo, cuando una base blanca está llena de pequeñas partículas de coloración negras, a simple vista se verá gris. Es este principio junto con diferentes bases coloreadas y agentes de coloración lo que permite la creación de los colores producidos por esta tecnología.

La cantidad de pigmento usado en las composiciones base de polvo de revestimiento de la presente invención es una cantidad efectiva para proporcionar un color deseado y opacidad a la composición base de polvo de revestimiento. La cantidad de pigmento usado en la composición base de polvo de revestimiento puede variar dependiendo de la particular resina empleada así como del particular uso final de la composición base de polvo de revestimiento. Típicamente, un pigmento está presente en la composición base de polvo de revestimiento en una cantidad de hasta 40 phr, preferentemente de 10 a 30 phr, más preferentemente de 15 a 25 phr, y lo más preferentemente de 17 a 23 phr.

También se pueden incluir opcionalmente pigmentos de extensión en las composiciones base de polvo de revestimiento tales como sulfato de bario (7727-43-7), carbonato de calcio (1317-65-3), y dióxido de titanio (134-67-7, 1317-80-2). Tales pigmentos se pueden usar como carga, si se desea.

El siguiente ejemplo comparativo ilustra la importancia de la viscosidad en la composición base. Se prepararon las siguientes composiciones base:

INGREDIENTE	COMPOSICIÓN BASE A	COMPOSICIÓN BASE B
Resina de poliéster de COOH	70%	70%
Isocianurato de triglicidilo	5,2%	5,2%
Aditivo de flujo	1,0%	1,0%
Modificador de resina	1,5%	-
Benzoína	0,5%	0,5%
Óxido de titanio	1%	1%
Novaperm Red F5RK	5%	5%
Sulfito de bario	15,8%	17,3%
GLOSS-ASTM D523	95	90
VISCOSIDAD – Pa.s	≈50	≈110

5 La composición base A y la composición base B variaban solo en función de sus viscosidades. Cada composición base se mezcló posteriormente con TiO₂ dando como resultado una composición de polvo de revestimiento de 90% en peso de la composición base y 10% en peso de TiO₂. La composición base de color era brillante con una mezcla objetivo de polvo de revestimiento rosa fuerte. La mezcla de polvo de revestimiento se cargó electrostáticamente, se aplicó a un sustrato, y se curó para formar un revestimiento. La composición A, de más baja viscosidad, muestra excelente dispersabilidad del TiO₂, sin efecto sobre la uniformidad del revestimiento. Por otra parte, la composición B era enormemente afectada por la acción de secado del TiO₂. Se deterioró la uniformidad del revestimiento y la dispersabilidad era pobre. El panel es visiblemente de dos tonos y de este modo no es estéticamente agradable.

15 Los resultados del ensayo que reflejan los anteriores comentarios se describen a continuación.

PROPIEDAD	COMPOSICIÓN BASE A	COMPOSICIÓN BASE B
Viscosidad	≈50 Pa.s	≈110 Pa.s
Uniformidad del revestimiento (Escala Ford: 1 la peor, 10 la mejor)	8	5
Brillo	95	90
Dispersión del agente de coloración	Excelente	Media

Una típica composición base de polvo de revestimiento termoendurecible premezclada de la presente invención se expone a continuación.

BASE BLANCA	
Resina de poliéster de carboxilo	65,0
Isocianurato de triglicidilo (agente de curado)	4,8
Modificador de resina	1,5
Aditivo de flujo	1,0
Benzoína (agente de desgasificación)	0,5
Dióxido de titanio (pigmento)	27,2

25 Las composiciones base de polvo de revestimiento termoendurecible premezcladas se pueden preparar por métodos convencionales. Los componentes en la composición base de polvo de revestimiento termoendurecible se reúnen primero y a continuación se mezclan. La mezcla se pasa a continuación por un extrusor en el que la mezcla se mezcla en fundido. La mezcla fundida se puede enfriar por medio de rodillos de presión en los que se convierte en pequeñas piezas delgadas frágiles, que se pulverizan a continuación y se tamizan en forma de partículas o forma de polvo.

30 Como se describe anteriormente, los agentes de coloración en partículas, tales como óxidos metálicos mixtos, dióxido de titanio, materiales híbridos orgánicos-inorgánicos, y/o colorantes solubles en polímero orgánico se mezclan posteriormente con las composiciones base de polvo de revestimiento termoendurecibles premezcladas en partículas. Como se mencionará en la descripción detallada de los agentes de coloración descritos a continuación, los respectivos procedimientos de fabricación producen compuestos muy estables. La estabilidad del agente de coloración es necesaria para conseguir la integridad física y química del revestimiento resultante.

40 Los agentes de coloración de la presente invención son compuestos usados para cambiar el color de una composición base de polvo de revestimiento termoendurecible premezclado. Los agentes de coloración tienen un valor de color positivo y están en la forma de un polvo seco. Como se expone anteriormente, los agentes de coloración pueden ser óxidos metálicos mixtos, dióxido de titanio, materiales híbridos orgánico-inorgánico, y/o

colorantes solubles en polímero orgánico. El agente de coloración puede comprender mezclas de los anteriores agentes de coloración.

5 Es importante que varios de los agentes de coloración sean químicamente estables porque la interacción de la superficie revestida con otros productos químicos sería perjudicial para los agentes de coloración que están localizados en o cerca de la superficie del revestimiento. Por ejemplo, una huella dactilar, disolvente, o cualquier otra substancia podría reaccionar con el agente de coloración. Los componentes inorgánicos calcinados son preferibles porque tales compuestos se forman a muy altas temperaturas y tienen disposiciones de red cristalina que vuelven a tales agentes de coloración impermeables a la mayoría de las sustancias químicas. Por otra parte, algunos pigmentos orgánicos o agentes de coloración reaccionarán fácilmente con muchas sustancias químicas haciendo por ello los pigmentos o agentes incompatibles con los resultados de la invención.

10 Otra razón para usar los agentes de coloración de la invención es porque tales agentes se pueden moler finamente hasta obtener tamaños de partícula del orden de 5 μm (micrómetros) o menos con distribuciones fiables de tamaño de partícula resultantes. Se prefiere obtener tamaños de partícula del orden de 3 μm (micrómetros) o menos. El tamaño de partícula y la distribución son importantes porque las partículas individuales son difíciles de ver a simple vista una vez orientadas en el revestimiento curado o solidificado. Además, los agentes de coloración de la invención exhiben muy buena estabilidad al ultravioleta (UV) que conduce a buena resistencia a la intemperie.

15 En general, los óxidos metálicos mixtos se pueden categorizar dentro de uno de los nueve grupos a continuación. Cada grupo puede contener múltiples agentes de coloración.

20 1. Pirofosfato de amonio y manganeso; $\text{NH}_4\text{MnP}_2\text{O}_7$ (violeta rojizo)

25 El pirofosfato de amonio y manganeso es un compuesto inorgánico preparado por la reacción de los componentes en estado fundido. Los componentes usados son dióxido de manganeso, fosfato de diamonio, y ácido fosfórico. Los componentes se mezclan completamente en un reactor de alta temperatura. Cuando aumenta la temperatura los materiales forman una suspensión que se espesa a la temperatura de reacción de 316° C (600° F). En el momento de la reacción, el material se vuelve de color violeta. El material se puede moler a continuación en forma de un polvo muy fino que tiene un tamaño entre 0,7 y 1,5 μm (micrómetros).

30 2. Azul de hierro; $\text{FeNH}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ (azul oscuro)

35 El azul de hierro se prepara por la reacción de ferrocianuro de sodio y sulfato ferroso en presencia de sulfato de amonio para dar leucoferrocianuro. El intermedio, blanco de Berlín, se disuelve a continuación en ácido sulfúrico y se oxida con bicromato de sodio para producir el precipitado de azul de hierro. Este precipitado se lava a continuación, se filtra, se seca y se pulveriza hasta de 0,05 a 0,2 micrómetros de tamaño de partícula.

40 3. Vanadato/molibdato de bismuto; $4\text{BiVO}_4\cdot 3\text{BiMoO}_6$ (amarillo brillante)

45 El vanadato/molibdato de bismuto se prepara precipitando sales de bismuto, vanadio y molibdeno en ácido nítrico y a continuación calcinando los cristales a temperaturas de alrededor de 600° C. El vanadato de bismuto es de color amarillo verdoso y se muele hasta 0,3 μm (micrómetros). El vanadato de bismuto tiene una estructura de tipo espinela, haciendo de este modo la exposición a los iones metálicos virtualmente nula; y debido a que está calcinado, su estabilidad es excelente.

50 4. Sulfuro de cerio (agente de coloración rojo de cerio); Ce_2S_3 (Rojo)

55 El sulfuro de cerio es un agente de coloración inorgánico basado en una tierra rara que es de color rojo. Su peso específico es 5,02, su temperatura de descomposición es 400° C (752° F).

60 5. Espinela negra de cromito de cobre; CuCr_2O_4 (Negro)

La espinela negra de cromito de cobre se prepara mezclando carbonato de cobre con dicromato de sodio en forma seca o en una suspensión acuosa. La mezcla mezclada se calcina a continuación en un horno a una temperatura entre 816-871° C (1500-1600° F) hasta que la reacción es completa (alrededor de una hora). El producto se lava a continuación, se seca, y se somete a una molienda fina para alcanzar un tamaño de 0,6 a 0,8 μm (micrómetros).

65 6. Espinela azul de aluminato de cobalto; $\text{CoO}:\text{Al}_2\text{O}_3$ (Azul rojizo)

Espinela verde de titanato de cobalto; Co_2TiO_4 (Verde)

Espinela verde-azulada de cromito de cobalto; CoCr_2O_4 (azul/turquesa verdoso)

70 Estos óxidos metálicos mixtos de cobalto se preparan en un procedimiento de calcinación estándar con iones metálicos en relaciones predeterminadas. Los iones metálicos se mezclan primero y a continuación se calcinan en hornos a 1316° C (2400° F). El material en bruto producido se muele a continuación en forma de polvo fino que puede variar entre 0,4 y 1,8 μm (micrómetros). Estos productos se pueden modificar también con muchos iones metálicos diferentes tales como cinc y litio para producir muchos materiales diferentemente coloreados. Otros

materiales incluyen aluminato de cobalto y cromo (alúmina de cobalto y cromo); $2\text{Co}:\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3$. Pueden variar de color desde un tono muy violeta de azul hasta turquesa.

7. Espinela marrón de titanato de hierro; Fe_2TiO_4

Espinela marrón de cromito de hierro; $\text{FeCoCr}_2\text{O}_4$

Espinela marrón de cromito de cinc; $(\text{Zn}, \text{Fe})(\text{Fe}, \text{Cr})_2\text{O}_4$

Estos óxidos metálicos mixtos se preparan de la manera descrita anteriormente para la categoría 7. Estos materiales se calcinan entre $800\text{-}1100^\circ \text{C}$. Varían de color desde un marrón hasta un marrón russett. Tienen tamaños de partícula de $0,8$ a $1,9 \mu\text{m}$ (micrómetros).

8. Fosfato de cobalto; $\text{CoO}:\text{PO}_4$ (violeta azulado).

Se prepara fosfato de cobalto por el procedimiento de calcinación descrito para la preparación de aluminato de cobalto (categoría 6) anterior.

9. Beige de titanato de antimonio y cromo; $\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{Sb}_2\text{O}_5:31 \text{TiO}_2$ (amarillo dorado)

Rutilo beige de titanato de antimonio y níquel; $\text{NiSb}_2\text{O}_5:31 \text{TiO}_2$ (amarillo claro brillante)

Dependiendo de las relaciones exactas, estos óxidos metálicos mixtos producen colores que varían de marrón claro a amarillo claro. Estos óxidos mixtos se preparan por calcinación en presencia de dióxido de titanio, óxido de cromo (Cr_2O_3), y óxido de antimonio (Sb_2O_3) y reaccionaron a temperaturas de alrededor de 538°C (1000°F) para formar estas estructuras cristalinas del tipo de espinela. Las estructuras cristalinas se muelen a de $0,5$ a $1,0 \mu\text{m}$ (micrómetros). Se pueden efectuar otras sustituciones para producir compuestos tales como titanato de niobio y cromo ($\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{Nb}_2\text{O}_5:31\text{TiO}_2$) y titanato de wolframio y cromo ($\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{W}_2\text{O}_6:31\text{TiO}_2$).

El óxido metálico mixto puede ser un óxido metálico mixto sintético. Los óxidos metálicos mixtos típicos se pueden seleccionar del grupo que consiste en $\text{NH}_4\text{MnP}_2\text{O}_7$, $\text{FeNH}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, $4\text{BiVO}_4:3\text{BiMoO}_6$, Ce_2S_3 , CuCr_2O_4 , $\text{CoO}:\text{Al}_2\text{O}_3$, Co_2TiO_4 , CoCr_2O_4 , Fe_2TiO_4 , $\text{FeCoCr}_2\text{O}_4$, $(\text{Zn}, \text{Fe})(\text{Fe}, \text{Cr})_2\text{O}_4$, $\text{CoO}:\text{PO}_4$, $\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{Sb}_2\text{O}_5:31\text{TiO}_2$, y $\text{Ni}:\text{Sb}_2\text{O}_5:31\text{TiO}_2$, $2\text{Co}:\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3$, y $\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{Nb}_2\text{O}_5:31\text{TiO}_2$, y $\text{Cr}_2\text{O}_3:\text{W}_2\text{O}_6:31\text{TiO}_2$. Los óxidos metálicos mixtos se pueden seleccionar del grupo que consiste en $\text{NH}_4\text{MnP}_2\text{O}_7$, $4\text{BiVO}_4:3\text{BiMoO}_6$, Ce_2S_3 , $\text{CoO}:\text{Al}_2\text{O}_3$, Fe_2TiO_4 , y $(\text{Zn}, \text{Fe})(\text{Fe}, \text{Cr})_2\text{O}_4$.

Como se expone anteriormente, el agente de coloración puede ser también dióxido de titanio (anhídrido titánico, anhídrido de ácido titánico, óxido titánico; blanco de titanio, titania, TiO_2). El dióxido de titanio se produce, en general por un procedimiento de cloruro por el que el mineral de rutilo o mena refinada se hace reaccionar con cloro gaseoso a alrededor de 1200°C en presencia de coque para formar tetracloruro de titanio líquido. Después de la destilación, el destilado se oxida en la fase vapor para producir dióxido de titanio de pigmentación en bruto. Después del tratamiento, se pueden añadir los componentes orgánicos o inorgánicos para conseguir ciertas propiedades. El material se puede típicamente moler hasta un tamaño de partícula de $0,18$ a $0,24 \mu\text{m}$ (micrómetros).

Los colorantes solubles en polímero orgánico que se pueden utilizar como agente de coloración se venden por Clariant con los nombres comerciales Sandoplast, Solvaperm, Hostasol, Estofil, y Polysynthren. Tales materiales son compuestos químicos que imparten coloración a revestimientos poliméricos por medio de la solubilidad. Tales compuestos son diferentes de los pigmentos porque estos colorantes se disuelven completamente en la matriz del sistema de resina del revestimiento. Los colorantes anteriormente mencionados son compatibles con las composiciones base de la invención porque los colorantes no se separan cuando se mezclan con tales composiciones base, y se obtiene un color uniforme en el producto final.

La familia química de colorantes solubles en polímero orgánico se denomina "colorantes solubles". El colorante rojo, por ejemplo, Rojo G Sandoplast, se conoce como colorante de perinona (syn: Solvent Red 135, CAS:#20749-68). Los ejemplos de tales colorantes solubles incluyen, pero no están limitados a, Sandoplasst Red G, Sandoplast Red BB, Polysynthren Blue, y Polysynthren Green.

La cantidad de agente de coloración usado en las composiciones base de polvo de revestimiento de la presente invención es una cantidad efectiva para colorear la composición base de polvo de revestimiento para obtener un color deseado. La cantidad de agente de coloración usado en la composición base de polvo de revestimiento puede variar dependiendo del agente de coloración particular empleado así como del uso final particular de la composición base de polvo de revestimiento. En una realización típica, el agente de coloración puede estar presente en la composición base de polvo de revestimiento hasta 25%.

En una realización adicional de la invención, los aditivos se pueden también mezclar posteriormente con las composiciones base de polvo de revestimiento premezcladas de la presente invención. Tales aditivos se pueden incluir con o sin los anteriormente mencionados agentes de coloración. Un aditivo es un agente que se combina

5 con la composición base de polvo de revestimiento premezclada para alterar una propiedad del revestimiento de la
 10 composición base tal como rebajar el brillo, mejorar la resistencia al desgaste, minimizar la desgasificación, obtener
 una superficie de textura deseada, obtener una superficie de estructura deseada, o mejorar la conductividad
 eléctrica. Los aditivos que se pueden emplear en la presente invención consisten en una amplia variedad de
 15 compuestos que incluyen sílice amorfa finamente molida, poliolefinas de bajo peso molecular, polímeros de alto
 peso molecular altamente ramificados tales como poliésteres curados con acrílicos de metacrilato de glicidilo, que
 cuando se mezclan posteriormente con la composición base pueden proporcionar deseables propiedades de
 revestimiento. Los aditivos deseablemente tienen un pequeño tamaño de partícula, 0,1-2,5 µm (micrómetros) para
 20 maximizar el área superficial total por unidad de masa. Sin embargo, se pueden utilizar partículas hasta de 35 µm
 (micrómetros) o más para conseguir las deseadas propiedades físicas del revestimiento, tales como brillo. Los
 aditivos son de este modo más eficientes en modificar la composición base de polvo de revestimiento para la
 propiedad deseada. Los aditivos ilustrativos no limitantes incluyen agentes de deslustrado, agentes de mejora de la
 resistencia al desgaste, agentes de desgasificación, agentes de textura, agentes de estructura, y agentes de
 25 conducción. Por ejemplo, se puede añadir cera de polietileno en polvo finamente molido (<1 micrómetro) a una
 composición base en proporciones específicas para impartir tales propiedades como lubricidad, brillo o
 desgasificación reducidos. Además, un polvo de revestimiento de poliuretano transparente micronizado puede ser
 efectivo para deslustrar polvos base de poliéster-TGIC debido a la incompatibilidad de las dos químicas. Estos
 aditivos se pueden usar junto con los agentes de coloración de modo que todas las propiedades del revestimiento se
 pueden ajustar para conseguir un objetivo dado.

20 Otra realización de la invención implica preparar polvos de revestimiento que tienen una propiedad deseada, tal
 como brillo, después del curado. El brillo como se discute aquí, es el medido por el ensayo de brillo de Gardner-
 Haze a 60°.

25 En tal realización, se combinan dos o más composiciones base para obtener un brillo deseado. El método implica
 proporcionar una primera composición base de partículas resinosas que tiene una viscosidad de 15 a 85 Pa.s y a
 continuación añadir una segunda composición base de partículas resinosas que tiene una viscosidad de 50 a 150
 Pa.s. La adición de una segunda composición base que comprende un polímero de uretano, un polímero que
 30 contiene acrílico, y/o su mezclas, da como resultado un brillo que es diferente del que se habría producido usando
 solo la primera composición base. Tal combinación de composiciones base facilita la producción de pequeños lotes
 de polvos de revestimiento, que tiene cada uno diferente brillo.

35 Se cree que la relación de brillo a la relación de la primera composición base y segunda composición base es
 matemáticamente lineal. Por ejemplo, si la primera composición tiene un brillo de 95 y la segunda composición tiene
 un brillo de 5, y tales composiciones se mezclan en una relación de uno a uno, el brillo resultante será 50
 [(95+5)/2]. De este modo se puede obtener fácilmente una variedad de brillos por medio del recurso de mezclar por
 lo menos dos composiciones base.

40 La segunda composición base puede comprender un polímero de uretano, un polímero que contiene acrílico, y sus
 mezclas. Los polímeros que contienen acrílico apropiados son polímeros híbridos poliéster/acrílico y polímeros
 híbridos epoxi/acrílico. Son preferidos los polímeros híbridos poliéster/acrílico porque tales polímeros tienen un brillo
 muy bajo y proporcionan una más amplia gama de brillos potenciales que otros polímeros que contienen acrílico que
 45 tienen más alto brillo. Tales segundas composiciones base son incompatibles por lo menos hasta cierto punto con la
 primera composición base; y por ello la adición de una segunda composición base sirve para obtener cambios de
 brillo (en el estado curado) del brillo que se habría obtenido curando la primera composición base sola. Se obtiene
 un deseado brillo en el polvo de revestimiento mixto por medio del control de las proporciones de la primera y
 segunda composición base. La cantidad de la segunda composición base es aquella efectiva para provocar que el
 polvo de revestimiento mixto tenga un brillo deseado. Tal cantidad efectiva puede variar de muy bajos porcentajes a
 50 muy altos porcentajes del peso total del polvo de revestimiento mezclado.

Las composiciones base se pueden combinar con un agente de coloración para obtener un color deseado, así como
 un brillo deseado, como se discute aquí más detalladamente.

55 El uso de una segunda composición base para efectuar el control de brillo se ilustra a continuación.

Se puede utilizar una primera composición base descrita a continuación:

PRIMERA COMPOSICIÓN BASE	
Resina de poliéster de carboxilo	65,0
Isocianurato de triglicidilo (agente de curado)	4,8
Modificador de resina	1,5
Aditivo de flujo	1.0
Benzoína (agente de desgasificación)	0,5
Dióxido de titanio (pigmento)	27,2

Se puede utilizar una segunda composición base dentro de los intervalos especificados a continuación:

SEGUNDA COMPOSICIÓN BASE	
INGREDIENTE	CANTIDAD % en peso (basado en el peso total de la mezcla)
Resina de poliéster de carboxilo	30-60
Acrílico de metacrilato de glicidilo	15-25
Aditivo de flujo	0-1
Benzoína (agente de desgasificación)	0-8
Dióxido de titanio (pigmento)	0-40
Carga (sulfato de bario/carbonato de calcio)	0-45

5 Las anteriores composiciones base pueden ser del mismo color. La primera composición base tiene un brillo de 90-95, y la segunda composición base tiene un brillo de 3-7. Una composición de mezcla se puede derivar usando 10 varias relaciones de las respectivas composiciones base para conseguir productos mixtos que tienen un brillo que varía entre 3 y 95. Se pueden añadir también a la mezcla agentes de coloración para cambiar su color. Se selecciona la relación para obtener un brillo deseado. Para aumentar adicionalmente la dispersión de estos 15 ingredientes, así como para mejorar la eficiencia global de transferencia y la fluidización del polvo de revestimiento, se puede incorporar opcionalmente junto con los agentes de coloración y aditivos una pequeña cantidad efectiva de sílice pirolítica amorfa submicrométrica tratada.

Los agentes de coloración y aditivos se pueden mezclar con la composición base de polvo de revestimiento por 20 medio de un recipiente de mezcla convencional que imparte cizalladura a los materiales, produciendo por ello una mezcla homogénea. Un mezclador de alta intensidad apropiado está comercialmente disponible de Henschel. Debido a la naturaleza de tipo de fluido del polvo base, se comporta parecido a un líquido permitiendo que ocurra 25 una dispersión completa en tiempos relativamente cortos. Considerando la alternativa de la extrusión, que consigue dispersión solo a muy altas temperaturas además de cizalladura mecánica, este método de dispersión es bastante eficiente porque el producto está listo para su uso después de mezclarlo y no requiere ninguna molienda o tamizado.

Como ejemplo adicional, expuesto a continuación, está la composición de un amarillo pastel de brillo 60 con buenas 30 propiedades de fluidización. En la tabla a continuación, se efectuaron tres pruebas que podrían ser típicas para cualquier igualación de color usando esta tecnología. La prueba A es una composición de partida. Los ingredientes se reunieron en un dispositivo de mezcla y se mezclaron durante un periodo de tiempo especificado. La prueba B es el primer ajuste en el que el color era demasiado rojo, y el brillo era ligeramente demasiado alto. Esto se remedió por la adición de agente de coloración verde para corregir el color y de un 20% de incremento del aditivo de deslustrado para ajustar finamente el brillo. Estos ingredientes se añadieron simplemente al mezclador que contiene la prueba A y se mezclaron durante el mismo periodo de tiempo que la prueba A. La evaluación de la prueba B mostró que se 35 ajustó adecuadamente la tonalidad, pero el color se había oscurecido ligeramente. Dado que el brillo ahora era aceptable, seguimos con la prueba C con el único objetivo de aclarar ligeramente el color. Se añadió agente de coloración blanco a la composición de prueba B y se mezcló durante el periodo de tiempo especificado. La prueba C es el producto final para el amarillo pastel de brillo 60.

COMPONENTE	PRUEBA		
	A	B	C
Base blanca	97,9	97,6	97,3
Agente de coloración amarillo	1	1	1,1
Agente de coloración verde		0,1	0,1
Agente de coloración blanco			0,2
Aditivo fluidizante	0,1	0,1	0,1
Aditivo de deslustrado	1	1,2	1,2

Los aditivos usados en este sistema funcionan bajo la misma premisa con la excepción de la reactividad química. 40 Algunos aditivos derivan su papel reaccionando con el revestimiento de polvo base para crear cambios tales como deslustrar o texturizar.

En toda esta solicitud, se ha hecho referencia a varias publicaciones. Las descripciones en estas publicaciones se 45 incorporan aquí como referencia para describir más completamente el estado de la técnica.

Siendo descrita de este modo la invención, será obvio que la misma se puede variar de muchos modos. No se debe considerar que tales desviaciones se apartan del espíritu y alcance de la invención, y todas de tales modificaciones se desea que estén incluidas dentro del alcance de las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para preparar una mezcla final de composición de polvo de revestimiento, en el que
- 10 a) se produce previamente una composición base de polvo de revestimiento en partículas, comprendiendo dicha composición base de polvo de revestimiento una resina y un agente de modificación de la resina, que es un miembro seleccionado del grupo que consiste en una sal de alquilamonio de un polímero polifuncional, un copolímero de polisiloxano, un homopolímero acrílico, un copolímero acrílico, una sal de un éster de alquilamida, mezclas de cualquiera de dichos miembros precedentes, y una mezcla de sílice y cualquiera de dichos miembros preferentes, y que está presente en una cantidad de 0,1 a 5 phr (partes de ingrediente por cien partes de resina), en el que se mezclan los constituyentes de la composición base de polvo de revestimiento, se extruye la mezcla, y se muele el extrudido en forma de un polvo, y en el que dicha composición base tiene una viscosidad de 15 a 85 Pa.s cuando se mide usando un viscosímetro ICI de cono y placa a 160° C;
- 15 b) se proporciona un agente de coloración estable en partículas en una cantidad de 0,01% a 20% del peso de la composición base de polvo de revestimiento; y a continuación
- 20 c) dicha composición base de polvo de revestimiento en partículas y dicho agente de coloración en partículas se mezclan en una etapa de mezcla final de producción de color para formar una mezcla final de polvo de revestimiento que tiene un color deseado.
- 25 2. El método de la reivindicación 1, en el que dicha composición base de polvo de revestimiento tiene una viscosidad de 15 a 50 Pa.s, preferentemente de 15 a 30 Pa.s, cuando se mide usando un viscosímetro ICI de cono y placa a 160° C.
- 30 3. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, en el que dicho agente de modificación de la resina está presente en la composición base de polvo de revestimiento en una cantidad de 0,5 a 4 phr, preferentemente de 1 a 2 phr.
- 35 4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicha resina está presente en la composición base de polvo de revestimiento en una cantidad de 40 a 95% en peso de la composición, preferentemente de 50 a 85% en peso, más preferentemente de 55 a 75% en peso, lo más preferentemente de 60 a 70% en peso.
- 40 5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la composición base de polvo de revestimiento comprende adicionalmente un agente de curado, preferentemente en una cantidad de 2 a 40 phr, más preferentemente de 5 a 35 phr, incluso más preferentemente de 10 a 25 phr, lo más preferentemente de 15 a 20 phr.
- 45 6. El método de una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicho agente de coloración comprende por lo menos uno de los siguientes agentes de coloración: dióxido de titanio, un óxido metálico mixto, un colorante soluble en un polímero orgánico, o un material híbrido orgánico-inorgánico.
- 50 7. Una mezcla final de la composición de polvo de revestimiento producida por el método de una de las reivindicaciones 1 a 6.
- 55 8. Una mezcla final de la composición de polvo de revestimiento que tiene un color deseado, en la que dicha mezcla final de la composición de polvo de revestimiento comprende a) una composición base de polvo de revestimiento en partículas, comprendiendo dicha composición base de polvo de revestimiento una resina y un agente de modificación de la resina, que es un miembro seleccionado del grupo que consiste en una sal de alquilamonio de un polímero polifuncional, un copolímero de polisiloxano, un homopolímero acrílico, un copolímero acrílico, una sal de un éster de alquilamida, mezclas de cualquiera de dichos miembros precedentes, y una mezcla de sílice y cualquiera de dichos miembros preferentes, y que está presente en una cantidad de 0,1 a 5 phr (partes de ingrediente por cien partes de resina), en la que se mezclan los constituyentes de la composición base de polvo de revestimiento, se extruye la mezcla, y se muele el extrudado en forma de un polvo, y en la que dicha composición base tiene una viscosidad de 15 a 85 Pa.s cuando se mide usando un viscosímetro ICI de cono y placa a 160° C; y
- 60 b) un agente de coloración estable en partículas en una cantidad de 0,01% a 20% del peso de la composición base de polvo de revestimiento.
- 65 9. La mezcla final de la composición de polvo de revestimiento de la reivindicación 8, en la que dicha composición base de polvo de revestimiento tiene una viscosidad de 15 a 50 Pa.s, preferentemente de 15 a 30 Pa.s, cuando se mide usando un viscosímetro ICI de cono y placa a 160° C.
10. La mezcla final de la composición de polvo de revestimiento de cualquiera de las reivindicaciones 8 y 9, en la que dicho agente de modificación de la resina está presente en la composición base de polvo de revestimiento en una cantidad de 0,5 a 4 phr, preferentemente de 1 a 2 phr.

- 5 11. La mezcla final de la composición de polvo de revestimiento de cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en la que dicha resina está presente en la composición base de polvo de revestimiento en una cantidad de 40 a 95% en peso de la composición, preferentemente de 50 a 85% en peso, más preferentemente de 55 a 75% en peso, lo más preferentemente de 60 a 70% en peso.
- 10 12. La mezcla final de la composición de polvo de revestimiento de cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en la que la composición base de polvo de revestimiento comprende adicionalmente un agente de curado, preferentemente en una cantidad de 2 a 40 phr, más preferentemente de 5 a 35 phr, incluso más preferentemente de 10 a 25 phr, lo más preferentemente de 15 a 20 phr.
13. La mezcla final de la composición de polvo de revestimiento de una de las reivindicaciones 8 a 12, en la que dicho agente de coloración comprende por lo menos uno de los siguientes agentes de coloración: dióxido de titanio, un óxido metálico mixto, un colorante soluble en un polímero orgánico, o un material híbrido orgánico-inorgánico.