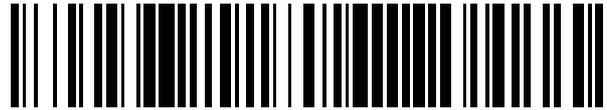


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 439 267**

51 Int. Cl.:

C09D 167/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.01.2009 E 09705632 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.11.2013 EP 2247679**

54 Título: **Composición en polvo**

30 Prioridad:

31.01.2008 EP 08101156

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

22.01.2014

73 Titular/es:

**ALLNEX BELGIUM, S.A. (100.0%)
Square Marie-Curie 11
1070 Brussels, BE**

72 Inventor/es:

MOENS, LUC

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 439 267 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 en polvo

La presente invención se refiere a ciertas composiciones en polvo termoendurecibles que son particularmente útiles en aplicaciones de contacto con alimentos.

5 Las composiciones en polvo termoendurecibles son ampliamente usadas para preparar revestimientos para pinturas o barnices para artículos tales como electrodomésticos y accesorios para la industria del automóvil. En general, estos polvos contienen un ligante orgánico termoendurecible, cargas, pigmentos, catalizadores y varios aditivos usados para adaptar sus propiedades a su uso pretendido.

10 Los agentes ligantes típicos usados para preparar tales pinturas en polvo termoendurecibles contienen una mezcla de polímeros que contienen grupos carboxílicos, (tales como un poliéster o un poliacrilato que contiene grupos carboxílicos, y compuestos epoxi, tales como isocianurato de triglicidilo, copolímeros acrílicos que contienen grupos glicidilo o β -hidroxialquilamidas) o una mezcla de polímeros que contienen grupos hidroxilo (tales como poliésteres que contienen grupos hidroxilo, con isocianatos bloqueados o no bloqueados o resinas de melamina). Estos poliésteres son usualmente preparados a partir de ácidos dicarboxílicos aromáticos, principalmente ácido tereftálico y ácido isoftálico y opcionalmente una proporción menor de ácidos dicarboxílicos alifáticos o cicloalifáticos, y de varios polioles, principalmente neopentilglicol, y opcionalmente una proporción menor de otros polioles alifáticos o cicloalifáticos tales como etilenglicol, 1,6-hexanodiol o trimetilolpropano.

15 Estos poliésteres contienen en general una alta proporción (típicamente > 85% en peso respecto a los polioles) de NPG para mejorar la capacidad de formación de películas del poliéster resultante y de la composición en polvo que lo contienen.

20 Cuando tales agentes ligantes termoendurecibles se formulan con un agente de reticulación apropiado, pueden producir revestimientos para pinturas y barnices con buen aspecto, resistencia al impacto y flexibilidad.

25 Las superficies internas de los recipientes para alimentos están con frecuencia revestidas para retardar o eliminar las interacciones entre los alimentos y su recipiente. Esto es particularmente importante cuando el recipiente para alimentos comprende un metal, por ejemplo latas metálicas que contienen bebidas. Para tal aplicación, es deseable usar revestimientos en polvo.

30 Sin embargo, los polvos termoendurecibles formulados para pinturas y barnices contienen compuestos extraíbles que son inadecuados para aplicaciones de contacto con alimentos. Por ejemplo, los ácidos dicarboxílicos aromáticos, el bisfenol-A y los éteres de glicidilo aromáticos pueden ser perjudiciales si se ingieren. Si un revestimiento tiene que entrar en contacto con alcohol, debe estar sustancialmente exento de neopentilglicol (NPG).

35 Cuando se usa en la presente memoria, el término "alimentos o alimento" quiere decir cualquier ingrediente o producto que está destinado a ser ingerido internamente por seres humanos o animales (preferiblemente seres humanos) tales como productos alimentarios, bebidas, preparaciones farmacéuticas, medicamentos y similares. Las bebidas pueden ser bebidas alcohólicas o no alcohólicas. Una aplicación para entrar en contacto con alimentos es cualquier uso de un revestimiento en el que el revestimiento está destinado a, o probablemente va a, entrar en contacto prolongado con alimentos.

40 Los revestimientos preferibles adecuados para usar en aplicaciones de contacto con alimentos tendrán algunas o todas de las siguientes propiedades. El revestimiento debe adherirse bien al interior del recipiente y poseer suficiente resistencia química para evitar que el revestimiento (o cualquier componente) reaccione con o sea lixiviado por el contenido de alimentos de tal manera que le afecte adversamente. Puesto que el revestimiento puede ser aplicado a una lámina o rodillo antes de que forme un recipiente, el revestimiento también tiene ser suficientemente flexible para sobrevivir a los métodos, tales como el troquelado y el prensado, que pueden usarse para producir el recipiente final. Un revestimiento en polvo adecuado también puede ser usado en cierres, extremos de latas y sobre exteriores e interiores de latas, tambores o recipientes en contacto directo con los alimentos y las bebidas alcohólicas y no alcohólicas. El revestimiento también puede ser capaz de ser usado para proteger las costuras de un recipiente (por ejemplo en latas de tres piezas usadas en la industria alimentaria). Los revestimientos que son adecuados para un contacto prolongado con alimentos, deben preferiblemente satisfacer reglamentos legales y medioambientales relevantes y otros reglamentos que regulan tal contacto. Un problema secundario es proporcionar revestimientos adecuados para el contacto con alimentos que también exhiban una mejor resistencia al alcohol y por tanto sean particularmente adecuados para revestir el interior de recipientes para alimentos que entrarán en contacto con alcohol (por ej., cuando el recipiente contiene bebidas alcohólicas o cuando se usa alcohol para limpiar o reciclar el recipiente antes de su uso).

Las formulaciones en polvo de la técnica anterior preparadas para otros usos (tales como agentes ligantes para pinturas y barnices) contienen ingredientes inadecuados para uso en el contacto con alimentos. Se ha creído que tales ingredientes eran necesarios para que las formulaciones en polvo tuvieran las propiedades mecánicas deseadas cuando se aplican como un revestimiento.

5 El documento WO 2004/013240 describe resinas de poliésteres exentas de NPG como parte de un agente ligante para sistemas líquidos de revestimientos termoendurecibles, que están destinados al uso en aplicaciones de contacto con alimentos. El agente ligante comprende una resina de poliéster con $T_g < 50^\circ\text{C}$ y un agente de reticulación. Opcionalmente, el agente ligante puede ser una mezcla de poliésteres de 60 a 90% en peso de un poliéster de $T_g < 50^\circ\text{C}$ y 10 a 40% en peso de un poliéster de $T_g > 50^\circ\text{C}$. Los poliésteres son descritos como que
10 tienen un peso molecular promedio en peso de 5000 a 20000; un índice de acidez de $< 5 \text{ mg KOH/g}$ y un índice de hidroxilo de $< 20 \text{ mg KOH/g}$. Los poliésteres ejemplificados son cada uno preparados haciendo reaccionar ácido tereftálico e isoftálico con una mezcla de polioles de 2-metil-1,3-propanodiol, etilenglicol y 1,4-ciclohexanodimetanol.

15 El documento WO 2000/55268 describe sustratos metálicos para revestimientos en polvo para aplicaciones de contacto con alimentos en los que el polvo comprende un material termoplástico de 50 a 100% en peso de una mezcla de poliésteres de un poli(tereftalato de etileno), un poli(tereftalato de butileno), un poli(naftanato de etileno), un copoliéster, un poli(tereftalato de trimetileno), y/o poli(naftanato de trimetileno) en los que uno de estos poliésteres tiene un peso molecular promedio en peso de 1.000 a 80.000 y una T_g de 45°C a 100°C y un segundo de estos poliésteres tiene un peso molecular promedio en peso de 1.000 a 70.000 y una T_g de -10°C a 45°C ; junto
20 con de 0 a 25% en peso de una resina modificadora seleccionada de resinas epoxi, fenoxi, acrílicas y/o poliolefinicas.

Ninguna de estas formulaciones de la técnica anterior es enteramente satisfactoria para aplicaciones revestimientos para alimentos (por ejemplo, tienen propiedades mecánicas insatisfactorias). Asimismo, la composición de revestimiento en polvo ejemplificada en el documento DE 2411465 no sería satisfactoria para tales aplicaciones.

25 Es un objeto de la invención resolver algunos o todos los problemas descritos en la presente memoria. Un objeto más preferido de la invención es proporcionar revestimientos en polvo que puedan usarse en las superficies interiores de un recipiente destinado a contener alimentos y retengan las propiedades mecánicas deseadas y otras descritas en la presente memoria. Un objeto de la invención aún más preferido es proporcionar un revestimiento en polvo que pueda usarse para revestir el interior de un recipiente metálico para alimentos tal como una lata metálica.
30 Un objeto de la invención más preferido es proporcionar revestimientos en polvo que sean adecuados para entrar en contacto con alimentos y también exhiban una mejor resistencia al alcohol, y por lo tanto sean particularmente adecuados para revestir el interior de recipientes para alimentos que entrarán en contacto con alcohol (tales como los que contendrán bebidas alcohólicas).

35 En términos generales, según la presente invención se proporciona una composición de revestimiento en polvo que comprende como un agente ligante una mezcla de:

(A) Un primer poliéster que es amorfo y comprende al menos un grupo carboxi; obteniéndose el primer poliéster a partir de un ácido que comprende al menos 50% en moles (por moles totales de poliácido) de ácido isoftálico y/o ácido tereftálico y de un poliol que comprende no más que 10% en moles (por moles totales de poliol) de neopentilglicol (NPG);

40 (B) Un segundo poliéster opcional que comprende al menos un grupo carboxi; obteniéndose el segundo poliéster a partir de un diácido alifático y un diol alifático, y

(C) Un agente de curado que comprende grupos funcionales capaces de reaccionar con los grupos ácido carboxílico del o de los poliésteres (A) y (cuando está presente) (B);

Donde el agente ligante esencialmente consiste en poliésteres amorfos.

45 Además, se proporciona una composición de revestimiento en polvo que comprende como un agente ligante una mezcla de:

(A) Un primer poliéster que es amorfo y que comprende al menos un grupo carboxi; obteniéndose el primer poliéster a partir de un ácido que comprende al menos 50% en moles (por moles totales de poliácido) de ácido isoftálico y/o ácido tereftálico, y de un poliol que comprende no más que 10% en moles (por moles
50 totales de poliol) de neopentilglicol (NPG);

(B) Un segundo poliéster que comprende al menos un grupo carboxi; obteniéndose el segundo poliéster a

partir de un diácido alifático y un diol alifático, más preferiblemente a partir de un diácido alifático y de un diol alifático no lineal; y

(C) Un agente de curado que comprende grupos funcionales capaces de reaccionar con los grupos ácido carboxílico del o de los poliésteres (A) y (B);

5 Donde el agente ligante esencialmente consiste en poliésteres amorfos.

Ventajosamente, el primer poliéster tiene un índice de acidez de 15 a 100 mg KOH/g, preferiblemente de 20 a 80 mg KOH/g, más preferiblemente de 25 a 80 mg KOH/g, lo más preferiblemente de 30 a 70 mg KOH/g.

10 Ventajosamente, en cualquiera de las composiciones descritas, el segundo poliéster (B) es amorfo. Ventajosamente, un (cualquier) agente ligante descrito en la presente memoria esencialmente consiste en poliésteres amorfos, más en particular poliésteres amorfos que comprenden al menos un grupo carboxi. Por este medio se quiere decir que un (cualquier) agente ligante descrito en la presente memoria ventajosamente comprende menos que 3, menos que 2, preferiblemente menos que 1, más preferiblemente menos que 0,5 partes en peso, calculadas sobre el total de poliésteres, de poliésteres semicristalinos, más en particular poliésteres semicristalinos que comprenden al menos un grupo carboxi. Ventajosamente, un (cualquier) agente ligante descrito en la presente memoria está exento de poliésteres semicristalinos, más en particular poliésteres semicristalinos que comprenden al menos un grupo carboxi.

20 Ventajosamente, un (cualquier) agente ligante descrito en la presente memoria no comprende ningún poliéster, en particular ningún poliéster que comprenda al menos un grupo carboxi, distinto a (A) y cuando está presente (B). Ventajosamente un (cualquier) agente ligante descrito en la presente memoria consiste esencialmente en los ingredientes (A), (C) y cuando está presente (B). Ventajosamente, un (cualquier) agente ligante descrito en la presente memoria no comprende ningún otro ingrediente diferente de (A), (C) y cuando está presente (B).

Ventajosamente, una composición de revestimiento en polvo de la invención es una composición termoendurecible de revestimiento en polvo. Ventajosamente, una composición de revestimiento en polvo de la invención es adecuada para usar en aplicaciones para alimentos, en particular para el revestimiento de recipientes para alimentos.

25 Se prefiere que algunos de los ingredientes usados para preparar las composiciones en polvo de la presente invención (por ej., el segundo poliéster (B)) sean líquidos a temperatura ambiente ya que entonces son más procesables. Cuando se usa en la presente memoria, temperatura ambiente quiere decir una temperatura interior de aproximadamente 20°C a aproximadamente 25°C (a presión atmosférica).

30 Otro aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento para revestir sustratos (tales como láminas metálicas y/o recipientes metálicos para materiales para envasar alimentos o bebidas) que comprende las etapas de: revestir al menos una superficie de dicho sustrato con la composición de revestimiento en polvo de la presente invención; y calentar el sustrato revestido para curar térmicamente el revestimiento sobre el mismo para formar una capa adherente de la composición de revestimiento sobre el sustrato.

35 Ventajosamente, los sustratos revestidos (tales como láminas metálicas y/o recipientes metálicos para alimentos y/o materiales de envasado para bebidas) son para entrar en contacto con alcohol. Ventajosamente, al menos se reviste el interior de un recipiente para alimentos que entrará en contacto con alcohol. Más ventajosamente, el sustrato revestido, más en particular el recipiente para alimentos revestido, es una lata metálica (para contener) que contiene una bebida alcohólica.

40 Ventajosamente, el sustrato es una lata metálica o un recipiente metálico (para contener) que contiene alimentos o bebidas (tales como bebidas alcohólicas). Más ventajosamente, el sustrato es una lata metálica (para contener) que contiene una bebida alcohólica.

Aún otro aspecto de la presente invención proporciona un artículo revestido (tales como una lata metálica revestida o un recipiente revestido) obtenido y/u obtenible mediante un procedimiento de la invención.

45 Todavía otro aspecto de la invención se refiere a un artículo revestido – parcial o completamente - con una composición de la invención. Ventajosamente, el artículo es una lata metálica, o un recipiente metálico, (para contener) que contiene alimentos o bebidas (tales como bebidas alcohólicas).

50 Aún otro aspecto de la invención se refiere al uso de una (cualquier) composición de revestimiento en polvo de la invención para revestir el interior y/o el exterior de recipientes para alimentos (por ej., latas metálicas) que entran en contacto con alcohol (por ej., cuando el recipiente contiene bebidas alcohólicas o cuando se usa alcohol para limpiar o reciclar el recipiente antes de su uso). La invención proporciona en particular el uso de una (cualquier)

composición de revestimiento en polvo de la invención para revestir al menos el interior, y posiblemente también el exterior, de una lata metálica (para contener) que contiene una bebida alcohólica.

Las composiciones de la presente invención están particularmente adaptadas para uso en el exterior e interior de recipientes (tales como latas) para alimentos (incluyendo bebidas).

5 La composición termoendurecible de revestimiento en polvo de la invención puede aplicarse a un sustrato metálico y curarse sobre el mismo para formar un revestimiento que exhiba una excelente flexibilidad, resistencia química y que se adhiera bien al sustrato. Cuando revisten el interior de un recipiente, los revestimientos de la invención no afectan adversamente a su contenido y pueden usarse en la amplia variedad de aplicaciones de contacto con alimentos que se describen en la presente memoria.

10 Primer poliéster (A)

Los primeros poliésteres preferidos (con el grupo funcional CO₂H y amorfos) comprenden:

(a) Un componente ácido dicarboxílico que comprende (en % en moles de ácido total)

(i) De 50 a 100% en moles de un primer ácido seleccionado de ácido isoftálico, ácido tereftálico y mezclas de los mismos, y

15 (ii) Opcionalmente de 0 a 50% en moles de un segundo ácido seleccionado de:

Ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido ftálico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,2-ciclohexanodicarboxílico, ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácido, ácido 1,12-dodecanodioico, anhídridos de los mismos; y cualquiera de sus mezclas; y

20 (b) Un componente poliol que comprende:

(i) De 70 a 100% en moles de un primer alcohol seleccionado de:

Propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol, 1-etil-2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-metil-1,3-propanodiol, etilenglicol, y dietilenglicol, usados solos o en una mezcla,

25 (ii) Opcionalmente de 0 a 30% en moles de otro(s) diol(es), preferiblemente seleccionado(s) de 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,4-ciclohexanodiol, 1,3-ciclohexanodimetanol, 1,4-ciclohexanodimetanol, Bisfenol A hidrogenado; y mezclas de los mismos; y

(iii) Opcionalmente de 0 a 10% en moles de neopentilglicol.

30 El componente ácido dicarboxílico puede comprender al menos 60, 65, 70, 75, 80, 82, 85, 90, 95 y hasta un 100% en moles del primer o los primeros ácidos. En una realización, el primer ácido es ácido tereftálico, posiblemente en combinación con ácido isoftálico. En una realización, el primer ácido está compuesto por de 80 a 100% en moles de ácido tereftálico y de 0 a 20% en moles de ácido isoftálico. En otra realización, el primer ácido es ácido isoftálico, posiblemente en combinación con ácido tereftálico.

35 Ventajosamente, el componente ácido dicarboxílico consiste en 80 a 100% en moles de ácido tereftálico y de 0 a 20% en moles de ácido isoftálico. Ventajosamente, el componente ácido dicarboxílico consiste en ácido tereftálico. Ventajosamente, el componente ácido dicarboxílico consiste en ácido isoftálico.

Preferiblemente, el segundo ácido (a)(ii) (cuando está presente) se selecciona de: ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido ftálico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico, ácido azelaico, ácido sebácido, ácido 1,12-dodecanodioico, anhídridos de los mismos; y cualquiera de sus mezclas.

40 Ventajosamente, el primer alcohol (b)(i) se selecciona de: propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol, etilenglicol, y dietilenglicol, usados solos o en una mezcla.

Preferiblemente, el primer alcohol (b)(i) se selecciona de propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol y/o 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol; posiblemente en combinación con etilenglicol y/o dietilenglicol. Un primer alcohol preferido (b) (i) es 2-metil-1,3-propanodiol. Otro de tales alcoholes preferido es 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol. Uno de tales alcoholes más preferido es propilenglicol. Ventajosamente, el componente poliol consiste en propilenglicol.

45 Preferiblemente, el o los otros dioles (b)(ii) (cuando está presente) se seleccionan de 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol,

1,4-ciclohexanodimetanol; y mezclas de los mismos. Más preferiblemente, el o los otros dioles se seleccionan de 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, y mezclas de los mismos. Ventajosamente, el componente polioliol no comprende ningún otro diol (b)(ii). Ventajosamente, el componente polioliol no comprende nada de NPG.

El primer poliéster (A) puede ser lineal o ramificado y puede comprender componentes adicionales.

- 5 Ejemplo de componentes adicionales: poliácidos que comprenden al menos tres grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionados de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos. Ventajosamente, el primer poliéster comprende de 0 hasta 25% en moles, de 0 hasta 20% en moles, de 0 hasta 15% en moles, preferiblemente de 1 hasta 18% en moles, de 1 hasta 15% en moles de un poliácido que comprende al menos tres grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionado de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos dependiendo de si el primer poliéster (A) está ramificado o rematado en sus extremos con un grupo anhídrido.

- 10 En otra o en la misma realización, el primer poliéster comprende (además) uno o más polioles trifuncionales o tetrafuncionales, preferiblemente seleccionados de: trimetilolpropano, ditrimetilolpropano, pentaeritritol y/o mezclas de los mismos. Ventajosamente, el primer poliéster comprende de 0 hasta 20% en moles, de 0 a 15% en moles, de 1 hasta 18% en moles, de 1 a 15% en moles de uno o más polioles trifuncionales o tetrafuncionales, preferiblemente seleccionados de: trimetilolpropano, ditrimetilolpropano, pentaeritritol y/o mezclas de los mismos. Posiblemente, el primer poliéster no comprende ninguno de tales polioles trifuncionales y/o tetrafuncionales.

El primer poliéster (A) puede ser lineal o ramificado y, si es ramificado, los ácidos y/o polioles a partir de los cuales se obtiene el primer poliéster puede comprender componentes adicionales.

- 20 En una realización, puede obtenerse un primer poliéster (A) ramificado a partir de una mezcla de ácidos que además comprende: (a)(iii) hasta 15% en moles (relativo a la cantidad total del primer ácido (a)(i) y (cuando está presente) el segundo ácido (a)(ii)) de uno o más poliácidos que comprenden al menos tres grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionados de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos. Preferiblemente, el primer poliéster comprende hasta 12% en moles, ventajosamente hasta 10% en moles de dichos poliácidos.

- 25 Ventajosamente, cuando el primer poliéster (A) se obtiene a través del remate de los extremos con anhídridos de un poliéster hidroxil funcional, puede comprender de 0 hasta 25% en moles de uno o más de tales poliácidos que comprende al menos tres grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionados de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos.

- 30 Se entenderá que para preparar el primer poliéster, la suma del % en moles del primer ácido (a)(i), el segundo ácido (a)(ii) y (cuando están presentes) otros ácidos funcionales tales como la mezcla de ácidos (a)(iii), no excede de 100%, y preferiblemente dicho % en moles totales es 100%.

- 35 En otra o en la misma realización puede obtenerse un primer poliéster (A) ramificado a partir de una mezcla de polioles que además comprende: (b) (iv) hasta 15% en moles (relativo a la cantidad total del primer alcohol (b)(i) y (cuando está presente) el glicol adicional (b)(ii) y el NPG (b)(iii)) de uno o más polioles trifuncionales o tetrafuncionales, preferiblemente seleccionados de: trimetilolpropano, ditrimetilolpropano, pentaeritritol y/o mezclas de los mismos.

Se entenderá que para preparar el primer poliéster la suma del % en moles del primer alcohol (b)(i), el glicol adicional opcional (b)(ii); el NPG opcional (b)(iii) y (cuando están presentes) los polioles adicionales opcionales tales como la mezcla de polioles (b)(iv), no excede de 100%, y preferiblemente dicho % en moles totales es 100%.

- 40 Los primeros poliésteres (A) más preferidos exhiben al menos una, lo más preferiblemente todas, de las siguientes otras propiedades: un índice de acidez de 15 a 100 mg KOH/g, preferiblemente de 20 a 80 mg KOH/g, más preferiblemente de 25 a 80 mg KOH/g, convenientemente de 30 a 70 mg KOH/g; un peso molecular en número (medido por cromatografía de exclusión molecular (GPC)) de 1100 a 15000, convenientemente de 1600 a 8500 Daltons, una temperatura de transición vítrea (T_g) (medida por Calorimetría Diferencial de Barrido según la norma ASTM D3418 con un gradiente de temperatura de 20°C por minuto) de -50° a 100°C, preferiblemente de 45° a 80°C y/o una viscosidad Brookfield (cono/plato) (medida a 200°C según la norma ASTM D4287-88), de 5 a 15000 mPa.s.

Ventajosamente, el primer poliéster comprende al menos 50% en moles (en % en moles de ácido total) de ácido isoftálico, más preferiblemente al menos 65, al menos 70, 75, 80, 82, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99 ó incluso 100% en moles de ácido isoftálico, comprendiendo el agente ligante adicional lo más preferiblemente el segundo poliéster B.

- 50 Ventajosamente, el primer poliéster comprende al menos 50% en moles (en % en moles de ácido total) de ácido tereftálico, más preferiblemente al menos 65, al menos 70, 75, 80, 82, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99 ó incluso 100% en moles de ácido tereftálico, comprendiendo opcionalmente el agente ligante adicional el segundo poliéster B.

Segundo poliéster (B)

Los segundos poliésteres (B) preferidos (con grupos funcionales CO₂H) comprenden:

(a) Un componente ácido dicarboxílico que comprende (en % en moles de ácido total)

5 (i) De 75 a 100% en moles de un primer ácido que comprende al menos un diácido alifático seleccionado de:

Ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácido, ácido 1,12-dodecanodioico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,2-ciclohexanodicarboxílico, anhídridos de los mismos; y/o cualquiera de sus mezclas; y

10 (ii) Opcionalmente de 0 a 25% en moles de un segundo ácido seleccionado de ácido fumárico, anhídrido maleico, anhídrido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, y cualquiera de sus mezclas; y

(b) Un componente poliol que comprende:

(i) De 75 a 100% en moles de un primer alcohol seleccionado de:

15 Un propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, 1-etil-2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-metil-1,3-propanodiol, dietilenglicol; 1,4-ciclohexanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol, Bisfenol A hidrogenado; etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,14-tetradecanodiol, 1,16-hexadecanodiol, hidroxipivalato de neopentilglicol, 1,4-ciclohexanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol, Bisfenol A hidrogenado; y/o cualquiera de sus mezclas; y

20 (ii) Opcionalmente de 0 a 25% en moles de neopentilglicol.

Ventajosamente, el primer ácido (a)(i) se selecciona de: ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico, ácido azelaico, ácido sebácido, ácido 1,12-dodecanodioico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, anhídridos de los mismos; y/o cualquiera de sus mezclas.

25 Ventajosamente, el primer alcohol (b)(i) se selecciona de propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, dietilenglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol, etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,14-tetradecanodiol, 1,16-hexadecanodiol, hidroxipivalato de neopentilglicol; y/o cualquiera de sus mezclas. Ventajosamente, el primer alcohol se selecciona de propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, dietilenglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol, etilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol; y/o cualquiera de sus mezclas.

30 Preferiblemente, el primer alcohol se selecciona de propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol y/o 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol; posiblemente en combinación con etilenglicol y/o dietilenglicol. Un primer alcohol preferido es 2-metil-1,3-propanodiol. Otro de tales alcoholes preferidos es 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol. Más preferiblemente, el primer alcohol es propilenglicol. Ventajosamente, el componente poliol no comprende nada de NPG.

El segundo poliéster es ventajosamente amorfo.

35 Se entenderá que para preparar el segundo poliéster la suma del % en moles del primer ácido (a)(i), el segundo ácido (a)(ii) y (cuando están presentes) otros ácidos funcionales, no excede de 100%, y preferiblemente dicho % en moles totales es 100%.

40 Se entenderá que para preparar el segundo poliéster la suma del % en moles del primer alcohol (b)(i), y (cuando está presente) el NPG(b)(ii), no excede de 100%, y preferiblemente dicho % en moles totales es 100%. El segundo poliéster puede comprender polioles adicionales (b)(iii) y en dicho caso, la suma del % en moles del primer alcohol (b)(i), el NPG (cuando está presente) (b)(ii) y los polioles adicionales (b)(iii) no excede de 100%, y preferiblemente dicho % en moles totales es 100%.

El segundo poliéster (B) puede ser lineal o ramificado y puede comprender componentes adicionales.

45 Ejemplo de otros ácidos: poliácidos que comprenden al menos tres grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionados de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos. Ventajosamente, el segundo poliéster comprende de 0 hasta 25% en moles, de 0 hasta 20% en moles, de 0 hasta 15% en moles, preferiblemente de 1 hasta 18% en moles, de 1 hasta 15% en moles de un poliácido que comprende al menos tres

grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionado de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos.

- 5 El segundo poliéster (B) puede ser lineal o ramificado y si es ramificado, los ácidos y/o polioles a partir de los cuales se obtiene el segundo poliéster pueden comprender componentes adicionales tales como independientemente aquellos ácidos y/o polioles adicionales (e independientemente presentes en hasta las mismas cantidades) que se describen en la presente memoria para obtener los primeros poliésteres (A) ramificados).

Los segundos poliésteres (B) más preferidos exhiben al menos una, lo más preferiblemente todas de las siguientes otras propiedades:

- Un índice de acidez de 10 a 100 mg KOH/g, convenientemente de 15 a 80 mg KOH/g;
- 10 Un peso molecular en número (medido por cromatografía de exclusión molecular (GPC)) de 1100 a 17000, convenientemente de 1400 a 11500 Daltons,
- Una temperatura de transición vítrea (T_g) (medida por Calorimetría Diferencial de Barrido según la norma ASTM D3418 con un gradiente de temperatura de 20°C por minuto) de -100° a 50°C, preferiblemente de -50° a 25°C, más preferiblemente de -50°C a 0°C, y/o
- 15 Una viscosidad Brookfield (cono/plato) (medida según la norma ASTM D4287-88), de 5 mPa.s medida a 100°C a 20000 mPa.s medida a 200°C.

- Se prefiere que el segundo poliéster sea líquido a temperatura ambiente para facilitar la procesabilidad. Preferiblemente, el segundo poliéster se obtiene a partir de un diácido alifático lineal. Ventajosamente, el segundo poliéster se obtiene de un diol alifático no lineal. Más preferiblemente, el segundo poliéster se obtiene a partir de un diácido alifático y un diol alifático no lineal.
- 20

Mezcla de poliésteres

En composiciones en polvo termoendurecibles preferidas de la invención, el componente poliéster comprende: de 55 a 100 partes, más preferiblemente 70 a 95 partes, en peso del primer poliéster (A); junto con 0 a 45 partes, más preferiblemente 5 a 30 partes, en peso del segundo poliéster (B).

- 25 Puede obtenerse una mezcla termoendurecible de poliésteres de la invención mezclando el primer y el segundo poliéster (A) y (B) en estado fundido usando el reactor cilíndrico convencional de doble pared.

Preparación de poliésteres

- El primer y segundo poliéster pueden prepararse usando técnicas de esterificación convencionales bien conocidas en la técnica. Los poliésteres pueden prepararse según un procedimiento que consiste en una o más etapas de reacción.
- 30

- Para la preparación de estos poliésteres, se usa un reactor convencional equipado con un agitador, una entrada para gas inerte (nitrógeno), un termopar, una columna de destilación conectada a un condensador refrigerado con agua, un separador de agua y un tubo para conexión al vacío. En general, la poliesterificación se lleva a cabo en presencia de un catalizador de esterificación tal como trioctoato de n-butil-estaño, a una temperatura que se aumenta gradualmente de 130°C a aproximadamente 190°C a 250°C, primero a presión, luego, cuando sea necesario, a presión reducida al final de cada etapa del procedimiento, mientras se mantiene estas condiciones de operación hasta que se obtiene un poliéster del índice de acidez y/o hidroxilo deseados. El grado de esterificación se sigue determinando la cantidad de agua formada en el curso de la reacción y las propiedades del poliéster obtenido, por ejemplo el índice de hidroxilo, el índice de acidez, el peso molecular o la viscosidad.
- 35

- 40 Alternativamente, con el fin de tener un rápido aumento de la temperatura al inicio de cada etapa del procedimiento y con el fin de reducir las pérdidas de los componentes poliácido o polirol, la poliesterificación puede realizarse o iniciarse a una presión mayor que la normal (por ej., 2-3 bar). A continuación, al final de cada etapa del procedimiento puede aplicarse una presión reducida cuando sea necesario. Tales condiciones de reacción son particularmente útiles cuando el ácido tereftálico y el propilenglicol son parte de los poliácidos y polioles, respectivamente.
- 45

Cuando la poliesterificación ha finalizado, pueden opcionalmente añadirse al poliéster catalizadores de reticulación, tales como bromuro de hexadecil trimetil amonio, mientras aún está en estado fundido. Estos catalizadores se añaden con el fin de acelerar la reticulación de la composición en polvo termoendurecible durante el curado.

Agente de curado

Los agentes ligantes termoendurecibles en polvo de la presente invención también comprenden un agente de curado.

5 Los agentes de curado preferidos (que tienen grupos funcionales reactivos con el primer y el segundo poliéster carboxi funcionales) comprenden compuestos poliepoxi.

Los agentes de curado más preferidos comprenden β -hidroxialquilamida o compuestos que comprenden grupos derivados de β -hidroxialquilamida.

Convenientemente, los agentes de curado pueden seleccionarse de cualquiera de los siguientes y mezclas de los mismos:

10 Compuestos poliepoxi que son sólidos a temperatura ambiente y comprenden al menos dos grupos epoxi por molécula, tales como por ejemplo isocianurato de triglicidilo que está comercialmente disponible en Ciba con los nombres comerciales Araldite PT810 y Araldite PT910 (resina epoxi);

15 Copolímeros acrílicos que comprenden grupos glicidilo tales como los obtenidos a partir de metacrilato de glicidilo y/o acrilato de glicidilo y a partir de un monómero (met)acrílico y, opcionalmente, un monómero etilénicamente monoinsaturado diferente de (met)acrilato de glicidilo o del monómero (met)acrílico. Ejemplos de este copolímero acrílico están comercialmente disponible en Estron Chemical Inc., con la designación comercial GMA300 y también están descritos en el documento WO 91/01748; y/o

20 β -Hidroxialquilamidas que comprenden al menos uno, preferiblemente dos, grupos bis(β -hidroxialquil)amida, por ejemplo como se describe en los documentos US 4727111, US 4788255, US 4076917, EP 322834-A y/o EP 473380-A.

Provechosamente, el agente de curado está presente en composiciones de la invención en una cantidad tal que la relación de equivalentes totales de grupo carboxi en el primer poliéster (y cuando está presente, el segundo poliéster) a equivalentes totales de grupos epoxi y/o β -hidroxialquilo en el agente de curado es de 0,25 a 1,40, más provechosamente de 0,60 a 1,05.

25 Agente ligante

Los agentes ligantes termoendurecibles en polvo preferidos de la invención comprenden:

(A) De 19,0 a 99,0 partes (más preferiblemente 24,5 a 95,5 partes) en peso del primer poliéster;

(B) De 44,5 a 0 partes (más preferiblemente 30,0 a 1,5 partes) en peso del segundo poliéster; y

30 (C) De 1 a 65 partes (más preferiblemente 3 a 50 partes) en peso de un agente de curado que tiene grupos funcionales que son reactivos con los grupos carboxi de los poliésteres;

Estando todas las partes basadas en el peso total de resinas poliéster y agentes de curado.

Se entenderá que para preparar el agente ligante la suma de los porcentajes en peso de (A), (B) y (C) no excede de 100%, y ventajosamente dicha suma totaliza 100%.

Formulaciones en polvo

35 El primero y el segundo (opcional) poliéster pueden formularse con otros ingredientes convencionales y una combinación adecuada de endurecedores para preparar composiciones de revestimiento en polvo adecuadas para usar como pintura o laca transparente. Preferiblemente, los otros ingredientes también son adecuados para aplicaciones de contacto con alimentos.

40 Además de los componentes esenciales descritos anteriormente, las composiciones de revestimiento en polvo de la presente invención también pueden comprender otros ingredientes bien conocidos por los expertos en la técnica. Preferiblemente, tales otros ingredientes también son adecuados para aplicaciones de contacto con alimentos.

Por ejemplo, las composiciones en polvo de la invención pueden adicionalmente comprender: agentes para controlar la fluidez tales como el comercialmente disponible en Cytec con la marca comercial Modaflow P6000; y agentes desgasificantes tales como benzoína (comercialmente disponible en BASF).

Los polvos de la presente invención pueden comprender colorantes o pueden ser lacas transparentes. En la composición de esta invención pueden usarse una variedad de colorantes y pigmentos. Ejemplos de pigmentos y colorantes útiles son: óxidos metálicos tales como dióxido de titanio, óxido de hierro, óxido de zinc y similares, hidróxidos metálicos, polvos metálicos, sulfuros, sulfatos, carbonatos, silicatos tales como silicato de amonio, negro de humo, talco, caolín, baritas, azules de hierro, azules de plomo, rojos orgánicos, marrones orgánicos y similares.

Mezclado

Los componentes de las composiciones en polvo de la invención pueden mezclarse por cualquier medio adecuado bien conocido. Por ejemplo, pueden mezclarse en seco en un mezclador (por ej., un mezclador de tambor). La premezcla puede entonces homogeneizarse a temperaturas que varían de 70 a 150°C en una extrusora de un único husillo tal como la extrusora BUSS-Ko-Kneter o una extrusora de doble husillo tal como las extrusoras PRISM o APV. El extruido, cuando se enfría, puede molerse para formar un polvo con un tamaño de partícula que varía de 10 a 150 mm.

Revestimiento

La composición en polvo puede depositarse sobre el sustrato mediante el uso de una pistola para aplicar polvos tal como una pistola electrostática CORONA o una pistola TRIBO, o pueden usarse otros métodos de deposición de polvos bien conocidos, tales como la técnica de lecho fluido. Después de la deposición, el polvo se calienta a una temperatura entre 140 y 250°C, provocando que las partículas fluyan y se fusionen conjuntamente para formar un revestimiento liso, uniforme, continuo y sin cráteres sobre la superficie del sustrato.

Muchas otras variaciones de las realizaciones de la invención serán evidentes para los expertos en la técnica y tales variaciones están contempladas dentro del amplio alcance de la presente invención. Otras realizaciones, aspectos de la invención y características preferidas de las mismas se dan en las reivindicaciones de la presente memoria. Se aprecia que también pueden proporcionarse ciertas características de la invención, las cuales por claridad se describen en el contexto de realizaciones separadas, en combinación en una única realización. A la inversa, también pueden proporcionarse separadamente o en cualquier subcombinación adecuada varias características de la invención, las cuales por brevedad se describen en el contexto de una única realización.

Otra terminología e ingredientes convencionales usados en las composiciones en polvo son bien conocidas por los expertos en la técnica, por ejemplo en "Powder Coatings - Chemistry and Technology, T.A. Misev, 1991 J. Wiley & Sons Ltd", cuyo contenido se incorpora por referencia, especialmente los pasajes 42 a 82, 131 a 162 y 224 a 284.

Ejemplos

La presente invención se describirá ahora en detalle con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes, los cuales son solamente a modo de ilustración.

Ejemplo 1: Síntesis de un poliéster (A) amorfo que contiene grupos ácido carboxílico

Se coloca propilenglicol (347,14 partes) en un matraz de fondo redondo de cuatro bocas equipado con un agitador, una columna de destilación conectada a un condensador refrigerado con agua, una entrada de nitrógeno y un termómetro unido a un termostato. El contenido del matraz se calienta, mientras se agita en atmósfera de nitrógeno, a una temperatura de alrededor de 130°C, en cuyo momento se añaden 760,35 partes de ácido isoftálico, 45,67 partes de anhídrido trimelítico y 2,00 partes de trioctoato de n-butil-estaño. El calentamiento se continúa gradualmente hasta una temperatura de 230°C. El agua destila del reactor a partir de 180°C. Cuando la destilación a presión atmosférica cesa, se aplica gradualmente un vacío de 50 mm de Hg. Después de tres horas a 230°C y 50 mm de Hg, se obtienen las siguientes características:

AN	46,4 mg KOH/g
Brfld 175°C (cono/plato)	7590 mPa.s
Tg (DSC, 20°C/min)	70°C

Ejemplo 2: Síntesis de un poliéster (A) amorfo que contiene grupos ácido carboxílico

Se cargaron en un reactor 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol (504,16 partes), ácido tereftálico (471,22 partes) y trioctoato de n-butil-estaño (2,00 partes), de la misma manera que se describió en el Ejemplo 1. La temperatura de la mezcla de reacción se aumentó gradualmente hasta 220°C en una atmósfera de nitrógeno. La mezcla se agitó y se mantuvo a 220°C hasta que se obtuvo un índice de acidez inferior a 5 mg KOH/g. la mezcla de reacción se enfrió a

continuación a 170-190°C, seguido por la adición de 118,92 partes de anhídrido trimelítico. La temperatura se mantuvo durante aproximadamente dos horas hasta que se obtuvo un poliéster con las siguientes características:

5	AN	73,5mg KOH/g
	Brfld 175°C (cono/plato)	5590 mPa.s
	Tg (DSC, 20°C/min)	57°C

Ejemplo 3: Síntesis de un poliéster (B) amorfo que contiene grupos ácido carboxílico

Según el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 397,34 partes de propilenglicol, 764,86 partes de ácido adípico, 21,20 partes de anhídrido trimelítico y 2,00 partes de trioctoato de n-butil-estaño hasta que se obtiene un poliéster con las siguientes características:

10	AN	22,2 mg KOH/g
	Brfld 100°C (cono/plato)	1100 mPa.s
	Tg (DSC, 20°C/min)	-45°C

Ejemplos 4 a 7: Síntesis de poliésteres (A) amorfos:

15 Según el procedimiento del Ejemplo 1, se prepararon los poliésteres de los Ejemplos 4, 5 y 7, que tienen las composiciones dadas en la tabla 1. Por otra parte, el poliéster del Ejemplo 6 se preparó según el procedimiento del Ejemplo 2.

Para todos los Ejemplos de la tabla 1, como catalizador de policondensación se introdujeron 2,00 partes de trioctoato de n-butil-estaño.

Tabla 1

	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7
Ácido tereftálico	378,65		560,78	549,87
Ácido trimelítico	163,52	786,29		90,28
Anhídrido trimelítico	46,93	18,84	105,28	17,58
2-Etil-2-butil-1,3-propanodiol	521,86			
Propilenglicol		355,18		
2-Metil-1,3-propanodiol			300,54	342,27
Dietilenglicol			33,39	
AN, mg KOH/g	48,2	29,2	69	28,5
Viscosidad Brookfield, mPa.s	5130 ^(200°C)	9800 ^(175°C)	7250 ^(175°C)	6600 ^(200°C)
Tg (DSC: 20°C/min)	55	74	52	49

20 Los poliésteres de los Ejemplos 1 y 2 y 4 a 7 se formulan a continuación en forma de polvo según la formulación de pintura blanca que se menciona a continuación.

Formulación de pintura blanca

25	Agente ligante	69,06
	Kronos 2310	29,60
	Modaflow P6000	0,99
	Benzoína	0,35

Los polvos se preparan primero mezclando en seco los diferentes componentes y homogeneizando a continuación en estado fundido usando una extrusora de doble husillo PRISM 16 mm UD 15/1 a una temperatura de extrusión de 85°C. A continuación, la mezcla homogeneizada se enfría y se muele en una máquina Alpine. Subsiguientemente, el polvo se tamiza para obtener un tamaño de partícula entre 10 y 110 mm. El polvo así obtenido se deposita sobre acero laminado en frío con un espesor de 0,5 mm, y paneles de aluminio con un espesor de 0,6 mm, por deposición electrostática usando la pistola de pulverización GEMA - Volstatic PCG 1. A un espesor de aproximadamente 30 mm, los paneles se transfieren a un horno ventilado con aire, en el que se lleva a cabo el curado durante 18 minutos a una temperatura de 200°C. Las características de pintura de los revestimientos acabados obtenidos a partir de los diferentes poliésteres amorfos (A) opcionalmente combinados con el poliéster (B) amorfo del Ejemplo 3, como se ilustra en esta invención, se reproducen en la tabla 2 y en la tabla 3.

En estas tablas:

Columna 1 y 8: indican el número de referencia de la formulación

Columna 2: indica el tipo (Ejemplo) y porcentaje en peso del poliéster (A) amorfo relativo a la cantidad total de poliéster (A) + (B)

15 Columna 3: indica el tipo (Ejemplo) y porcentaje en peso del poliéster (B) relativo a la cantidad total de poliéster (A) + (B)

Columna 4: indica el porcentaje en peso de las resinas (A) & (B) presentes en el agente ligante

Columna 5: indica el tipo de endurecedor que tiene grupos funcionales que son reactivos con los grupos carboxílicos de los poliésteres (A) y (B), en la que:

20 GT7004 = resina epoxi tipo Bisfenol-A, tipo n=3 (Huntsman)

XL552 = Primid XL552 (EMS) = N,N,N',N'-tetrakis-(2-hidroxietil)-adipamida

Columna 6: indica el porcentaje en peso del endurecedor presente en el agente ligante

Columna 7: indica el brillo a 60°, medido según la norma ASTM D523

25 Columna 9: indica la resistencia al impacto directa/inversa según la norma ASTM D2794. El mayor impacto que no fisura el revestimiento se registra en kg.cm.

Columna 10: indica el ensayo de embutición lenta de Erichsen según ISO 1520. La mayor penetración que no fisura el revestimiento se registra en mm.

Columna 11: indica el porcentaje en peso de catalizador de reticulación (bromuro de hexadeciltrimetilamonio) relativo al agente ligante (= (A) + (B) + Endurecedor)

30 Columna 12: indica el número de movimientos por duplicado (vaivén) con una almohadilla de algodón impregnada con MEK, que no afecta perjudicialmente al aspecto de la superficie de la película curada. La presión aplicada es como cuando se borra una marca de lápiz con una goma.

Columna 13: índice de clasificación de la adherencia por corte transversal sobre acero y aluminio laminados respectivamente, mediante el ensayo de cinta adhesiva según la norma ASTM D3359 según la cual:

35 5B: los ejes de los cortes son completamente lisos; no se separa ninguno de los cuadrados de la rejilla

4B: se separan pequeñas escamas del revestimiento en las intersecciones; está afectada menos que 5% del área

3B: se separan pequeñas escamas del revestimiento a lo largo de los ejes y en las intersecciones de los cortes; el área afectada es 5 a 15% de la rejilla

40 2B: el revestimiento se ha desescamado a lo largo de los ejes y en partes de los cuadrados; el área afectada es 15 a 35% de la rejilla

1B: el revestimiento se ha desescamado a lo largo de los ejes de los cortes en grandes cintas y se han separado cuadrados completos; el área afectada es 35 a 65% de la rejilla

ES 2 439 267 T3

0B: formación de escamas y separación peor que el grado 1

Tabla 2

Polvo	Poliéster (A)	Poliéster (B)	A + B, %	Endurecedor	Endurecedor, %	Brillo 60°
Ejemplo 8	Ej. 1- 100		91	XL552	9	96
Ejemplo 9	Ej. 1- 100		60	GT7004	40	96
Ejemplo 10	Ej. 2- 100		50	GT7004	50	94
Ejemplo 11	Ej. 4- 100		91	XL552	9	93
Ejemplo 12	Ej. 4- 100		60	GT7004	40	98
Ejemplo 13	Ej. 5- 100		95	XL552	5	97
Ejemplo 14	Ej. 5- 95	Ej. 3- 5	95	XL552	5	94
Ejemplo 15	Ej. 6- 100		50	GT7004	50	93
Ejemplo 16	Ej. 7- 100		70	GT7004	30	96

Tabla 3

Polvo	DI / RI (kg.cm)	Erichsen (mm)	Catalizador de reticulación, %	Resistencia a MEK	Adhesión Al /Acero
Ejemplo 8	160/160	8,4		100	5B/5B
Ejemplo 9	180/200	8,7	0,3	120	5B/5B
Ejemplo 10	200/200	8,8	0,3	150	5B/5B
Ejemplo 11	200/200	9,0		110	5B/5B
Ejemplo 12	200/200	8,7	0,3	130	5B/5B
Ejemplo 13	120/140	8,3		100	4B/4B
Ejemplo 14	200/200	8,5		100	5B/5B
Ejemplo 15	180/180	8,4	0,3	140	5B/4B

5

10

REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento en polvo, que comprende como un agente ligante una mezcla de:

(A) Un primer poliéster que es amorfo y comprende al menos un grupo carboxi; obteniéndose el primer poliéster a partir de un ácido que comprende al menos 50% en moles de ácido isoftálico y/o ácido tereftálico y de un poliol que comprende no más que 10% en moles de neopentilglicol (NPG), teniendo el primer poliéster un índice de acidez de 15 a 100 mg KOH/g;

(B) Un segundo poliéster opcional que es amorfo y que comprende al menos un grupo carboxi; obteniéndose el segundo poliéster a partir de un diácido alifático y un diol alifático, y

(C) Un agente de curado que comprende grupos funcionales capaces de reaccionar con los grupos ácido carboxílico del o de los poliésteres (A) y (cuando está presente) (B);

Donde el agente ligante esencialmente consiste en poliésteres amorfos.

2. Una composición según cualquier reivindicación precedente, que comprende dicho segundo poliéster (B).

3. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual:

El primer poliéster (A) se obtiene y/u es obtenible a partir de:

(a) Un componente ácido dicarboxílico que comprende (en % en moles de ácido total)

(i) De 50 a 100% en moles de un primer ácido seleccionado de ácido isoftálico, ácido tereftálico y mezclas de los mismos, y

(ii) De 50 a 0% en moles de un segundo ácido seleccionado de:

Ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido ftálico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,2-ciclohexanodicarboxílico, ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácido, ácido 1,12-dodecanodioico, anhídridos de los mismos; y cualquiera de sus mezclas; y

(b) Un componente poliol que comprende:

(i) De 70 a 100% en moles de un primer alcohol seleccionado de:

Propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol, 1-etil-2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-metil-1,3-propanodiol, etilenglicol, y dietilenglicol, usados solos o en una mezcla,

(ii) Opcionalmente de 0 a 30% en moles de otro diol preferiblemente seleccionado de 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,4-ciclohexanodiol, 1,3-ciclohexanodimetanol, 1,4-ciclohexanodimetanol, Bisfenol A hidrogenado; y/o mezclas de los mismos; y

(iii) Opcionalmente de 0 a 10% en moles de neopentilglicol.

4. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual el primer ácido es (i) ácido tereftálico, opcionalmente en combinación con ácido isoftálico, o es (ii) ácido isoftálico; y en la cual el primer alcohol es propilenglicol.

5. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual el segundo poliéster (B) se obtiene y/u es obtenible a partir de:

(a) Un componente ácido dicarboxílico que comprende (en % en moles de ácido total)

(i) De 75 a 100% en moles de un primer ácido que comprende al menos un diácido alifático lineal no ramificado seleccionado de:

Ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácido, ácido 1,12-dodecanodioico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,2-ciclohexanodicarboxílico, anhídridos de los mismos; y/o cualquiera de sus mezclas; y

(ii) Opcionalmente de 0 a 25% en moles de un segundo ácido seleccionado de ácido fumárico, anhídrido maleico, anhídrido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, y/o cualquiera de sus mezclas; y

(b) Un componente poliol que comprende:

(i) De 75 a 100% en moles de un primer alcohol seleccionado de:

5 Propilenglicol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, 1-etil-2-metil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-metil-1,3-propanodiol, dietilenglicol; 1,4-ciclohexanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol, Bisfenol A hidrogenado; etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, 1,8-octanodiol, 1,9-nonanodiol, 1,10-decanodiol, 1,14-tetradecanodiol, 1,16-hexadecanodiol, hidroxipivalato de neopentilglicol, 1,4-ciclohexanodiol, 10 1,4-ciclohexanodimetanol, Bisfenol A hidrogenado; y/o mezclas de los mismos; y

(ii) Opcionalmente de 0 a 25% en moles de neopentilglicol.

6. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual el agente de curado se selecciona de una resina epoxi y/o un endurecedor derivado de β -hidroxialquilamida.

7. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual el primer y/o el segundo poliéster está ramificado y se obtiene a partir de una mezcla de ácidos que además comprende: (a)(iii) hasta 15% en moles (relativo a la cantidad total del primer ácido (a)(i) y (cuando está presente) el segundo ácido (a)(ii)) de uno o más poliácidos que comprenden al menos tres grupos carboxílicos, preferiblemente seleccionados de: ácido trimelítico, ácido piromelítico y sus correspondientes anhídridos.

8. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual la composición termoendurecible de revestimiento en polvo comprende un sistema ligante que comprende de 19 a 99 partes en peso de poliéster (A), de 0 a 44,5 partes en peso de un poliéster (B) que tiene una Tg menor que o igual a 50°C y que comprende, con respecto a la cantidad total de ácidos, de 75 a 100% en moles de un diácido alifático y, con respecto a la cantidad total de alcoholes, de 75 a 100% en moles de un diol alifático diferente de neopentilglicol y de 1 a 65 partes en peso de un agente de reticulación que tiene grupos funcionales capaces de reaccionar con los grupos funcionales de los poliésteres.

9. Una composición según cualquier reivindicación precedente, en la cual el primer y/o segundo poliéster está ramificado y se obtiene a partir de una mezcla de polioles que además comprende: (b) (iii) hasta 15% en moles (relativo a la cantidad total del primer alcohol (b)(i) y (cuando está presente) el NPG (b)(ii)) de uno o más polioles trifuncionales o tetrafuncionales, preferiblemente seleccionados de: trimetilolpropano, ditrimetilolpropano, pentaeritritol y mezclas de los mismos.

10. Una composición según cualquier reivindicación precedente que comprende:

(A) De 19,0 a 99,0 partes en peso del primer poliéster;

(B) De 44,5 a 0 partes en peso del segundo poliéster; y

(C) De 1 a 65 partes en peso del agente de curado,

35 Estando todas las partes basadas en el peso total de resinas poliéster y agentes de curado.

11. Un procedimiento para revestir sustratos, que comprende las etapas de revestir al menos una superficie de dicho sustrato con la composición de revestimiento en polvo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10; y calentar el sustrato revestido para curar térmicamente el revestimiento sobre el mismo para formar una capa adherente de la composición de revestimiento sobre el sustrato.

40 12. Un procedimiento según la reivindicación 11, en la cual el sustrato se selecciona de láminas metálicas para productos alimentarios y/o bebidas o de recipientes metálicos para productos alimentarios y/o bebidas.

13. Un artículo revestido, obtenido y/u obtenible mediante un procedimiento según las reivindicaciones 11 ó 12.

14. El uso de una composición de revestimiento en polvo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, para revestir el interior y/o el exterior de un recipiente para alimentos que entran en contacto con alcohol.

45 15. Uso según la reivindicación precedente, en el cual al menos se reviste el interior de una lata metálica para contener una bebida alcohólica.