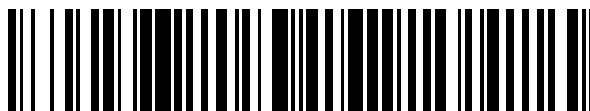


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 579 158**

51 Int. Cl.:

C09D 5/03 (2006.01)

C09D 5/46 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.02.2001 E 01904108 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016 EP 1263896**

54 Título: **Composiciones de revestimiento en polvo**

30 Prioridad:

08.02.2000 GB 0002844

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.08.2016

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
VELPERWEG 76
6824 BM ARNHEM, NL**

72 Inventor/es:

**CARE, MARTYN PAUL;
TINMOUTH, PAUL JOHN y
PARK, JAE-KYN**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 579 158 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de revestimiento en polvo

Esta invención se refiere a composiciones de revestimiento en polvo y a su uso en el revestimiento de sustratos, especialmente sustratos de forma complicada, con referencia particular a artículos que tienen partes huecas.

5 Las composiciones de revestimiento en polvo comprenden generalmente un aglutinante de resina formadora de película sólida, habitualmente con uno o más agentes colorantes tales como pigmentos, y opcionalmente también contienen uno o más aditivos de rendimiento. Son habitualmente termoendurecibles, incorporando, por ejemplo, un polímero formador de película y un agente de curado correspondiente (que puede ser en sí otro polímero formador de película), pero en principio se pueden usar en su lugar sistemas termoplásticos (basados, por ejemplo, en poliamidas). Las composiciones de revestimiento en polvo se preparan generalmente mezclando íntimamente los
10 ingredientes (incluyendo agentes colorantes y aditivos de rendimiento) por ejemplo en un extrusor, a una temperatura por encima del punto de ablandamiento del (de los) polímero(s) formador(es) de película pero por debajo de una temperatura en la que ocurriera una pre-reacción significativa. El extrudado se somete habitualmente a rodillos hasta formar una lámina plana y se desmenuza, por ejemplo por molienda, hasta el tamaño de partícula deseado. También entran en consideración otros procedimientos de homogeneización, incluyendo procedimientos no basados en extrusor tales como, por ejemplo, procedimientos que implican mezclar usando fluidos supercríticos, especialmente dióxido de carbono.

Las composiciones de revestimiento en polvo se aplican generalmente mediante un procedimiento de pulverización electrostática en el que las partículas de revestimiento en polvo son cargadas electrostáticamente por la pistola de pulverización, y el sustrato (normalmente metálico) está conectado a tierra. La carga sobre las partículas del revestimiento en polvo se aplica normalmente por interacción de las partículas con aire ionizado (carga por corona) o por fricción (carga triboestática o "tribo"). Las partículas cargadas son transportadas en el aire hacia el sustrato y su deposición final es influenciada, entre otros, por las líneas del campo eléctrico que se generan entre la pistola de pulverización y la pieza de trabajo. Una desventaja de este procedimiento es que hay dificultades en revestir
20 artículos que tienen formas complicadas, y especialmente artículos que tienen partes huecas, como resultado del acceso restringido de las líneas del campo eléctrico a las ubicaciones huecas (el efecto jaula de Faraday), especialmente en el caso de los campos eléctricos relativamente fuertes generados en el procedimiento de carga por corona. El efecto jaula de Faraday es mucho menos evidente en el caso de procedimientos de carga triboestática, pero esos procedimientos tienen otros inconvenientes.

30 Como alternativa a los procedimientos de pulverización electrostática, las composiciones de revestimiento en polvo se pueden aplicar por procedimientos de lecho fluidizado, en los que la pieza de trabajo que actúa como sustrato es precalentada (típicamente hasta 200°C-400°C) y sumergida en un lecho fluidizado de la composición de revestimiento en polvo. Las partículas de polvo que entran en contacto con la superficie precalentada se funden y se adhieren a la pieza de trabajo. En el caso de composiciones de revestimiento en polvo termoendurecibles, la pieza de trabajo revestida inicialmente se puede someter a un calentamiento adicional para completar el curado del revestimiento aplicado. Tal post-calentamiento puede no ser necesario en el caso de composiciones de revestimiento en polvo termoplásticas.

Los procedimientos de lecho fluidizado eliminan el efecto jaula de Faraday, permitiendo de este modo revestir las partes huecas en la pieza de trabajo que actúa como sustrato, y son atractivos en otros aspectos, pero tienen la ventaja bien conocida de que los revestimientos aplicados son sustancialmente más gruesos que los obtenibles por procedimientos de revestimiento electrostáticos.

Otra técnica de aplicación alternativa para composiciones de revestimiento en polvo es el llamado procedimiento de lecho fluidizado electrostático, en el que el aire de fluidización es ionizado por medio de electrodos de carga dispuestos en la cámara de fluidización o, más habitualmente, en la cámara de pleno por debajo de la membrana porosa de distribución de aire. El aire ionizado carga las partículas de polvo, que adquieren un movimiento global hacia arriba como resultado de la repulsión electrostática de partículas cargadas idénticamente. El efecto es que se forma una nube de partículas de polvo cargadas por encima de la superficie del lecho fluidizado. La pieza de trabajo que actúa como sustrato (conectada a tierra) se introduce en la nube y las partículas de polvo se depositan sobre la superficie del sustrato por atracción electrostática. No se requiere precalentamiento de la pieza de trabajo que actúa como sustrato.

El procedimiento electrostático de lecho fluidizado es especialmente adecuado para revestir artículos pequeños, porque la velocidad de deposición de las partículas de polvo disminuye a medida que el artículo se aleja de la superficie del lecho cargado. También, como en el caso del procedimiento de lecho fluidizado tradicional, el polvo es confinado en un recinto y no hay necesidad de proporcionar un equipo para reciclar y remezclar la sobrepulverización que no se deposita sobre el sustrato. Como en el caso del procedimiento electrostático de carga por corona, sin embargo, hay un fuerte campo eléctrico entre los electrodos de carga y la pieza de trabajo que actúa como sustrato y, como resultado, el efecto jaula de Faraday opera hasta cierto punto y conduce a una deposición deficiente de las partículas de polvo en las ubicaciones huecas en el sustrato.

5 La solicitud de patente internacional WO 99/30838 propone un procedimiento que comprende las etapas de establecer un lecho fluidizado de una composición de revestimiento en polvo, sumergir el sustrato totalmente o parcialmente dentro de dicho lecho fluidizado, aplicar un voltaje al sustrato durante al menos parte del periodo de inmersión, por lo cual las partículas de la composición de revestimiento en polvo se cargan sustancialmente por fricción sólo y se adhieren al sustrato, retirar el sustrato del lecho fluidizado y formar las partículas adherentes en un revestimiento continuo sobre al menos parte del sustrato.

10 En comparación con procedimientos en los que se genera un campo eléctrico sustancial entre los electrodos de carga y la pieza de trabajo que actúa como sustrato, el procedimiento de la solicitud de patente internacional WO 99/30838, que se realiza sin efectos de ionización o corona en el lecho fluidizado, ofrece la posibilidad de conseguir un buen revestimiento de áreas del sustrato que se hacen inaccesibles por el efecto jaula de Faraday.

15 La patente de EE.UU. 5.856.378 describe composiciones de revestimiento en polvo que incluyen partículas de material compuesto que son aglomerados de componentes en partícula individuales fusionados o unidos entre sí hasta partículas de material compuesto que son fluidizables por aire y se pueden aplicar a un sustrato por pulverización electrostática. Las composiciones descritas en la patente de EE.UU. 5.856.378 no muestran penetración de la jaula de Faraday mejorada.

20 La presente invención proporciona una composición de revestimiento en polvo que incorpora una cera en una forma post-mezclada, caracterizada por que la cera no está depositada en un material de soporte, estando caracterizada la composición por que la cantidad de cera está en el intervalo 0,03-2%, siendo todos los porcentajes en peso y estando basados en el peso de la composición sin la cera, teniendo la cera una Tg en el intervalo de 100° a 140°C, y estando caracterizada la composición por un mínimo factor de interacción triboeléctrica τ , definido en la presente memoria más adelante, entre la composición que incorpora la cera y la misma composición sin la cera.

El término "post-mezclado" significa que el material de cera ha sido incorporado después de la extrusión u otro procedimiento de homogeneización (denominado por conveniencia en lo sucesivo simplemente como "extrusión").

25 El uso de cera post-mezclada de acuerdo con la invención ofrece la posibilidad de conseguir una penetración de la jaula de Faraday mejorada en el revestimiento de sustratos y, como resultado, un revestimiento más uniforme de sustratos que tienen áreas huecas u otras ubicaciones hechas dificultosamente accesibles por el efecto de jaula de Faraday, por ejemplo las regiones de las esquinas internas de los hornos microondas. En particular, la invención permite conseguir el grosor de revestimiento mínimo deseado en tales regiones sin tener que aplicar un exceso de material a otras áreas más fácilmente accesibles del sustrato. Son posibles ahorros sustanciales de material de revestimiento en polvo.

Se entenderá que el uso de cera post-mezclada de acuerdo con la invención es claramente distinto de propuestas anteriores para incorporar cera para diferentes fines antes o durante la extrusión. Tales propuestas se pueden combinar, sin embargo, con la práctica de la presente invención.

35 Las ventajas de la invención se ven mejor en procedimientos de aplicación de corona, pero en principio se pueden usar en su lugar otros procedimientos de aplicación, aunque generalmente el efecto de la invención será entonces menos pronunciado.

40 La invención proporciona además un procedimiento para formar un revestimiento sobre un sustrato, en el que se aplica una composición según la invención al sustrato mediante un procedimiento de revestimiento en polvo, preferiblemente un procedimiento de aplicación de corona, dando como resultado partículas de la composición que se adhieren al sustrato, y formando las partículas hasta un revestimiento continuo.

El sustrato es ventajosamente un artículo que tiene partes huecas sujetas al efecto jaula de Faraday, y para un artículo que tiene múltiples caras, la relación del grosor de revestimiento mínimo a máximo es ventajosamente al menos 40%, preferiblemente al menos 50%.

45 La invención también proporciona el uso de una composición de revestimiento en polvo de la invención en el revestimiento de un artículo que tiene partes huecas que puede ser, por ejemplo, el interior de un frigorífico u horno microondas, una rueda de aleación, una extrusión arquitectónica o una aleta de radiador.

50 La cera en una composición de revestimiento en polvo de la invención es ventajosamente una cera sintética, preferiblemente una cera de polietileno (PE) o politetrafluoroetileno (PTFE), una cera PE modificada con PTFE o poliamida, o una cera de poliamida. En principio, sin embargo, se pueden usar en su lugar otros materiales de cera, por ejemplo:

- i) Ceras animales naturales (por ejemplo, cera de abejas, lanolina);
- ii) Ceras vegetales naturales (por ejemplo, cera carnauba); o
- iii) Petróleo natural u otras ceras minerales (por ejemplo, cera de parafina, cera microcristalina); o
- iv) cualquiera de las clases i) - iii) modificada por PTFE o poliamida.

- 5 Un grupo importante de ceras para uso de acuerdo con la invención comprende ésteres de alcoholes alifáticos de cadena larga (típicamente C₁₆ y superiores) con ácidos grasos de cadena larga (típicamente C₁₆ y superiores). Tales ésteres y ácidos son preferiblemente compuestos de cadena lineal, y pueden ser saturados o insaturados. Ejemplos de ácidos que se pueden usar incluyen ácido esteárico, ácido palmítico y ácido oleico, y mezclas de dos o más de los mismos.
- Las ceras derivadas de los compuestos alifáticos de cadena larga descritos anteriormente pueden incluir hidrocarburos.
- Además de ésteres de los ácidos de cadena larga descritos anteriormente se pueden mencionar sales tales como, por ejemplo, estearato de aluminio.
- 10 Los materiales de cera preferidos para uso de acuerdo con la invención son materiales que tienen una buena compatibilidad con el (los) componente(s) polimérico(s) de la composición de revestimiento en polvo, es decir, materiales que se pueden mezclar homogéneamente con los polímeros sin separación de fases significativa. Se encontrará que algunos materiales de cera (por ejemplo, ceras halogenadas) en general no son compatibles en este sentido con el (los) polímero(s) de revestimiento en polvo. Se esperaría que el uso de tales materiales daría lugar a defectos en la apariencia superficial del revestimiento aplicado acabado, y por consiguiente no se recomienda.
- 15 Ejemplos particulares de ceras adecuadas incluyen las siguientes, fabricadas por Lubrizol: LANCO WAX A. 1601 (una cera de amida de ácido graso), LANCO WAX HM. 1666 (una cera de amida) y LANCO WAX TF 1725 (una cera de polietileno modificado con PTFE).
- 20 La cantidad de cera está en el intervalo 0,03-2%, pero se puede hacer mención de cantidades en el intervalo de 0,03 a 0,8% en peso y 0,03 a 0,5% en peso. Además, es necesario tener cuidado en asegurar que la composición de revestimiento en polvo no se hace demasiado pegajosa, y también se puede encontrar que el efecto mejorador de la penetración de la cera post-mezclada disminuirá, con adición de cera creciente, después de que se haya alcanzado un valor máximo. El contenido de cera máximo preferido será en general 0,3 o 0,2%, más especialmente no excediendo de 0,1%, siendo todos los porcentajes en peso y estando basados en el peso de la composición sin la cera. Se puede hacer mención particular de cantidades en el intervalo de 0,05 a 0,1% en peso, especialmente 0,07 a 0,1%.
- 25 En general, la T_g de la cera debe estar por encima de la del resto de la composición de revestimiento en polvo. Esto sirve para reducir la tendencia de la composición a hacerse pegajosa como resultado de la incorporación de la cera.
- De acuerdo con la presente invención la T_g de la cera está en el intervalo de 100° a 140°C.
- 30 En principio, se puede usar más que una cera como aditivo post-mezclado de acuerdo con la invención. En general, sin embargo, el uso de una pluralidad de ceras tendrá un efecto negativo sobre la consecución de resultados óptimos. Si se va a usar más que una cera, se considera preferible dividir la composición base en un número correspondiente de partes, post-mezclar una cera diferente con cada parte y mezclar después los polvos resultantes entre sí. La incorporación de dos o más ceras en la misma operación de post-mezcla no se recomienda.
- 35 La post-mezcla de la cera se puede conseguir, por ejemplo, mediante cualquiera de los siguientes métodos de mezcla en seco:
- a) voltear la cera en la astilla antes de moler;
 - b) inyección en el molino, con la astilla y la cera alimentados al molino simultáneamente;
 - c) introducción en la etapa de tamizado después de moler;
 - 40 d) mezcla post-producción en un volteador u otro dispositivo de mezcla adecuado; o
 - e) introducción en un reservorio para polvos de lecho fluidizado suministrando una pistola electrostática de aplicación de polvo.
- En el caso del método a) o b), el tamaño de partícula de la cera es preferiblemente menor que el de la astilla, y ventajosamente < 50 micrómetros. En el caso del método c), d) o e), el tamaño de partícula de la cera es preferiblemente menor que el de la composición de revestimiento en polvo, preferiblemente < 30 micrómetros, más especialmente < 15 micrómetros, por ejemplo < 10 micrómetros.
- 45 Los efectos obtenibles mediante el uso de cera post-mezclada de acuerdo con la invención pueden ser mejorados mediante el uso, como aditivos post-mezclados adicionales, de una combinación de óxido de aluminio e hidróxido de aluminio, típicamente en proporciones en el intervalo de 1:99 a 99:1 en peso, ventajosamente de 10:90 a 90:10, preferiblemente de 30:70 a 70:30, por ejemplo, de 45:55 a 55:45. La combinación de óxido de aluminio e hidróxido de aluminio se describe en la solicitud de patente internacional WO 94/11446 como aditivo post-mezclado auxiliar de la fluidez. También se pueden usar en principio otras combinaciones de los materiales inorgánicos descritos en la solicitud de patente internacional WO 94/11446 en la práctica de la presente invención.
- 50

- 5 Tales aditivos post-mezclados adicionales se pueden incorporar con la composición simultáneamente con la cera o independientemente de ella, y se pueden incorporar mediante cualquiera de las técnicas de post-mezcla descritas en relación con la cera. Aunque en principio se puede incorporar por separado cualquier aditivo tal o subcombinación mixta de aditivos en la composición de revestimiento en polvo, se prefiere generalmente la premezcla de aditivos (distintos a la cera).
- Se usan ventajosamente combinaciones de óxido de aluminio e hidróxido de aluminio (y aditivos similares) en cantidades en el intervalo de 0,25 a 0,75% en peso, preferiblemente 0,45 a 0,55%, en base al peso de la composición sin los aditivos. Se pueden usar cantidades hasta 1% o 2% en peso, pero pueden surgir problemas si se usa demasiado, por ejemplo, formación de trocitos y eficacia de transferencia disminuida.
- 10 Aunque la cera post-mezclada puede estar en principio en la forma de cera depositada sobre un material de soporte (tal como, por ejemplo, sílice), el uso de tales materiales no homogéneos en general no se recomienda en la práctica de la presente invención.
- La distribución de tamaños de partícula de la composición de revestimiento en polvo puede estar en el intervalo de 0 a 150 micrómetros, generalmente hasta 120 micrómetros, con un tamaño de partícula medio en el intervalo de 15 a 75 micrómetros, preferiblemente al menos 20 o 25 micrómetros, ventajosamente no excediendo de 50 micrómetros, más especialmente 20 a 45 micrómetros. Aunque la invención puede ofrecer en principio ventajas sobre todo el intervalo de distribuciones de tamaños de partícula, se ha encontrado que los beneficios en términos de penetración de la jaula de Faraday tienden a ser menos pronunciados en distribuciones de tamaños de partícula relativamente finas.
- 15 Una composición de revestimiento en polvo según la invención puede contener un único componente en polvo formador de película que comprende una o más resinas formadoras de película, o puede comprender una mezcla de dos o más de tales componentes.
- La resina (polímero) formadora de película actúa como aglutinante y tiene la capacidad de humedecer los pigmentos e impartir fuerza cohesiva entre las partículas del pigmento y de humedecer o fijarse al sustrato, y se funde y fluye en el procedimiento de curado/tratamiento de estufa después de la aplicación sobre el sustrato para formar una película homogénea.
- 20 El o cada uno de los componentes de revestimiento en polvo de una composición de la invención será en general un sistema termoendurecible, aunque en principio se pueden usar en su lugar sistemas termoplásticos (basados, por ejemplo, en poliamidas).
- 30 Cuando se usa una resina termoestable, el sistema aglutinante polímero sólido incluye, por lo general, un agente sólido de curado para la resina termoestable; de manera alternativa, se pueden usar dos resinas termoestables y formadoras de película co-reactivas.
- El polímero formador de película usado en la fabricación de el o cada uno de los componentes de una composición de revestimiento en polvo termoendurecible según la invención puede ser uno o más seleccionados de resinas de poliéster carboxi-funcionales, resinas de poliéster hidroxifuncionales, resinas epoxi y resinas acrílicas funcionales.
- 35 Un componente de revestimiento en polvo de la composición puede estar basado, por ejemplo, en un sistema aglutinante polimérico sólido que comprende una resina formadora de película de poliéster carboxi-funcional, usada con un agente de curado poliepoxi. Estos sistemas de poliéster carboxi-funcional son, en la actualidad, los materiales de revestimiento en polvo más extensamente utilizados. Por lo general, el poliéster tiene un valor ácido dentro del intervalo de 10-100, un peso molecular medio numérico Mn de 1.500 a 10.000 y una temperatura de transición vítrea Tg de 30°C a 85°C, preferentemente al menos 40°C. El poliepoxi puede ser, por ejemplo, un compuesto epoxi de bajo peso molecular tal como isocianurato de triglicidilo (TGIC), un compuesto tal como tereftalato de diglicidilo, éter glicídico condensado de bisfenol A, o una resina epoxi foto-estable. Tal resina de poliéster carboxi-funcional formadora de película se puede usar alternativamente con un agente de curado de bis(beta-hidroxialquilamida) tal como tetrakis(2-hidroxietil)adipamida.
- 40 De manera alternativa, se puede utilizar un poliéster hidroxifuncional con un agente de curado isocianato-funcional bloqueado o un condensado de amina-formaldehído tal como, por ejemplo, una resina de melamina, una resina de urea-formaldehído o una resina de glicol urea-formaldehído, por ejemplo el material "Powderlink 1174", suministrado por the Cyanamid Company, o hexahidroximetilmelamina. Un agente de curado de isocianato bloqueado para un poliéster hidroxifuncional puede estar, por ejemplo, bloqueado de forma interna tal como el tipo uretdiona, o puede ser del tipo bloqueado con caprolactama, por ejemplo, diisocianato de isofozona.
- 45 Como posibilidad adicional, se puede utilizar una resina epoxi con un agente de curado amino-funcional tal como, por ejemplo, dicianodiamida. En lugar de un agente de curado amino-funcional para una resina epoxi, se puede usar un material fenólico, preferiblemente un material formado por la reacción de epiclorhidrina con un exceso de bisfenol A (es decir, un polifenol preparado por la aducción de bisfenol A y una resina epoxi). Se puede utilizar una resina acrílica funcional, por ejemplo, una resina carboxi-, hidroxio- o epoxi-funcional, con un agente de curado apropiado.
- 50
- 55

Se pueden usar mezclas de polímeros formadores de película, por ejemplo se puede usar un poliéster carboxi-funcional con una resina acrílica carboxi-funcional y un agente de curado tal como una bis(beta-hidroxiálquilamida) que sirve para curar ambos polímeros. Como posibilidades adicionales para sistemas mixtos de aglutinación, se puede usar una resina acrílica carboxi-, hidroxi- o epoxi-funcional con una resina epoxi o una resina de poliéster (carboxi- o hidroxi-funcional). Estas combinaciones de resinas se pueden seleccionar de manera que sean co-curables, por ejemplo, una resina acrílica carboxi-funcional co-curada con una resina epoxi, o un poliéster carboxi-funcional co-curado con una resina epoxi, o un poliéster carboxi-funcional co-curado con una resina acrílica glicidilo-funcional. Sin embargo, de forma más habitual, estos sistemas mixtos de aglutinación se formulan de manera que se curen con un único agente de curado (por ejemplo, uso de un isocianato bloqueado para curar una resina acrílica hidroxi-funcional y un poliéster hidroxi-funcional). Otra formulación preferida implica el uso de un agente de curado diferente para cada aglutinante de una mezcla de dos aglutinantes poliméricos (por ejemplo, una resina epoxi curada con amina usada conjuntamente con una resina acrílica hidroxi-funcional curada con un isocianato bloqueado).

Otros polímeros formadores de película que se pueden mencionar incluyen fluoropolímeros funcionales, fluorocloropolímeros funcionales y polímeros fluoroacrílicos funcionales, cada uno de los cuales puede ser hidroxi-funcional o carboxi-funcional y puede ser usado como único polímero formador de película o junto con una o múltiples resinas acrílicas, de poliéster o epoxi funcionales, con agentes de curado apropiados para los polímeros funcionales.

Otros agentes de curado que se pueden mencionar incluyen novolacas de epoxi fenol y novolacas de epoxi cresol ; agentes de curado de isocianato bloqueados con oximas tales como diisocianato de isoforona bloqueado con metiletilcetoxima, diisocianato de tetrametilenxileno con acetona-oxima, y Desmodur W (agente de curado de diisocianato de dicitohexilmetano) bloqueado con metiletilcetoxima; resinas epoxi foto-estables tales como "Santolink LSE 120" suministradas por Monsanto; y poliepoóxidos alicíclicos tales como "EHPE-3150", suministrado por Daicel.

Una composición de revestimiento en polvo para uso según la invención puede estar exenta de agentes colorantes añadidos, pero habitualmente contiene uno o más de tales agentes (pigmentos o tintes). Ejemplos de pigmentos que se pueden usar son pigmentos inorgánicos tales como dióxido de titanio, óxidos de hierro rojo y amarillo, pigmentos de cromo y negro de humo, y pigmentos orgánicos tales como, por ejemplo, pigmentos de ftalocianina, azo, antraquinona, tio-índigo, isodibenzatrina, trifendioxano y quinacridona, pigmentos de tinción por inmersión y lacas de tinciones ácidas, básicas y mordientes. Se pueden usar tintes en lugar de, o además de, pigmentos.

La composición de la invención también puede incluir uno o más extensores o cargas, que se pueden usar entre otros para ayudar a la opacidad, a la vez de minimizar costes, o más generalmente como diluyente.

Se deben mencionar los siguientes intervalos para el contenido total de pigmento/carga/extensor de una composición de revestimiento en polvo según la invención (sin considerar aditivos post-mezcla):

- 0% a 55% en peso,
- 0% a 50% en peso,
- 10% a 50% en peso,
- 0% a 45% en peso, y
- 25% a 45% en peso

Del contenido total de pigmento/carga/extensor, el contenido de pigmento será generalmente $\leq 40\%$ en peso de la composición total (sin considerar aditivos post-mezcla) pero también se pueden usar proporciones hasta 45% o incluso 50% en peso. Habitualmente se usa un contenido de pigmento de 25-35%, aunque en el caso de colores oscuros se puede obtener opacidad con $< 10\%$ en peso de pigmento.

La composición de la invención también puede incluir uno o más aditivos de rendimiento, por ejemplo, un agente promotor de fluidez, un plastificante, un estabilizante contra la degradación por UV, o un agente antigasificante, tal como benzoína, o se pueden usar dos o más de tales aditivos. Se deben mencionar los siguientes intervalos para el contenido total de aditivo de rendimiento de una composición de revestimiento en polvo según la invención (sin considerar aditivos post-mezcla):

- 0% a 5% en peso,
- 0% a 3% en peso, y
- 1% a 2% en peso

En general, los agentes colorantes, cargas/extensores y aditivos de rendimiento descritos anteriormente no se incorporarán por post-mezcla, sino se incorporarán antes y/o durante la extrusión u otro procedimiento de homogeneización.

Después de la aplicación del material de revestimiento en polvo a un sustrato, la conversión de las partículas adherentes resultantes en un revestimiento continuo (que incluye, donde sea apropiado, el curado de la composición aplicada) se puede llevar a cabo por tratamiento térmico y/o por energía radiante, especialmente radiación infrarroja, ultravioleta o haces de electrones.

- 5 El polvo se cura habitualmente sobre el sustrato mediante la aplicación de calor (procedimiento de tratamiento en estufa); las partículas de polvo se funden y fluyen y se forma una película. Los tiempos y temperaturas de curado son interdependientes, de acuerdo con la formulación de la composición usada, siendo posible citar los siguientes intervalos típicos:

| Temperatura/°C | Tiempo |
|-----------------|--------------------|
| 280 hasta 100* | 10 s hasta 40 min |
| 250 hasta 150 : | 15 s hasta 30 min |
| 220 hasta 160 : | 5 min hasta 20 min |

* Se pueden usar temperaturas hasta 90°C para algunas resinas, especialmente ciertas resinas epoxi.

- 10 La invención es aplicable sobre un amplio intervalo de grosores de película aplicada, típicamente desde películas finas de, por ejemplo, 30 micrómetros o menos hasta películas de 50, 100, 150 o 200 micrómetros. Un grosor de película mínimo típico es 5 micrómetros.

- 15 Como generalidad, para cualquier composición de revestimiento en polvo dada, el grado de ventaja obtenido por el uso de cera post-mezclada de acuerdo con la invención es dependiente de la naturaleza de la cera usada. Más específicamente, se ha encontrado, de acuerdo con la invención, que los resultados en términos de penetración de la jaula de Faraday pueden ser mejorados seleccionando la cera teniendo en consideración una medida de la tendencia de la composición base a cargarse positivamente o negativamente en un entorno de tribocarga.

- 20 En una estrategia, mezclas que consisten en una parte que es una composición de revestimiento en polvo básica y otra parte que es la composición de revestimiento en polvo básica tratada con una cera se cargan tribostáticamente, y se encuentra que la parte básica se carga predominantemente en un sentido, mientras que se encuentra que la parte tratada con cera se carga predominantemente en el sentido opuesto, permitiendo la separación de la mezcla en la parte básica y la parte tratada con cera dirigiéndola a dos placas cargadas de manera opuesta. Se encuentra que algunas mezclas de composiciones de revestimiento en polvo de la parte básica y de la parte tratada con cera se separan en un mayor grado que otras cuando se dirigen a placas cargadas de manera opuesta.

- 25 El hecho de que se encuentra que la parte básica y la parte tratada con cera de una composición de revestimiento en polvo se cargan de manera opuesta proporciona una base para establecer una serie triboeléctrica de las composiciones de revestimiento en polvo que incluye composiciones de revestimiento en polvo básicas con y sin tratamiento con cera. Se sabe que las composiciones de revestimiento en polvo básicas en sí son separables cuando se mezclan unas con otras y se cargan tribostáticamente, adquiriendo una composición de revestimiento en polvo básica una carga positiva mientras que la otra adquiere una carga negativa, como muestra una tendencia a separarse sobre dos placas cargadas de manera opuesta. En la serie triboeléctrica resultante, las posiciones relativas de las composiciones de revestimiento en polvo básica y tratada con cera son tales que cada composición de revestimiento en polvo adopta una carga negativa en una mezcla cargada, con la composición de revestimiento en polvo posicionada inmediatamente por encima de ella y una carga positiva en una mezcla cargada con la composición de revestimiento en polvo posicionada inmediatamente por debajo de ella.

- 35 El hecho de que algunas mezclas cargadas se separen en un mayor grado que otras conduce a la expectativa de que composiciones de revestimiento en polvo básicas y tratadas con cera que ocupan posiciones ampliamente separadas en la serie triboeléctrica se separan una de otra en un mayor grado que las composiciones de revestimiento en polvo básicas y tratadas con cera que ocupan posiciones adyacentes en la serie triboeléctrica.

- 40 Un procedimiento para establecer una serie triboeléctrica para los fines de la presente invención puede incluir las siguientes etapas:

- (i) seleccionar una pluralidad de composiciones de revestimiento en polvo para inclusión en la serie triboeléctrica,
- (ii) seleccionar unas primeras dos de las composiciones de revestimiento en polvo,
- (iii) mezclar las dos composiciones de revestimiento en polvo seleccionadas en cantidades sustancialmente iguales,
- 45

(iv) provocar la carga tribostática de la mezcla de composiciones de revestimiento en polvo por interacción tribostática para establecer condiciones cargadas tribostáticamente en equilibrio,

(v) dirigir la mezcla cargada tribostáticamente a dos placas cargadas eléctricamente de polaridades opuestas una en relación a la otra,

5 (vi) identificar cuál de los dos polvos se adhiere a la placa eléctricamente positiva,

(vii) asignar así posiciones a las dos composiciones de revestimiento en polvo en la serie triboeléctrica para que la composición de revestimiento en polvo que se adhiere a la placa positiva ocupe una posición inmediatamente por debajo de la posición de la composición de revestimiento en polvo que se adhiere a la placa negativa,

10 (viii) repetir las etapas (ii) a (vii) hasta que todas las composiciones de revestimiento en polvo hayan sido ensayadas en pares y posiciones asignadas en la serie triboeléctrica.

Las etapas (iv) y (v) anteriores se pueden combinar eyectando las composiciones de revestimiento en polvo mezcladas desde una pistola de aplicación de polvo suministrada desde una tolva de lecho fluidizado.

15 En un procedimiento que mantiene la separación de las etapas (iv) y (v) anteriores, la etapa (iv) comprende poner dos polvos en una jarra de vidrio, agitar la jarra de vidrio durante un periodo fijado, por ejemplo, aproximadamente dos minutos, dejando después un tiempo de relajación de 30 segundos.

En un procedimiento preferido, manteniendo de nuevo la separación de las etapas (iv) y (v) anteriores, la etapa (iv) comprende fluidizar la mezcla y dejarla desarrollar su carga tribostática natural de equilibrio.

20 Cuando el procedimiento anterior se realiza sobre una pluralidad de composiciones de revestimiento en polvo básicas coloreadas, se permite la identificación visual de las composiciones de revestimiento en polvo básicas. Composiciones de revestimiento en polvo negras y composiciones de revestimiento en polvo blancas pueden estar, por supuesto, incluidas.

25 Un número adecuado de composiciones de revestimiento en polvo básicas para establecer una serie triboeléctrica es siete, y más que siete proporciona una serie triboeléctrica más amplia. Un número mínimo de composiciones de revestimiento en polvo básicas para la serie triboeléctrica es del orden de cinco. Se pueden incluir materiales específicos en la serie a fin de indicar posiciones de referencia, aunque tales materiales no se incluyen necesariamente en las composiciones de revestimiento en polvo. Materiales de referencia adecuados son PTFE (politetrafluoroetileno) que ocupa la posición más baja posible, y poliamida, que ocupa la posición más alta posible en la serie triboeléctrica.

30 La serie triboeléctrica debe incluir al menos un par de composiciones de revestimiento en polvo básicas que, cuando son sometidas al procedimiento de mezcla, carga y separación anterior, se separan entre las placas cargadas hasta el punto en que sustancialmente todo de un polvo básico se adhiere a la placa positiva y sustancialmente todo del otro polvo básico se adhiere a la placa negativa. Dos tales composiciones de revestimiento en polvo básicas satisfacen totalmente el requisito para composiciones de revestimiento en polvo que están bien separadas en términos de rendimiento triboeléctrico. De manera análoga, la serie triboeléctrica incluirá composiciones de revestimiento en polvo básicas que, cuando son sometidas al procedimiento de mezcla, carga y separación anterior, se separan poco o nada en absoluto entre las placas cargadas. Dos composiciones de revestimiento en polvo que constituyen mezclas que se separan poco o nada en absoluto no cumplen el requisito para composiciones de revestimiento en polvo que están bien separadas en términos de rendimiento triboeléctrico.

40 Donde dos composiciones de revestimiento en polvo coloreadas de manera diferente se someten al procedimiento de mezcla, carga y separación anterior y las dos composiciones de revestimiento en polvo satisfacen totalmente el requisito para composiciones de revestimiento en polvo que están bien separadas en términos de rendimiento triboeléctrico, el resultado es que el color de la composición de revestimiento en polvo que se adhiere a la placa positiva es sustancialmente el mismo color que una composición de revestimiento en polvo, siendo el color de la composición de revestimiento en polvo que se adhiere a la placa negativa sustancialmente el mismo que el color de la otra composición de revestimiento en polvo. Se desprende que una evaluación cuantitativa subjetiva del rendimiento triboeléctrico de dos polvos coloreados de manera diferente es posible por inspección visual de los colores de las composiciones de revestimiento en polvo sobre las placas positiva y negativa en relación a los colores respectivos de las composiciones de revestimiento en polvo antes de que se mezclen.

50 Una evaluación cuantitativa objetiva del rendimiento triboeléctrico de dos polvos coloreados de manera diferente se hace con la ayuda de un espectrofotómetro de color de referencia de tolerancia estrecha capaz de funcionar de acuerdo con el sistema CIE L* a* b* ¹⁹⁷⁶ para evaluar diferencias entre muestras de colores. CIE es una abreviatura de Commission International d'Eclairage.

Un espectrofotómetro adecuado es un Spectraflash SF600 PLUS CT fabricado por Datacolor International.

El sistema CIE $L^* a^* b^*$ 1976 es un estándar para definir colores en términos de un sistema de coordenadas tridimensional y, para coordenadas rectangulares, a^* es la variable de la coordenada x, b^* es la variable de la coordenada y, y L^* es la variable de la coordenada z. El intervalo de L^* es 0 a 100 y los intervalos de a^* y b^* son ambos - 100 a 100.

5 Las siguientes coordenadas de referencia están incluidas en el sistema CIE $L^* a^* b^*$ 1976:

Verde: $a^* = -100, b^* = 0, L^* = 50$

Rojo: $a^* = 100, b^* = 0, L^* = 50$

Azul: $a^* = 0, b^* = -100, L^* = 50$

Amarillo: $a^* = 0, b^* = 100, L^* = 50$

10 Blanco: $a^* = 0, b^* = 0, L^* = 100$

Negro: $a^* = 0, b^* = 0, L^* = 0$

El espectrofotómetro de color que funciona de acuerdo con el sistema CIE $L^* a^* b^*$ 1976 es capaz de expresar la separación entre dos pigmentos de color como ΔE , donde $\Delta E^2 = \Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}$ donde ΔL^* , Δa^* y Δb^* se miden en las direcciones z, x e y, respectivamente. La magnitud de ΔE es $(\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$.

15 La electrostática elemental permite la separación de partículas cargadas de manera opuesta dirigiéndolas hacia placas cargadas de manera opuesta. Las partículas negativas son recogidas en la placa positiva, y viceversa. A condición de que haya alguna diferencia discernible entre los dos tipos de partícula, el procedimiento permite entonces la cuantificación del grado de separación entre dos especies en la mezcla, mediante el uso de partículas coloreadas de manera diferente.

20 Los procedimientos establecidos para describir el comportamiento de carga de revestimientos en polvo usan medidas netas, que son relativamente brutas al evaluar las características de carga de los polvos. A modo de ejemplo, considérense los siguientes dos casos:

| Caso A | Caso B |
|--------------------------|--------------------------|
| 2 partículas de carga +3 | 2 partículas de carga +8 |
| 2 partículas de carga -2 | 2 partículas de carga -7 |
| Carga neta total =+2 | Carga neta total =+2 |

25 Una medida de carga neta según los procedimientos establecidos sería incapaz de distinguir entre estos dos casos. Hasta donde sabemos, no hay equipos disponibles en el mercado para cuantificar la distribución de carga en composiciones de revestimiento en polvo, con lo que se debe hacer una medida indirecta del comportamiento de carga y eso se consigue de acuerdo con la invención mediante el uso del parámetro τ explicado más adelante. El grado de separación de carga en el caso A es sustancialmente menor que el del caso B, y se ha encontrado que la aplicación de τ permite la selección del caso B en lugar del caso A como la mezcla capaz de mostrar la separación más alta.

30 La cuantificación se consigue más fácilmente con respecto a dos composiciones de revestimiento en polvo coloreadas entre las que existe un ΔE significativo. Se determina primero un valor de ΔE (puras) entre las composiciones de revestimiento en polvo puras. Las dos composiciones de revestimiento en polvo se mezclan después en proporciones en peso iguales, se provoca que se carguen tribostáticamente y la mezcla cargada se pulveriza mediante una pistola de suministro de polvos en dos placas cargadas de manera opuesta, dando como resultado un grado de separación de las dos composiciones de revestimiento en polvo sobre las dos placas cargadas según las cargas relativas adquiridas por las dos composiciones de revestimiento en polvo. La carga tribostática, preferiblemente, incluye fluidizar la mezcla y dejarla desarrollar su carga tribostática natural de equilibrio. Después de un tratamiento adecuado, por ejemplo tratamiento en estufa, provocando que las composiciones de revestimiento en polvo se fijen a las dos placas, se determina un valor ΔE (mezcla) entre las composiciones de revestimiento en polvo sobre las dos placas.

45 De acuerdo con la invención se ha desarrollado un parámetro τ como una herramienta práctica en la evaluación del rendimiento triboeléctrico de dos polvos coloreados de manera diferente usando el parámetro ΔE . El parámetro τ se define como $\tau = \Delta E(\text{mezcla})/\Delta E(\text{puras})$. $\Delta E(\text{puras})$ indica un valor para ΔE entre dos polvos puros. La determinación de ΔE (mezcla) comprende mezclar los dos polvos en proporciones en peso aproximadamente iguales, provocar la carga de la mezcla resultante por interacción tribostática para establecer condiciones tribostáticamente cargadas en equilibrio, preferiblemente por fluidificación, y provocar que la mezcla se separe pulverizándola mediante una pistola

de suministro de polvos sin voltaje aplicado en dos placas cargadas de manera opuesta, siendo ΔE (mezcla) el valor de ΔE entre la mezcla "separada" distribuida sobre las placas cargadas de manera opuesta.

5 Se ha encontrado que el uso de información de color permite la cuantificación práctica del grado al que partículas de polvo cargadas tribostáticamente se separan, y que los resultados de las medidas de color son de valor práctico en la selección de mezclas de polvo altamente separables.

De acuerdo con la presente invención una composición de revestimiento en polvo se caracteriza por un factor de interacción triboeléctrica τ , entre la composición que incorpora la cera y la misma composición sin la cera, de $\geq 0,25$, $\geq 0,3$, $\geq 0,4$, $\geq 0,5$, $\geq 0,6$, $\geq 0,7$ o $\geq 0,8$, siendo dado el valor de τ por la relación $\tau = \Delta E$ (mezcla de composiciones)/ ΔE (composiciones puras) donde

$$10 \quad \Delta E = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$$

siendo L^* , a^* y b^* respectivamente las variables de las coordenadas z , y y x bajo el sistema de definición de colores CIE $L^*a^*b^*$ ₁₉₇₆,

15 siendo ΔE (composiciones puras) determinado por medida espectrofotométrica del color y siendo ΔE (mezcla de composiciones) determinado mezclando las dos composiciones en proporciones en peso iguales, provocando la carga de la mezcla resultante por interacción tribostática para establecer condiciones cargadas tribostáticamente en equilibrio, dirigir la mezcla cargada sobre dos placas cargadas de manera opuesta, dando como resultado una separación de las composiciones sobre las dos placas, y determinar después ΔE , por medida espectrofotométrica del color, entre las composiciones aplicadas a las dos placas, siendo una o ambas de las composiciones puras iniciales respectivas teñida donde sea apropiado para proporcionar un ΔE mejorado entre ellas para facilitar la determinación de ΔE (composiciones puras) y ΔE (mezcla de composiciones).

20 La relación $\tau = \Delta E$ (mezcla)/ ΔE (pura) se atribuye a la mezcla de los dos polvos. Si, por ejemplo, ha habido separación total de la mezcla de revestimiento en polvo entre las dos placas, entonces ΔE (mezcla) sería la misma que ΔE (pura) y la relación τ tendría un valor de 1, dando posiblemente el mismo resultado que un examen visual subjetivo de las dos placas. Si, por el contrario, no ha habido separación de las composiciones de revestimiento en polvo entre las dos placas, las dos placas serían sustancialmente del mismo color y ΔE (mezcla) sería sustancialmente cero, conduciendo a una relación $\tau = 0$, lo que podría ser determinado por inspección visual de las dos placas. Se puede encontrar, por supuesto, que la relación τ alcance cualquier valor entre 0 y 1, ambos límites incluidos, según el valor de ΔE (mezcla) entre las composiciones de revestimiento en polvo que se adhieren a las placas en relación con ΔE entre las composiciones de revestimiento en polvo puras.

25 Se aplica una forma modificada del procedimiento anterior en el caso de dos composiciones de revestimiento en polvo coloreadas entre las que no hay un ΔE significativo y, también, en el caso de dos polvos blancos. La modificación implica la adición de un primer colorante a un polvo y, donde sea apropiado para proporcionar un ΔE mejorado, la adición de un segundo colorante a la otra composición de revestimiento en polvo, siendo los colorantes añadidos tales que no influyen en las cargas relativas adquiridas por las composiciones de revestimiento en polvo. Los colorantes se seleccionan así para tener un ΔE significativo, y se sigue el resto del procedimiento expuesto anteriormente para obtener ΔE para la mezcla de las dos composiciones de revestimiento en polvo. Después de la adición de los colorantes, cada composición de revestimiento en polvo teñida debe ser comprobada en relación a la serie triboeléctrica a fin de estar seguros de que la adición del colorante no da como resultado un cambio en la posición de la composición de revestimiento en polvo en la serie triboeléctrica.

40 También se pueden usar colorantes para determinar el rendimiento triboeléctrico de dos composiciones de revestimiento en polvo blancas siguiendo una comprobación, como antes, de que la adición del colorante no provoca un cambio en la posición de cada composición de revestimiento en polvo en la serie triboeléctrica.

El valor ΔE , cuando se usa en el cálculo de τ , se considera que da resultados suficientemente exactos para fines prácticos, aunque se esperaría que el uso de ΔL^* , Δa^* y Δb^* proporcionaría determinaciones más exactas de τ .

45 Se ha encontrado que un valor para ΔE de 2 es lo suficientemente grande para dar resultados satisfactoriamente reproducibles en la determinación de τ .

50 Se ha advertido que valores de τ mayores que 0,25 dan como resultado una penetración mejorada de una mezcla de composiciones de revestimiento en polvo en comparación con la penetración de los polvos respectivos en huecos, se prefiere un valor de τ mayor que 0,5 y se prefiere especialmente un valor de τ mayor que 0,6. De manera más general, el valor de τ puede ser $\geq 0,3$, $\geq 0,4$, $\geq 0,5$, $\geq 0,6$, $\geq 0,7$ o $\geq 0,8$.

55 La solicitud de patente internacional WO 00/01775 describe una composición de revestimiento en polvo que incorpora, por mezcla en seco, un aditivo de sílice revestida con cera en forma finamente dividida. No hay, sin embargo, descripción o sugerencia en el texto de la '01775 de una composición de revestimiento en polvo caracterizada por un factor de interacción triboeléctrica τ de $\geq 0,25$, como se define en la presente memoria, entre la composición que incorpora cera por mezcla en seco y la misma composición sin la cera.

En el caso de composiciones de revestimiento en polvo blancas o composiciones de revestimiento en polvo coloreadas que no muestran mucha diferencia en ΔE , el rendimiento triboeléctrico puede ser cuantificado adicionalmente incorporando una pequeña cantidad de dos compuestos de metales pesados en las composiciones de revestimiento en polvo respectivas y midiendo las cantidades relativas de los compuestos de metales pesados en las composiciones de revestimiento en polvo después de la mezcla y separación sobre placas cargadas de manera opuesta. La medida sería por medio de espectroscopía de fluorescencia de rayos X o análisis de masas por rayos X usando un microscopio electrónico de barrido.

Para una mezcla de una composición de revestimiento en polvo básica blanca y la composición de revestimiento en polvo blanca tratada con una cera, se añade un colorante a la parte revestida con cera, por ejemplo, antes de que se mezclen las dos partes, como medio para hacer posible determinar τ para la composición revestida en polvo de la parte básica mezclada y de la parte tratada con cera. Se elige un colorante rojo, se añade a un cuerpo de la composición de revestimiento en polvo básica y las composiciones de revestimiento en polvo básica sin colorante y básica con colorante se comparan de acuerdo con el sistema CIE $L^* a^* b^*$ 1976 para determinar ΔE (puras). Dado que el rojo tiene las coordenadas de $L^* = 50$, $a^* = 100$, $b^* = 0$ en el sistema CIE $L^* a^* b^*$, 1976, ΔE (puras) = Δa^* (puras) a condición de que Δb y ΔL sean cero. Después se trata una cantidad de la composición de revestimiento en polvo básica con colorante con una cantidad específica de una cera seleccionada, las composiciones de revestimiento en polvo básica con colorante con cera y básica se mezclan entre sí, se provoca que se carguen tribostáticamente, se separan sobre placas positiva y negativa y se mide Δa^* (mezcla) para dar τ (mezcla) = Δa^* (mezcla)/ Δa^* (puras).

El colorante rojo puede ser sustituido por un colorante verde, en cuyo caso, para el procedimiento anterior, $\tau = \Delta a^*$ (mezcla)/ Δa^* (puras), dado que el verde tiene las coordenadas $L^* = 50$, $a^* = -100$, $b^* = 0$ y de nuevo $\Delta E = \Delta a^*$ a condición de que Δb y ΔL sean cero.

También se pueden usar colorantes con composiciones de revestimiento en polvo coloreadas a fin de determinar τ para mezclas de parte básica y parte tratada con cera de esas composiciones de revestimiento en polvo.

La proporción del colorante necesitada, esto es, la proporción necesitada para conseguir $\Delta E \geq 2$, será en general $\leq 0,4\%$ en peso, aunque habitualmente bastará una proporción más baja, por ejemplo, del orden de 0,1%.

Habiendo establecido una serie triboeléctrica como se describió anteriormente, se hace después una determinación correspondiente de la posición en la serie de la composición de revestimiento en polvo a ser usada realmente para una aplicación dada (que puede ser un polvo blanco o coloreado), en lo sucesivo el "polvo para el usuario final".

En la práctica de la presente invención, se selecciona una cera en base a la información proporcionada por la serie triboeléctrica para proporcionar composiciones de revestimiento en polvo básicas de usuario final y tratadas con cera de usuario final que se separan en la serie triboeléctrica (en la dirección positiva o bien negativa) y, preferiblemente, las composiciones de revestimiento en polvo básicas de usuario final y las tratadas con cera de usuario final se separan ampliamente en la serie triboeléctrica.

Preferiblemente, la separación entre las composiciones de revestimiento en polvo básicas de usuario final y tratadas con cera de usuario final evaluadas por el método anterior usando el sistema CIE $L^* a^* b^*$ 1976 da un τ de más que 0,5 y, preferiblemente, más que 0,6.

La posición de cualquier composición de revestimiento en polvo dada en la serie triboeléctrica puede ser influida en principio por varias variables, que incluyen:

- (a) la naturaleza y cantidad de cualquier agente colorante (pigmento o tinte);
- (b) la naturaleza y cantidad de cualquier carga/extensor;
- (c) la naturaleza y cantidad de cualquier aditivo post-mezclado;
- (d) el uso de un aditivo tribo-mejorador conocido de la aplicación tribostática convencional para mejorar el rendimiento tribostático, tal como, por ejemplo, un aminoalcohol o una amina terciaria u otro aditivo de pre-extrusión adecuado.

El efecto de alterar cualquiera de las variables anteriores puede ser determinado por experimentación de rutina.

Los siguientes Ejemplos ilustran los principios y práctica de la presente invención. Las formulaciones usadas para preparar las composiciones usadas en los Ejemplos se exponen en el Apéndice para ello.

Ejemplo 1: Revestimiento híbrido blanco de poliéster/epoxi en una línea de producción de cavidades de horno microondas (MWOOC)

Se fabricaron dos polvos, Polvo S1A y Polvo S1B. Los ingredientes para la extrusión (el mismo sistema estándar en cada caso, descrito como Composición S1 en el Apéndice) se pesaron, se mezclaron en seco en un mezclador y se extruyeron en un extrusor de revestimiento en polvo de doble husillo.

ES 2 579 158 T3

El extrudado para formar el Polvo S1A fue molido para formar astillas, que se micronizaron después en un molino de impacto (Hosakawa ACM40) con la adición de:

Óxido de aluminio 0,06%

El extrudado para formar Polvo S1B se molió para formar astillas. Estas se mezclaron en una operación de volteo de 30 minutos con:

Mezcla de hidróxido de aluminio:óxido de aluminio (55:45 en peso)* 0,5%

Cera de polietileno modificada con PTFE TF1725 (Lubrizol) 0,07%

* esta mezcla se prefabricó en una operación de mezcla con cizallamiento por la que los dos componentes se cargan por separado al recipiente de mezcla y se mezclan usando mezclas de 3 x 1 minuto a intervalos de 1 minuto.

5 La mezcla resultante se micronizó después en un molino de impacto (Hosakawa ACM40) para formar el Polvo S1B.

La distribución de tamaños de partícula de cada polvo después de la operación de micronización fue:

| | |
|------------------|-----------------|
| $d_{(v)99}$ | 130 micrómetros |
| $d_{(v)50}$ | 45 micrómetros |
| %<10 micrómetros | 7% |
| %<5 micrómetros | 2,5% |

10 Los polvos S1A y S1B acabados se ensayaron después en una línea de revestimiento para revestir cavidades de hornos microondas. La línea usa 6 pistolas de pulverización robóticas para los interiores de las cavidades, y 6 pistolas reciprocantes para la parte frontal (todas del tipo Gema PGC2). Las cavidades del microondas se colgaron en columnas de 3 (denominadas en la presente memoria cavidad Superior, Central e Inferior).

15 En primer lugar, la formulación en polvo estándar molida con óxido de aluminio (Polvo S1A) se cargó en el sistema, y las pistolas se configuraron para que, al revestir las cavidades, no fuera visible el metal desnudo en ninguna área interna. Esto dictó una configuración en el control de aire de atomización de 200 kPa (2 bares) de presión. Se hicieron medidas del grosor de película aplicada en siete ubicaciones definidas en cada cavidad, como se muestra en la vista lateral más adelante (Figura 1).

Después el Polvo S1A se retiró del sistema completamente.

20 El polvo molido con cera (Polvo S1B según la invención) se cargó después en el sistema, y las pistolas se configuraron de nuevo para conseguir una cobertura tal que no se reveló metal desnudo. Esto requirió un ajuste más bajo en el control del aire de atomización, presión de 140 kPa (1,4 bar), en comparación con el Polvo S1A. Se hicieron medidas del grosor de película sobre la cavidad en las mismas siete ubicaciones definidas en cada cavidad.

Los resultados se cotejaron en términos de grosor de película medio a través de las siete medidas, y la desviación estándar para esas medidas. Estos resultados se muestran en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1. Grosor de película medio/desviación estándar (micrómetros) por cavidad de microondas (MWOC).

| POLVO, MEDIA/ MWOC | POSICIÓN JIG | | | | | | |
|-------------------------------|----------------------|-----------------|-------------------|-----------------|----------------------|-----------------|----------------------|
| | Superior (µm) | | Medio (µm) | | Inferior (µm) | | Aire de polvo |
| | Media | Desv Est | Media | Desv Est | Media | Desv Est | |
| S1A | 125,0 | 28,6 | 101,6 | 27,4 | 97,1 | 32,3 | 200 kPa (2,0 bar) |
| S1B | 67,7 | 15,2 | 79,2 | 26,4 | 63,4 | 20,7 | 140 kPa (1,4 bar) |

Se encontró que el requerimiento total de polvo para conseguir una cobertura aceptable usando el Polvo S1B según la invención fue 35% menor que para el Polvo S1A de comparación.

Ejemplo 2: Efecto de diferentes ceras sobre una serie triboeléctrica

5 De manera análoga al procedimiento descrito en el Ejemplo 1, se hizo una serie de polvos a partir de las formulaciones T1 a T9 como se expone en el Apéndice, y también se tomó una cantidad de Polvo S1A. A fin de establecer una serie de referencia triboeléctrica, los diez polvos resultantes se ensayaron en pares, con lo que cada polvo fue ensayado contra cada otro polvo.

10 Para cada ensayo, se pesaron 10 g de cada uno de los dos polvos y se pusieron en una jarra de vidrio. Se puso una tapa sobre la jarra, y se agitó profusamente durante dos minutos para mezclar los polvos. Después de un tiempo de relajación de 30 segundos, se retiró la tapa y la mezcla resultante se pulverizó en dos paneles cargados. Los paneles se suspendieron de un soporte con abrazaderas conectado a tierra mediante clips aislados. Se aplicó un voltaje a cada panel por medio de un generador de alto voltaje Brandenburg, +20 kV a uno, -20 kV al otro, con la corriente ajustada al valor mínimo que sostendría ese voltaje. La jarra de vidrio fue mantenida con su extremo abierto dirigido hacia los paneles, y se pulverizó aire comprimido suavemente en la jarra, de tal modo que el polvo fue eyectado desde la jarra y hacia los paneles en una corriente controlada.

15 Para cada mezcla de polvo aplicada los paneles positivo y negativo se examinaron para determinar (a) si había ocurrido cualquier separación de los componentes de la mezcla tras la aplicación, y (b) en los casos donde había ocurrido segregación, qué polvo se había depositado predominantemente sobre el panel positivo, y qué polvo se había depositado predominantemente sobre el panel negativo. A partir de estos pares observados, fue posible concluir que en cada caso hubo una diferencia en la composición sobre cada panel, y que el polvo que se depositó más sobre el panel positivo estaba más abajo en la serie triboeléctrica (más negativo), mientras que el polvo que se depositó más sobre el panel negativo estaba más arriba en la serie triboeléctrica (más positivo). Mediante una serie de tales observaciones, fue posible construir la serie de referencia triboeléctrica mostrada en la Tabla 2 a continuación.

25 Tabla 2: Posición de polvos no modificados en una serie triboeléctrica relativa

| Código de polvo | Detalle |
|-----------------|------------------------|
| T1 | Híbrido negro |
| T2 | Híbrido rojo |
| T3 | Poliéster/primid verde |
| T4 | Híbrido azul. |
| T5 | Híbrido negro |
| T6 | Híbrido verde |
| T7 | Híbrido blanco 2 |
| S1A | Híbrido blanco |
| T8 | Híbrido marrón |
| T9 | Híbrido amarillo |

Se puede ver que el Polvo S1A, que es la Composición S1 con óxido de aluminio como único aditivo post-mezclado, está cerca de la parte inferior de esta serie.

30 Después la Composición S1 fue modificada según la invención, por incorporación de aditivos de cera post-mezclados para producir seis polvos adicionales según la Tabla 3 a continuación. En cada caso, el aditivo de cera especificado se usó conjuntamente con una mezcla 55%:45% en peso de hidróxido de aluminio y óxido de aluminio.

Tabla 3: Aditivos post-extrusión micronizados en la Composición S1

| Código de polvo | Aditivo inorgánico | Cera |
|-----------------|---|---|
| S1B | 0,5% de una mezcla 55:45 de hidróxido de aluminio : óxido de aluminio | 0,07% de cera de PE modificada con PTFE TF1725 (Lubrizol) |
| S1C | | 0,07% de cera de PE modificada con PTFE TF1780 (Lubrizol) |
| S1D | | 0,07% de cera de polietileno pura PE1500F (Lubrizol) |
| S1E | | 0,07% de cera de PTFE pura TF1790 (Lubrizol) |
| S1F | | 0,07% de cera de poliamida A1601 (Lubrizol) |
| S1G | | 0,07% de cera de poliamida HM1666 (Lubrizol) |

5 De manera análoga al procedimiento descrito anteriormente, se construyó una nueva serie triboeléctrica usando estos polvos modificados. Se ve que la posición de la Composición S1 en la serie varió notablemente según la naturaleza del aditivo de cera incorporado durante la molienda, como se muestra en la Tabla 4 a continuación.

Tabla 4: Serie triboeléctrica que incorpora la Composición S1 modificada (Polvos S1B-S1G)

| Código de polvo | Detalle |
|-------------------------|--|
| (S1B)/(S1C) | (S1/TF1725) (S1[TF1780) |
| T1 | Híbrido negro |
| T2 | Híbrido rojo |
| T3 | Poliéster/primid verde |
| T4 | Híbrido azul. |
| T5 | Híbrido negro |
| S1D/S1E | (S1[TF1790) (S1/PE1500F) |
| T6 | Híbrido verde |
| (T7)/(S1F)/ (S1A)/(S1G) | (Híbrido blanco 2) (S1/A1601) (S1/Al ₂ O ₃) (S1/HM1666) |
| T8 | Híbrido marrón |
| T9 | Híbrido amarillo |

10 No fue posible mediante esta técnica diferenciar entre polvos blancos si estaban adyacentes unos a otros en la serie, por tanto en la Tabla estos aparecen agrupados entre sí. La incorporación de ceras ha movido la posición de los polvos híbridos blancos S1 en la serie triboeléctrica frente a los polvos coloreados, pero se requiere una técnica diferente, como se ilustra en el Ejemplo 3 a continuación, para distinguir entre los polvos blancos individuales.

Ejemplo 3: Distinción entre polvos blancos

En la serie de polvos del Ejemplo 2, hubo dos formulaciones híbridas blancas no modificadas, T7 y S1A. Se volvió a hacer el híbrido blanco 2 (T7) de un modo idéntico, excepto que se incorporó 0,3% de un colorante rojo comercial (Savinyl Red, ex. Clariant) antes de la extrusión. Este nuevo polvo fue etiquetado como T10.

- 5 En la serie triboeléctrica establecida como se describe en el Ejemplo 2, T7 se puso entre T6 (híbrido verde) y T8 (híbrido marrón).

Siguiendo el mismo procedimiento que el Ejemplo 2, se llevó a cabo un ensayo tribostático entre T6/T10, y T8/T10.

- 10 Se encontró que la inclusión del nivel bajo de colorante rojo no tuvo efecto sobre la posición triboeléctrica. T10 se situó debajo de T6 y encima de T8, exactamente en la misma posición que la formulación T7 original, como se ilustra en la Figura 2 más adelante.

Después se hizo una versión verde de la Composición S1 (híbrido blanco 1) incorporando 0,4% de un colorante disponible en el mercado (Savinyl Green, ex. Clariant) en la mezcla de pre-extrusión. Esta se etiquetó como Composición S2, y la formulación se describe en el Apéndice.

- 15 El color de T10 se comparó espectrofotométricamente con su contrapartida blanca, T7. Esto implicó el establecimiento de las coordenadas CIE L*a*b* 1976 después de la medida en un sistema de gestión de colores Datacolor.

Los parámetros usados para todas las medidas en este Ejemplo fueron: Iluminante D65; Observador 10°, Geometría d/8°. Estos términos serán entendidos por todos los involucrados en la medida del color, por ejemplo en las industrias textiles y de revestimientos.

- 20 Un procedimiento desarrollado de acuerdo con la invención para la determinación de τ es como se expone a continuación. El procedimiento es aplicable generalmente en la práctica de la invención, y no está restringido a las mezclas específicas descritas en la presente memoria.

- Preparar una formulación básica como una forma de astilla (muestra A)
- Preparar una formulación básica que incluye una pequeña cantidad de colorante, pero es idéntica por lo demás a la formulación A de muestra (muestra B)
- Micronizar las muestras A y B independientemente para producir muestras A' y B' de revestimiento en polvo.
- Preparar una mezcla 50:50 de A' y B' y fluidizar/pulverizar en placas cargadas para asegurar que no hay separación debido a la inclusión del colorante (es decir, colores iguales en ambas placas positiva y negativa, o en términos de τ , $\tau_{A'-B'} = 0$).
- 30 • Mezclar una cera modificada con PTFE en la astilla A a 0,2% y micronizar para preparar un polvo C' (el 0,2% porque este polvo se mezclará posteriormente 50:50 con otro polvo, dando 0,1% de cera en el polvo acabado).
- Mezclar el polvo C' (tratado con cera, no teñido) con B' (tratado con cera, no teñido) en 50:50 de relación de peso.
- 35 • Llevar a cabo un ensayo de fluidización/pulverización usando la mezcla C'-B' y determinar si hay alguna deposición preferente sobre las placas cargadas. Cualquier diferencia de color relacionada con los colores puros de B' (teñido) y C' (no teñido) permitirá el cálculo de τ , de acuerdo con la relación dada anteriormente en la presente memoria.

La etapa de fluidización/pulverización del procedimiento anterior es como sigue:

- 40 Cada mezcla se carga en un lecho fluidizado (ITW Gema Volstatic, presión de aire de fluidización 100 kPa (1 bar)) y se deja fluidizar durante 30 minutos. Después el polvo se aplica por pulverización usando una pistola de aplicación de corona ITW Gema Volstatic con el voltaje de la pistola a cero (ajustes de la pistola: presión de aire de fluidización 100 kPa (1,0 bar), aire transportador 60 kPa (0,6 bar), aire suplementario 3,5 m³ hora⁻¹, aguja de corona de punto simple a cero voltios, boquilla deflectora). La nube de polvo pulverizado es dirigida hacia dos paneles, uno
- 45 mantenido a -20 kV y otro mantenido a +20 kV. El voltaje de los paneles fue suministrado por medio de dos unidades de suministro de energía de alto voltaje Brandenburg Alpha III con la corriente ajustada al valor mínimo que sostendría el voltaje. Después de la aplicación de la nube de polvo a los paneles durante 10 segundos, se detuvo la pulverización, se retiró el voltaje de los paneles, y los paneles revestidos se hornearon (10 minutos a 180°C) a fin de fijar el polvo aplicado a los paneles para inspección y análisis posterior.

Se determinó después el factor de interacción triboeléctrica τ definido anteriormente para las mezclas, descritas anteriormente, midiendo la diferencia de color entre los polvos depositados desde cada mezcla sobre dos paneles cargados de manera opuesta. Dado que los cambios en consideración fueron en rojez o verdor solamente, $\Delta a = \Delta E$ y por consiguiente sólo se usó Δa .

- 5 Dado que los polvos eran para ser ensayados en pares para determinar el grado de separación entre paneles positivo y negativo, se midió primero la diferencia entre los colores puros para establecer un máximo como línea de base. Estos valores se muestran en la Tabla 5, y representan un τ de 1,0.

Tabla 5: Diferencia de color entre rojo o verde puros y blanco.

| Polvo 1 | Polvo 2 | Diferencia de color Δa |
|---|---------------|--------------------------------|
| S1A (híbrido blanco, Al ₂ O ₃) | S2 (verde S1) | 25,1 |
| T7 (híbrido blanco 2, SiO ₂) | T10 (rojo T7) | 27,7 |

- 10 Este concepto se representa gráficamente en la Figura 3.

Por referencia a estas diferencias de color, fue posible entonces para todos los ensayos futuros mostrar un valor de τ para la mezcla de polvos midiendo el Δa y expresándolo como una relación del Δa máximo de la Tabla 5. Si dos polvos estaban separados completamente en la serie triboeléctrica, habría color puro en cada panel, con lo que Δa (max) = Δa (medido). Como $\tau = \Delta a$ (medido)/ Δa (max), esto significa que $\tau = 1,0$. Si no había separación, los polvos se aplicarían igualmente a los paneles tanto positivo como negativo. El Δa sería 0, y Δa (max)/ Δa (medido) = 0, por lo tanto $\tau=0$.

- 15

Se ensayaron varios pares de polvos, y los resultados en términos de τ de la comparación de los paneles positivo y negativo se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6: Valores de τ para mezclas de polvos blancos

- 20 Todos los resultados usan el panel negativo como estándar

| Polvo 1 | Polvo 2 | Δa | τ |
|--|-------------------------------|------------|--------|
| S1 + cera de amida Ceridust 3910 post-mezclada | T10 | 21,9 | 0,79 |
| S1A | S2 + cera de PTFE TF1780 | 15,9 | 0,63 |
| T7 | S2 + cera de amida A1601 | 16,5 | 0,66 |
| T10 | S1B (S1+ cera de PTFE TF1725) | 17,9 | 0,65 |

En base a la observación visual de los revestimientos depositados desde las mezclas de polvos sobre los paneles positivo y negativo como se explicó anteriormente en la presente memoria, fue posible establecer una serie triboeléctrica para los diversos híbridos blancos mostrados en la Tabla 7.

- 25 Tabla 7: Serie triboeléctrica de híbridos blancos

| | |
|-----|--------------------------|
| S1B | S1 + cera de PTFE TF1725 |
| S1C | S1 + cera de PTFE TF1780 |
| S1D | S1 + cera de PE PE1500F |
| S1F | S1 + cera de amida A1601 |

| | |
|-----|-----------------------------|
| T7 | Híbrido blanco 2 (sin cera) |
| S1A | S1 sin cera |
| S1G | S1 + cera de amida HM1666 |

5 Se demostró por tanto que no sólo los polvos coloreados pueden ser clasificados en la serie triboeléctrica, sino también los polvos blancos. Además, la fuerza del efecto de cualquier cera particular sobre las propiedades triboeléctricas de un polvo blanco puede ser expresada en términos de un valor τ para el mismo polvo base con y sin la adición de cera.

Ejemplo 4: Efecto de la cera conjuntamente con aditivo inorgánico post-mezclado

10 Se fabricaron composiciones de revestimiento en polvo V1-V3 (mostradas en el Apéndice) pesando, mezclando en seco y extruyendo en un extrusor de doble husillo con una temperatura de cañón de 110°C. El extrudado resultante se enfrió y se molió para producir astillas pequeñas, y se mezcló con los diversos aditivos post-mezclados mostrados en el Apéndice y resumidos a continuación:

| Composición | Aditivo post-mezclado |
|-------------|--|
| V1 | Sílice pirogénica |
| V2 | Mezcla de hidróxido de aluminio/óxido de aluminio |
| V3 | Cera + mezcla de hidróxido de aluminio/óxido de aluminio |

Las mezclas astilla/aditivo se micronizaron usando un molino de impacto Alpine 100 UPZ y se hicieron pasar a través de un tamiz de malla 150 micrómetros para dar la siguiente distribución de tamaños de partícula:

| | |
|------------------|-----------------|
| $d_{(v)99}$ | 130 micrómetros |
| $d_{(v)50}$ | 55 micrómetros |
| %<10 micrómetros | 7% |
| %<5 micrómetros | 2,5% |

15 Cada polvo fue ensayado usando un juego de condiciones estándar, revistiendo por pulverización piezas de ensayo mostradas en la Figura 4 usando una pistola de aplicación de corona ITW Gema Volstatic, usando el procedimiento bosquejado a continuación para asegurar una aplicación consistente para cada revestimiento en polvo.

La Figura 4 muestra una vista en perspectiva de una pieza de ensayo con forma de esquina como la usada en el Ejemplo 4. Cada pieza de ensayo se forma a partir de tres secciones planas en ángulos rectos unas a otras.

20 En cada ensayo, se suspendió una pieza con forma de esquina como la mostrada en la Figura 4 en una cabina de aplicación desde el agujero mostrado en la parte superior de la pieza. Se dejó reposar la pieza con forma de esquina en su centro de gravedad natural, como se muestra en la Figura 5 más adelante, que muestra la disposición de ensayo en forma de diagrama.

25 La pistola de aplicación de revestimiento en polvo fue sujeta en su posición de tal modo que la pistola estaba apuntando directamente a la esquina de la pieza de ensayo, con una distancia de la punta de la pistola a la esquina de 30 cm. Se revistió el panel (ajustes de la pistola: aire de fluidización 100 kPa (1,0 bar), aire de transporte 60 kPa (0,6 bar), aire suplementario 3,5 m³ hora⁻¹, boquilla deflectora con aguja de corona cónica simple a 50 kV). El peso del panel revestido se registró, y se comparó con el peso del panel no revestido. Se llevó a cabo un abanico de pruebas de aplicación para cada composición de revestimiento en polvo hasta que se hubo conseguido un peso aplicado de 4,0 gramos de revestimiento en polvo. Después la pieza de ensayo revestida resultante se horneó para dar una película curada (condiciones de tratamiento en estufa: 10 minutos a 180°C), y se reservó para inspección posterior.

30 Para cada pieza de ensayo revestida, se evaluó visualmente el grado de penetración de la composición en la región de la esquina.

ES 2 579 158 T3

A fin de eliminar la naturaleza subjetiva de una evaluación visual individual de la penetración, seis personas evaluaron individualmente las piezas de ensayo revestidas y clasificaron la penetración de mejor a peor conduciendo a evaluaciones globales como sigue:

| | | |
|----------------------|----|----|
| Mejor ←→ Peor | | |
| V3 | V2 | V1 |

- 5 Hubo diferencias muy significativas en el rendimiento de las tres composiciones. Así, la muestra peor, composición V1, estaba sin revestir a una distancia media de 1 cm en cada lado de la esquina. La mejor, V3 (que incorpora tanto una cera como una mezcla de hidróxido de aluminio/óxido de aluminio como aditivos post-mezclados) estaba revestida totalmente sobre la superficie entera.

Ejemplo 5: Efecto de la distribución de tamaños de partícula

- 10 La Composición S1 se fabricó mezclando en seco los ingredientes en un mezclador de cizallamiento, extruyendo en un extrusor de doble husillo a 110C, y enfriando y moliendo el extrudado resultante para formar astillas.

La astilla resultante se dividió en tres partes para micronizar. A cada una se añadió

| | |
|--|-------|
| Mezcla de hidróxido de aluminio:óxido de aluminio (55:45)* | 0,5% |
| Cera de polietileno modificada con PTFE TF1725 (Lubrizol) | 0,07% |

- 15 Cada astilla fue micronizada en un molino de impacto Alpine 100 UPZ, usando diferentes ajustes para producir tres polvos de diferente distribución de tamaños de partícula - Polvos S1H, S1I y S1J. Las distribuciones de tamaños de partícula fueron como se detalla en la Tabla 8 a continuación.

Tabla 8:

| Polvo | d_{(v)99} micrómetros | D_{(v)50} micrómetros | %<10u | %<5u |
|--------------|--------------------------------------|--------------------------------------|-----------------|----------------|
| S1H | 105,6 | 33,1 | 10,2 | 3,6 |
| S1I | 68,9 | 26,6 | 12,7 | 4,3 |
| S1J | 57,8 | 20,8 | 16,7 | 6,1 |

- 20 Todos los polvos fueron ensayados de la misma manera. Se puso el polvo en un lecho fluidizado a una presión de aire de 100 kPa (1,0 bar), y se pulverizó en una cavidad de microondas desde una pistola (Gema PGC2) perpendicular a la abertura de la pistola, a una distancia de 10 cm desde la cara frontal.

Los ajustes de la pistola fueron:

| | |
|---------------------|--------------------|
| Aire de transporte: | 100 kPa (1 bar) |
| Aire suplementario | 3m ³ /h |
| Aire de aclarado: | 2m ³ /h |

Estos ajustes dieron una potencia de salida de 150-170 g/min.

- 25 Los resultados se calcularon de dos maneras. Los grosores de película se midieron en las ubicaciones mostradas en el Ejemplo 1, y se calculó una desviación estándar de las medidas para cada polvo. También, se calculó una relación de grosor de polvo en el plato giratorio de microondas al grosor en la esquina trasera. La ideal sería una relación 50:50. Los resultados para los tres polvos se dan en la Tabla 9.

Tabla 9: Uniformidad de polvo frente a tamaño de partícula

| Polvo | Desviación estándar (um) | Relación plato giratorio:esquina |
|-------|--------------------------|----------------------------------|
| S1H | 31,2 | 66,0:34,0 |
| S1I | 32,1 | 67,6:32,4 |
| S1J | 35,1 | 68,2:31,8 |

hay un pequeño pero significativo efecto del tamaño de partícula, mostrando el polvo más basto (S1 H) el mejor rendimiento.

- 5 Ejemplo 6: Poner dos ceras opuestas en el mismo polvo
 Se tomaron muestras de los Polvos S1B y S1 G del Ejemplo 2
 (Composición S1 con los siguientes aditivos post-mezclados)

Polvo S1B

Mezcla de hidróxido de aluminio:óxido de aluminio (55:45)* 0,5%

Cera de polietileno modificada con PTFE TF1725 (Lubrizol) 0,07%

Polvo S1G

Mezcla de hidróxido de aluminio:óxido de aluminio (55:45)* 0,5%

Cera de poliamida HM1666 (Lubrizol) 0,07%

*preparada como se describe en el Ejemplo 1.

- 10 Como resultado de las diferentes ceras usadas, los polvos S1B y S1 G estaban en extremos opuestos de la serie triboeléctrica establecida en el Ejemplo 2. Los dos polvos, que incorporan cada uno una cera diferente, se mezclaron entre sí en una relación 50:50 para producir el Polvo S1 K.

Después se preparó un polvo S1 L, que tenía la misma composición que S1 K, incorporando ambas ceras (y la mezcla de hidróxido de aluminio/óxido de aluminio) con la astilla molida de la composición S1 y moliendo después la mezcla resultante hasta la misma distribución de tamaños de partícula que el Polvo S1 K.

- 15 En un procedimiento de ensayo estándar para revestir cavidades de hornos microondas como se bosquejó en el Ejemplo 5, se encontró que el Polvo S1 K dio un revestimiento significativamente más uniforme que el Polvo S1 L, como demuestra una desviación estándar más baja entre los diversas ubicaciones de medida y una relación plato giratorio:esquina reducida de 3:1 a 2:1.

- 20 Estos resultados indican que, si se usan dos ceras diferentes, el rendimiento del polvo será mejor si las ceras se muelen cada una por separado con una cantidad de la composición, seguido de la mezcla de los polvos resultantes, que si ambas ceras se incorporan juntas antes de moler.

En general, para las composiciones que contienen cera de la invención descritas en los Ejemplos anteriores, el factor de interacción triboeléctrica τ será al menos 0,5.

Apéndice

Composición S1 (Híbrido blanco) (Usada en los Polvos S1 A-L)

| Material | Cantidad |
|--------------------------------|----------|
| Pigmento óxido de hierro negro | 1 g |

ES 2 579 158 T3

| | |
|---|-------|
| Sílice revestida de cera | 5 g |
| Sulfato de bario | 55 g |
| 10% de catalizador en resina de poliéster ácido-funcional | 19 g |
| Benzoína | 3 g |
| Cera modificada con amina | 5 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 348 g |
| 10% de auxiliar de fluidez acrílico en resina epoxi | 79 g |
| Resina epoxi-funcional, peso equivalente 770 | 152 g |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 52 | 330 g |
| Resina de polivinilbutiral | 2 g |

Composición S2 (Híbrido blanco con colorante verde)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Pigmento óxido de hierro negro | |
| Sílice revestida de cera | 5 g |
| Sulfato de bario | 55 g |
| 10% de catalizador en resina de poliéster ácido-funcional | 19 g |
| Benzoína | 3 g |
| Cera modificada con amina | 5 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 348 g |
| 10% de auxiliar de fluidez acrílico en resina epoxi | 79 g |
| Resina epoxi-funcional, peso equivalente 770 | 152 g |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 52 | 330 g |
| Resina de polivinilbutiral | 2 g |
| Colorante Savinyl Green 2GLS (Clariant) | 4 g |

ES 2 579 158 T3

Composición T1 (Híbrido negro)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 34 | 322 g |
| Negro de humo | 15 g |
| Catalizador additol | 2 g |
| Cera polietileno | 4 g |
| Benzoína | 2 g |
| Agente de curado de amidina ácida | 9 g |
| Extensor de baritas | 376 g |
| Agente de fluidez | 107 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 700 | 161 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

Composición T2 (Híbrido rojo)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 40 | 259 g |
| Agente de curado de amidina ácida | 12 g |
| Catalizador additol | 1 g |
| Cera polietileno | 4 g |
| Antioxidante | 2 g |
| Pigmento óxido de hierro rojo | 3 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 22 g |
| Pigmento amarillo de isoidalina | 12 g |
| Pigmento rojo de Napthal mono-azo | 37 g |
| Extensor de baritas | 370 g |
| Agente de fluidez | 7 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 700 | 270 g |

ES 2 579 158 T3

| | |
|---------------|-----|
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

Composición T3 (Poliéster Primid Verde)

| Material | Cantidad (g) |
|---|--------------|
| Componente A | |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 40 | 312 |
| Pigmento marrón de ferrita de cinc | 8 |
| Negro de humo | 1 |
| Pigmento verde de ftalocianina | 9 |
| Dióxido de titanio de rutilo | 2 |
| Agente de fluidez | 7 |
| Benzoína | 3 |
| Cera polietileno | 1 |
| Antioxidante | 1 |
| Reticulador de Primid | 23 |
| Hidróxido de aluminio | 25 |
| Extensor de baritas | 75 |
| Componente B | |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 80 | 37 |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 25 | 350 |
| Pigmento marrón de ferrita de cinc | 8 |
| Negro de humo | 1 |
| Pigmento verde de ftalocianina | 9 |
| Dióxido de titanio de rutilo | 2 |
| Agente de fluidez | 7 |
| Benzoína | 3 |
| Cera polietileno | 1 |

ES 2 579 158 T3

| | |
|---|----|
| Antioxidante | 1 |
| Reticulador de Primid | 13 |
| Hidróxido de aluminio | 25 |
| Extensor de baritas | 87 |
| | |
| Componentes extruidos A y B mezclados 50:50, y aditivos post-mezclados incorporados | |
| Aditivo de fluidez en seco | 7 |
| Cera de PE /PTFE | 1 |

Composición T4 (Híbrido azul)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 35 | 441 g |
| Benzoína | 3 g |
| Cera polietileno | 3 g |
| Aceite de ricino hidrogenado | 10 g |
| Catalizador additol | 2 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 38 g |
| Pigmento azul de ftalocianina | 37 g |
| Agente de fluidez | 7 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 700 | 178 g |
| Extensor de baritas | 280 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

ES 2 579 158 T3

Composición T5 (Híbrido negro)

| Material | Cantidad (g) |
|---|--------------|
| Resina de poliéster carboxi-funcional. Valor ácido 34 | 262 |
| Pigmento óxido de hierro rojo | 1 |
| Negro de humo | 15 |
| Pigmento amarillo de óxido de cromo antimonio | 4 |
| Dióxido de titanio de rutilo | 2 |
| Talco de silicato de magnesio | 7 |
| Agente de curado glicidilo-funcional | 12 |
| Catalizador additol | 20 |
| Cera de PTFE | 2 |
| Antioxidante | 1 |
| Extensor de baritas | 275 |
| Resina epoxi, peso equivalente 760 | 62 |
| Post-mezclado | |
| Mezcla hidróxido de aluminio/óxido de aluminio 55:45 | 3 |
| Cera de PE /PTFE | 1 |

Composición T6 (Híbrido verde)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 40 | 245 g |
| Pigmento verde de ftalocianina | 20 g |
| Pigmento amarillo de isoindolinona | 19 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 21 g |
| Cera polietileno | 2 g |
| Antioxidante | 1 g |
| Benzoína | 3 g |
| Catalizador additol | 2 g |

ES 2 579 158 T3

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Extensor de baritas | 325 g |
| Agente de fluidez | 11 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 700 | 169 g |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 34 | 181 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

Composición T7 (Híbrido blanco)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 34 | 242 g |
| Pigmento azul de ultramar | 1 g |
| Catalizador additol | 2 g |
| Cera carnauba | 3 g |
| Benzoína | 3 g |
| Extensor de baritas | 107 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 321 g |
| Agente de fluidez | 9 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 510 | 151 g |
| Poliéster carboxi funcional, valor ácido 40 | 160 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

Composición T8 (Híbrido marrón)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Resina de poliéster carboxi-funcional, valor ácido 75 | 248 g |
| Negro de humo | 9 g |
| Pigmento óxido de hierro rojo | 10 g |

ES 2 579 158 T3

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Pigmento amarillo de óxido de cromo / antimonio | 23 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 1 g |
| Cera polietileno | 4 g |
| Benzoína | 3 g |
| Extensor de baritas | 372 g |
| Agente de fluidez | 7 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 850 | 322 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

Composición T9 (Híbrido amarillo)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 40 | 461 g |
| Pigmento amarillo de diarilida | 2 g |
| Pigmento amarillo de óxido de cromo / antimonio | 19 g |
| Pigmento amarillo de quinoptalona | 34 g |
| Catalizador additol | 1 g |
| Silicato de aluminio | 9 g |
| Benzoína | 3 g |
| Extensor de baritas | 84 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 184 g |
| Agente de fluidez | 10 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 770 | 192 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

ES 2 579 158 T3

Composición T10 (Híbrido blanco 2 con colorante rojo)

| Material | Cantidad |
|---|----------|
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 34 | 242 g |
| Pigmento azul de ultramar | 1 g |
| Catalizador additol | 2 g |
| Cera carnauba | 3 g |
| Benzoína | 3 g |
| Extensor de baritas | 107 g |
| Dióxido de titanio de rutilo | 321 g |
| Agente de fluidez | 9 g |
| Resina epoxi, peso equivalente de epoxi 510 | 151 g |
| Poliéster carboxi-funcional, valor ácido 40 | 160 g |
| Colorante Savinyl Fire Red GLS (Clariant) | 3 g |
| Post-mezclado | |
| Acematt TS100 | 1 g |

Composiciones V1 - V3 (Sistemas negros de poliéster / Epoxi / PT910 Texture)

| Material | V1 | V2 | V3 |
|---------------------------------------|--------|--------|--------|
| Poliéster carboxi-funcional (AV = 33) | 39,0 g | 39,0 g | 39,0 g |
| Catalizador en resina | 3,0 g | 3,0 g | 3,0 g |
| Cera de PE/PTFE TF1702 (Lubrizol) | 0,3 g | 0,3 g | 0,3 g |
| Antioxidante | 0,15 g | 0,15 g | 0,15 g |
| Aditivo antiestático | 0,3 g | 0,3 g | 0,3 g |
| Resina epoxi | 9,28 g | 9,28 g | 9,28 g |
| Óxido de hierro rojo | 0,22 g | 0,22 g | 0,22 g |
| Negro de humo | 2,19 g | 2,19 g | 2,19 g |
| Pigmento de titanato de níquel | 0,64 g | 0,64 g | 0,64 g |
| Dióxido de titanio | 0,29 g | 0,29 g | 0,29 g |

ES 2 579 158 T3

| Material | V1 | V2 | V3 |
|---|-----------|-----------|-----------|
| Talco | 2,2 g | 2,2 g | 2,2 g |
| Extensor de sulfato de bario | 40,5 g | 40,5 g | 40,5 g |
| Endurecedor de epoxi PT910 (Ciba) | 1,83 g | 1,83 g | 1,83 g |
| | V1 | V2 | V3 |
| Materiales post-mezclados | | | |
| PE/PTFE TF1725 (Lubrizol) | 0,00 g | 0,00 g | 0,07 g |
| Sílice pirogénica | 0,1 g | 0,00 g | 0,00 g |
| Al ₂ O ₃ /Al(OH) ₃ (relación 45:55, pre-mezclados) | 0,00 g | 0,50 g | 0,50 g |

REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento en polvo, que incorpora una cera en forma post-mezclada, caracterizada por que la cera no está depositada sobre un material de soporte, la cantidad de cera está en el intervalo de 0,03 - 2%, siendo todos los porcentajes en peso y estando basados en el peso de la composición sin la cera, teniendo la cera una T_g en el intervalo de 100° a 140°C, y estando la composición caracterizada por un factor de interacción triboeléctrica τ , entre la composición que incorpora la cera y la misma composición sin la cera, de al menos 0,25, siendo el valor de τ dado por la relación $\tau = \Delta E$ (mezcla de composiciones) / ΔE (composiciones puras), donde
- 5 $\Delta E = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$ siendo L^* , a^* y b^* respectivamente las variables de las coordenadas z, x e y bajo el sistema de definición de colores CIE $*a^*b^*$ 1976, siendo determinado ΔE (composiciones puras) por medida espectrofotométrica de color y siendo determinado ΔE (mezcla de composiciones) mezclando las composiciones de dos componentes en proporciones en peso iguales, provocando la carga de la mezcla resultante por interacción tribostática para establecer condiciones cargadas tribostáticamente en equilibrio, dirigiendo la mezcla cargada sobre dos placas cargadas de manera opuesta, dando como resultado una separación de las composiciones sobre las dos placas, y determinando después ΔE , por medida espectrofotométrica de color, entre las composiciones aplicadas a las dos placas, siendo una o ambas de las composiciones de componentes puros iniciales respectivas teñidas donde sea apropiado para proporcionar un ΔE mejorado entre ellas para facilitar la determinación de ΔE (composiciones puras) y ΔE (mezcla de composiciones).
- 10 2. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en donde dicho factor de interacción triboeléctrica τ es $\geq 0,3$.
- 20 3. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en donde dicho factor de interacción triboeléctrica τ es $\geq 0,4$.
4. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en donde dicho factor de interacción triboeléctrica τ es $\geq 0,5$.
- 25 5. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en donde dicho factor de interacción triboeléctrica τ es $\geq 0,6$.
6. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en donde dicho factor de interacción triboeléctrica τ es $\geq 0,7$.
7. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 1, en donde dicho factor de interacción triboeléctrica τ es $\geq 0,8$.
- 30 8. Una composición de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la cera se selecciona del grupo que consiste en cera de polietileno (PE), cera de politetrafluoroetileno (PTFE), cera de PE modificada con PTFE o poliamida, y cera de poliamida.
9. Una composición de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la cantidad de cera post-mezclada está en el intervalo de 0,03 a 2% en peso, en base al peso de la composición sin la cera.
- 35 10. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 9, en donde la cantidad de cera post-mezclada está en el intervalo de 0,03 a 0,8%, o de 0,03 a 0,5%, o de 0,03 a 0,3%, o de 0,03 a 0,2%, o de 0,03 a 0,1%, en peso en base al peso de la composición sin la cera.
- 40 11. Una composición de revestimiento en polvo según la reivindicación 9, en donde la cantidad de cera post-mezclada está en el intervalo de 0,05 a 0,1%, o de 0,07 a 0,1%, en peso en base al peso de la composición sin la cera.
12. Una composición de revestimiento en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, que incorpora, como aditivos post-mezclados adicionales, una combinación de óxido de aluminio e hidróxido de aluminio.
- 45 13. Un procedimiento para formar un revestimiento sobre un sustrato, en el que se aplica una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 al sustrato mediante un procedimiento de revestimiento en polvo que da como resultado partículas de la composición que se adhieren al sustrato, y formar las partículas adherentes en un revestimiento continuo.
14. Un procedimiento según la reivindicación 13, en donde el procedimiento de revestimiento en polvo es un procedimiento de aplicación de corona.
- 50 15. Un procedimiento según la reivindicación 13 o la reivindicación 14, en donde el sustrato es un artículo que tiene partes huecas sujetas al efecto jaula de Faraday.

16. Un procedimiento según la reivindicación 15, en donde el artículo tiene múltiples caras y la relación del grosor de revestimiento mínimo a máximo es al menos 40%.

17. Un procedimiento según la reivindicación 16, en donde dicha relación es al menos 50%.

5 18. Un sustrato revestido, siempre que se obtenga mediante un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 13 a 17.

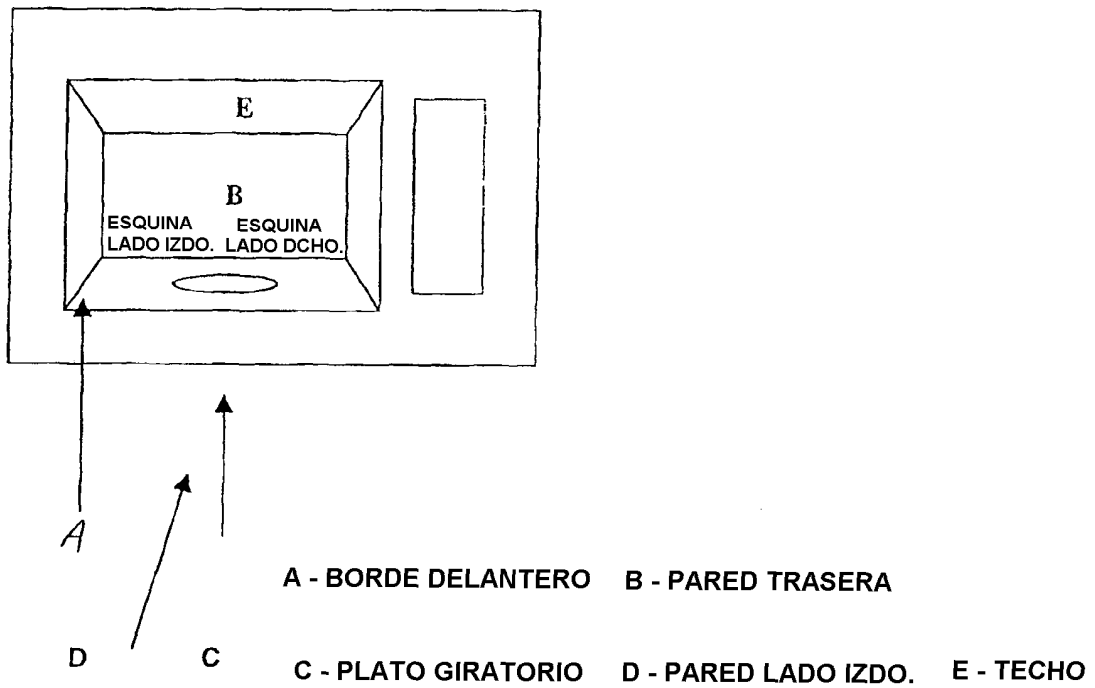


Figura 1. Posiciones de medida en la cavidad del microondas.

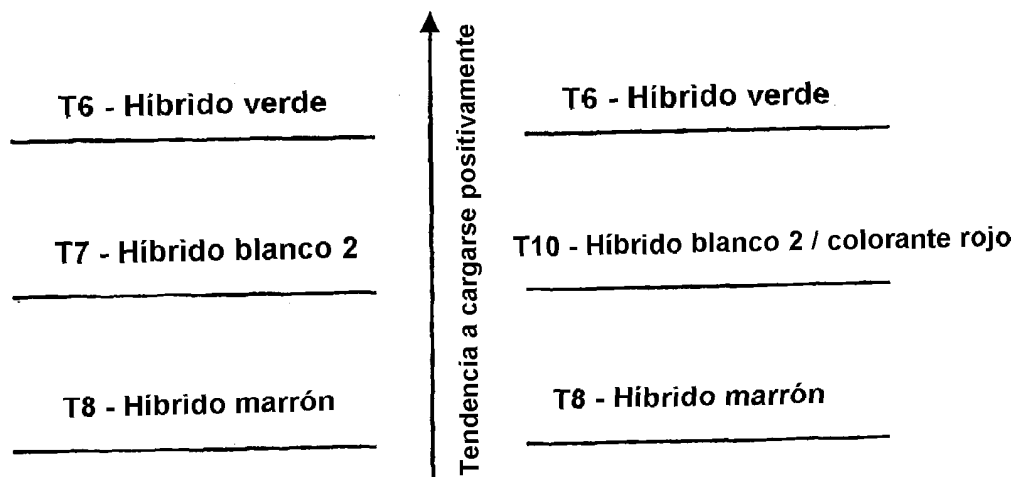


Figura 2. Efecto del colorante sobre la posición triboeléctrica de un híbrido blanco

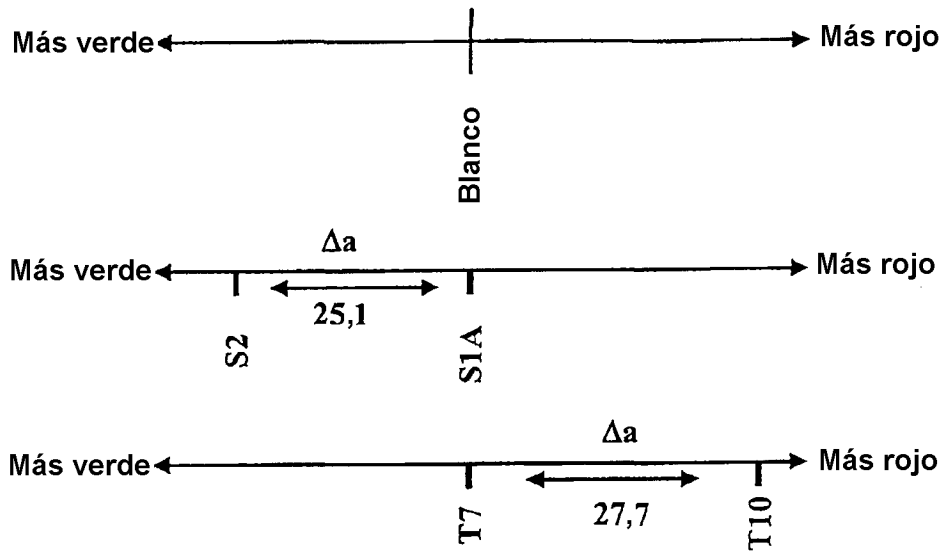


Figura 3: Diferencia en tribocarga entre dos muestras coloreadas

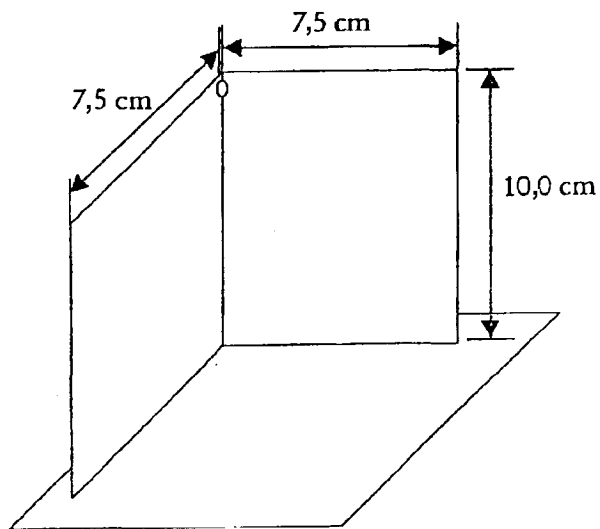


Figura 4:

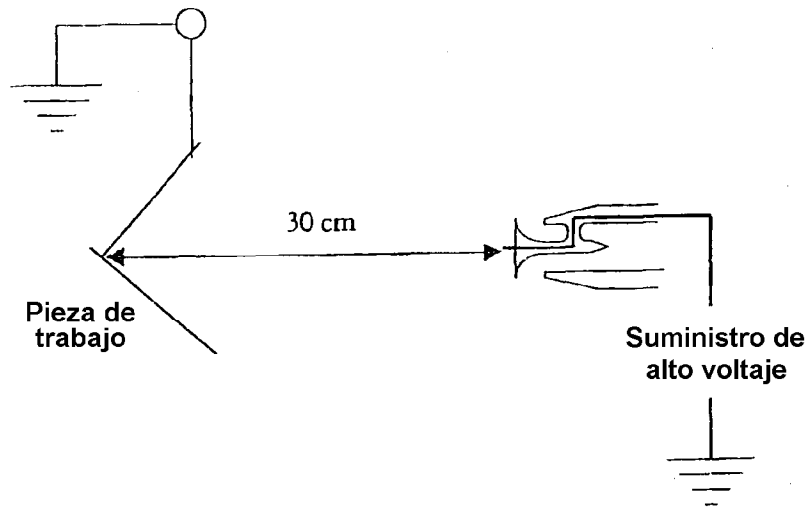


Figura 5: