



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 221 699**

51 Int. Cl.:
C09D 163/00 (2006.01)
C09D 5/03 (2006.01)
C08G 59/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

96 Número de solicitud europea: **98308757 .8**
96 Fecha de presentación : **27.10.1998**
97 Número de publicación de la solicitud: **0916709**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.05.1999**

54 Título: **Revestimiento en forma de polvo con un componente endurecible a baja temperatura.**

30 Prioridad: **04.11.1997 US 964242**
07.07.1998 US 111419

45 Fecha de publicación de la mención y de la
traducción de patente europea: **01.01.2005**

45 Fecha de la publicación de la mención de la
patente europea modificada BOPI: **31.05.2010**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente
europea modificada: **31.05.2010**

73 Titular/es: **Rohm and Haas Chemicals L.L.C.**
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US

72 Inventor/es: **Muthiah, Jeno;**
Teti, Jeremiah J. y
Schlessman, Jacquelyn M.

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 221 699 T5

DESCRIPCIÓN

Revestimiento en forma de polvo con un componente endurecible a baja temperatura.

5 Antecedentes de la invención

Esta invención se refiere a un sistema de recubrimiento con polvos en el que se extruye una mezcla de una resina epoxídica y un agente de curado de baja temperatura como un componente y se pulveriza para formar un polvo de recubrimiento curable a baja temperatura. El polvo se cura a una temperatura de 107 a 144°C produciéndose un recubrimiento que tiene una superficie excepcionalmente lisa con poco brillo o con brillo intenso. Esta invención se refiere también al recubrimiento electrostático de artículos de metal macizos y artículos de y madera y se cura a baja temperatura para conseguir una lisura atractiva. Se refiere también a un método para componer un polvo de recubrimiento por extrusión de una mezcla que comprende una resina epoxídica que tiene una viscosidad de fundido baja y un agente de curado de baja temperatura a una temperatura de aproximadamente 71 a 104°C.

Tradicionalmente, los polvos de recubrimiento se han hecho por extrusión de una mezcla de resinas y agentes de curado para obtener una mezcla homogénea y posterior molido del extrudato y tamizado del producto molido para obtener los tamaños de partícula y distribución de tamaños de partícula deseados. El polvo se pulveriza entonces electrostáticamente sobre un sustrato, tradicionalmente un sustrato metálico, y se cura a temperaturas mucho que superan en mucho los 93°C.

Un objetivo de la industria ha sido desde hace mucho tiempo conseguir una composición de recubrimiento en polvo que se curase sobre sustratos termo-sensibles a menos de 149°C en menos de 5 minutos. El curado de recubrimientos en polvo sobre materiales tales como madera, plástico, y similares ha estado limitado por el hecho de que la extrusión de una mezcla de una resina y un agente de curado a baja temperatura, es decir, uno que es activo a 121°C o menos, gelificaría el polvo de recubrimiento en la extrusora debido a que la extrusión genera típicamente bastante calor para elevar la temperatura a 93°C o más alta.

Este problema ha sido evitado extruyendo la resina y una pequeña cantidad de catalizador o agente de curado de baja temperatura, triturando el extrudato, y mezclando después el polvo resultante con una cantidad adicional del agente de curado en forma de polvo, según la descripción de la solicitud copendiente asignada en común GB-A-806405.

Las altas temperaturas generadas por la extrusión de un agente de curado con una resina son causadas en parte por el hecho de que la temperatura debe ser suficiente para facilitar la mezcla de resinas que tienen inicialmente altas viscosidades del fundido. Incluso se producen temperaturas más altas por la fricción que tiene lugar en el mezclado de las resinas fundidas, aún altamente viscosas, con agentes de curado que son sólidos a temperatura ambiente.

Douglas S. Richart dice en su artículo publicado en POWDER COATINGS de abril de 1996 que el recubrimiento de madera con un polvo de curado a baja temperatura es prácticamente imposible debido a que el recubrimiento se debe curar a una temperatura por debajo de 93°C y la resina debe tener una temperatura de flujo 5,5 a 11°C más baja que esa. Las resinas que tienen viscosidades de fundido más bajas, sin embargo, tienen por lo general temperaturas de transición vítrea más bajas. La presencia de una resina que tiene una Tg muy baja en el extrudato en polvo aumenta la tendencia a la sinterización y reduce así la resistencia al bloqueo del polvo durante el almacenamiento a la temperatura máxima normal de aproximadamente 27°C.

Un objeto de esta invención, por lo tanto, es proporcionar un método para extrusión de un polvo de recubrimiento curable a baja temperatura de un componente.

Un objeto al que se refiere esta invención es el de proporcionar un polvo de recubrimiento curable a baja temperatura, de un componente, que tiene una resistencia al bloqueo satisfactoria durante el almacenamiento a temperaturas normales.

Un objeto más de esta invención es proporcionar un polvo de recubrimiento tal para sustratos termo-sensibles y artículos de metal macizos.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un procedimiento de baja temperatura para producir un recubrimiento liso y de brillo intenso sobre madera.

La presente invención consiste en un método de preparación de un polvo de recubrimiento termoestable de un componente que comprende la extrusión, a una temperatura no superior a 104,5°C, de una mezcla de una resina epoxídica que tiene una viscosidad del fundido de 0,2 a 2,0 Pas a 150°C y un agente de curado de baja temperatura que es sólido a 27°C y que es un aducto de resina epoxídica de una poliamina, enfriando el extrudato y triturándolo, caracterizado porque la resina epoxídica es una mezcla que tiene un peso equivalente entre 100 y 400 y una que tiene un peso equivalente entre 400 y 700 en una relación de peso de 1:99 a 99:1.

Con respecto a la descripción de componentes en las composiciones de esta invención, el término resina incluye la propia resina y el agente de curado pero no el catalizador. Además el término "polvo de recubrimiento de un

ES 2 221 699 T5

componente” significa que el polvo está formado por completo por triturado y tamizado solamente de un extrudato de una mezcla de la resina, agente de curado, catalizador, y aditivos.

Las resinas epoxídicas que son adecuadas para los propósitos de esta invención tienen un peso equivalente entre 100 y 700. Se pueden utilizar mezclas de tales resinas epoxídicas. Ejemplos de resinas son, sin que quede limitado solo a ellas, las producidas por reacción de epiclorhidrina y un bisfenol, por ejemplo, bisfenol A y bisfenol F. Las viscosidades del fundido bajas de estas resinas facilitan la extrusión de las mismas en mezcla con un agente de curado, aditivos y pigmentos a 71-104,5°C. La viscosidad de fundido preferida es de 0,3-1,0 Pas. La viscosidad del fundido de resinas que tienen una Tg baja, es decir de 35°C a 55°C, es adecuada para los propósitos de esta invención. Las resinas epoxídicas conocidas como EPN (novolaca de fenol epoxídico) y ECN (novolaca de epoxi cresol) y las obtenidas por reacción de isopropilidendifenol (bisfenol A) con epiclorhidrina son adecuadas para los propósitos de esta invención. Los epóxidos de bisfenol A se venden bajo las marcas registradas ARALDITE GT-7071, GT-7072, EPON 1001 y EPON 2042.

ARALDITE GT-6259 es la marca registrada para una resina ECN.

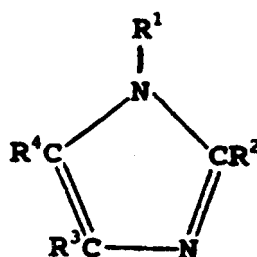
La utilización de un epóxido cristalino puede mejorar las características de flujo del polvo de recubrimiento fundido. Se alcanza un flujo deseable en particular cuando el epóxido cristalino constituye de 5 a 20% en peso de la cantidad total de resina epoxídica utilizada en la formulación del polvo. El comportamiento de un polvo de recubrimiento de esta invención se deteriora cuando aumenta el nivel de resina epoxídica cristalina del mismo debido a pesos equivalentes relativamente bajos de tales resinas y por esta razón la cantidad preferida de tal resina es 10% o menos. Se prefiere una resina epoxídica cristalina que tenga un punto de fusión entre 80°C y 150°C. Para los propósitos de esta invención es adecuada una resina epoxídica cristalina que tiene un peso equivalente de aproximadamente 185 y que se vende bajo la marca registrada RSS 1407 de Shell.

Cuando se utilizan, en esta invención, resinas que tienen una Tg de 35°C a 40°C, se evita la sinterización del polvo por permitir que se eleve la temperatura de la extrusora para activar el agente de curado de baja temperatura durante el tiempo suficiente para elevar la viscosidad del extrudato más allá de punto de sinterización y enfriar después el extrudato rápidamente a 10-20°C antes de trocearlo y molerlo y almacenar el polvo a una temperatura tal que evite un mayor aumento de viscosidad por curado continuado. Otra forma de evitar la sinterización del polvo cuando se utilizan resinas de Tg baja es la de mezclar previamente la resina con un polvo de agente de curado cristalino o no-cristalino que tiene un tamaño medio de partícula de aproximadamente 5 micras que no se licúa en la extrusora.

El agente en polvo no reacciona con la resina tan fácilmente como lo hace el mismo agente de curado en forma de copos. Un ejemplo específico de agente de curado que puede utilizarse en forma de polvo es el vendido bajo la marca registrada ANCAMINE 2441.

El agente de curado de baja temperatura de esta invención es un agente que se activa a una temperatura de 107 a 149°C y es un aducto epoxídico de una poliamina alifática (incluyendo poliaminas cicloalifáticas) que puede tener un grupo amino primario, secundario o terciario o una combinación de tales grupos amino. Entre los ejemplos de estos agentes de curado se incluyen endurecedores vendidos bajo las marcas registradas PF LMB 5218 (Ciba Geigy), ANCAMINE 2337 XS, ANCAMINE 2014 AS, y ANCAMINE 2441 (Air Products and Chemicals). También es un agente adecuado de curado un aducto epoxídico de una poliamina aromática, tal como metilen dianilina, para los propósitos de esta invención. Se prefiere que la funcionalidad de la mezcla de reacción de formación de aducto sea 2 o menos y se prefiere en particular emplear un compuesto epoxídico difuncional. La cantidad de agente de curado de baja temperatura es de 2 a 40 partes por cien partes de la resina (phr) y la cantidad preferida es de 5 a 20 phr. Niveles crecientes del agente de curado reducen el tiempo de gelificación y, por lo tanto, aumentan el efecto de piel de naranja.

Se puede utilizar un catalizador a un nivel de 0,1 a 5 partes por cien partes de la resina, preferiblemente 0,2-2 partes por cien partes de resina para acelerar la reacción de curado con el agente de curado a baja temperatura. Los catalizadores preferidos para esta invención son imidazoles y aductos epoxídicos de los mismos, teniendo los imidazoles la fórmula general:



donde R¹, R², R³ y R⁴ son, independientemente hidrógeno, alquilo, arilo, o cualquier sustituyente que no sea reactivo con la resina epoxídica. Para los propósitos de esta invención, el término imidazol se utiliza aquí para referirse tanto a imidazoles sustituidos como sin sustituir. Los imidazoles en si mismos tienden a ser insolubles en resinas epoxídicas. Por esta razón se obtienen aductos epoxídicos para hacerlos más compatibles con el sistema epoxídico de esta invención. Se pueden encontrar en el comercio aductos adecuados de estos imidazoles con una resina epoxídica de bisfenol A de la Shell Chemical Company bajo la marca registrada EPON, por ejemplo, EPON P-101, y también de Ciba Geigy Corporation bajo la designación HT 261. Entre los ejemplos de imidazoles adecuados se incluyen imidazol, 2-metil imidazol, y 2-fenil imidazol. Para potenciar la estabilidad del color, se prefiere el 2-fenil imidazol, que está comercializado por SWK Chemical Co. Se obtiene una superficie particularmente dura cuando se utiliza una combinación de agente de curado ANCAMINE 2441 y 2-fenil imidazol para curar una resina epoxídica que tiene una Tg y una viscosidad de fundido medias.

Aunque los solicitantes no pretenden relacionarlo con ninguna teoría, creen que el imidazol forma aducto con una resina epoxídica por apertura del anillo epoxídico que da lugar a que el oxígeno epoxídico se una al enlace C=N del anillo de imidazol. El imidazol que ha formado aducto se traslada de un grupo epóxido a otro lo que facilita las aperturas del anillo epoxídico y las reacciones de curado.

Una amina terciaria tal como una trietilamina diamina, que se puede encontrar con el nombre de ACTIRON SI 27071 de Synthron Chemicals, es otro tipo de catalizador de curado que puede utilizarse en esta invención.

Se pueden alcanzar diversos niveles de brillo para el recubrimiento curado a través de la elección de resinas epoxídicas, agentes de curado, catalizadores de curado y de las cantidades relativas de cada uno. Se puede alcanzar un brillo bajo, por ejemplo, por la utilización de una combinación de diciandiamida (un agente de actuación lenta) y un agente de actuación rápida para establecer reacciones competitivas. Un recubrimiento de polvo fundido y curado térmicamente hecho de una resina epoxídica que tiene un peso equivalente de aproximadamente 400 puede tener un nivel de brillo a 60° tan bajo como aproximadamente 10 mientras que se puede alcanzar un nivel de brillo de aproximadamente 90 cuando el peso equivalente sea de aproximadamente 650 y se cambian el agente de curado y el catalizador de curado.

El polvo de recubrimiento puede contener también un agente de control de flujo en el intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,0 partes por ciento de la resina. Entre los ejemplos de agentes de control de flujo se incluyen los productos de poli(acrilato de alquilo) MODAFLOW y los dialcoholes acetilénicos SURFYNOL, que se pueden utilizar individualmente o en combinación. También se pueden emplear anti-oxidantes a una concentración de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2,0 partes por cien partes de resina para evitar la decoloración del recubrimiento incluso a temperaturas de curado relativamente bajas adecuadas para los propósitos de esta invención. Entre los ejemplos de los antioxidantes que son útiles en esta invención se incluyen hipofosfito de sodio, fosfito de tris-(2,4-di-t-butil fenilo) (vendido bajo la marca registrada IRGAFOS 168), y bis([monoetil(3,5-di-t-butil-4-hidroxibencil)fosfonato] de calcio (vendido bajo la marca registrada de IRGANOX 1425). Se pueden emplear mezclas de anti-oxidantes.

El polvo de la presente invención se puede utilizar en el recubrimiento de vidrio, cerámica y materiales compuestos con carga de grafito así como sustratos metálicos tales como acero y aluminio. En el calentamiento de artículos metálicos gruesos o macizos se desperdicia mucho calor con el fin de elevar la temperatura de la superficie a los altos niveles requeridos por polvos de recubrimiento convencionales. La utilidad particular del polvo de esta invención, sin embargo, para recubrimiento de sustratos termo sensibles tales como plásticos, papel, cartón y maderas los hace muy idóneos como alternativa comercialmente viable a los recubrimientos líquidos que se han utilizado de forma casi universal en el pasado. Para el propósito de esta invención, el término madera define cualquier material lignocelulósico procedente de árboles o de otras plantas ya sea en su forma natural, molida o chapada, aglomerada o tablero de fibra de diversas densidades. Como ejemplos se pueden citar tableros, paneles, moldeados, chapas de forro, tableros de filamentos orientados, tableros de aglomerados duros y tableros de fibra de densidad media (MDF). El tablero de partículas puede ser normal o tratado para potenciar su conductividad eléctrica. La madera que tiene un contenido de humedad de 3 a 10% en peso es adecuada para el propósito de esta invención. Un tablero de partículas POROSO, pre-recubierto con una composición de recubrimiento líquida conductora y curada, puede servir también como un sustrato para el polvo de recubrimiento de esta invención. Por ejemplo, se consigue un recubrimiento de polvo, liso, de un espesor de 51-76 μm , sobre un a capa previa curada térmicamente o con UV de un espesor de 25-50 μm .

También pueden estar presentes pigmentos, abrillantadores ópticos, cargas tales como carbonato de calcio y arcillas bentonita, agentes texturizantes tales como caucho en partículas y otros aditivos convencionales. Se puede obtener un acabado texturizado particularmente deseable se puede obtener por adición de 14 a 20 partes por cien partes de resina del caucho a la composición de recubrimiento junto con carbonato de calcio a una relación de caucho a carbonato de 0,7:1 a 1,5:1 en peso. El dióxido de titanio, en una cantidad de 5 a 50 partes por cien partes de resina o más, es un ejemplo de un pigmento que se puede utilizar. Un abrillantador óptico, por ejemplo 2,2'-(2,5-tiofenodil)bis[5-t-butilbenzoxazol, vendido con la marca registrada UVITEX OB, puede estar presente en una cantidad de 0,1 a 0,5 partes por cien partes de resina.

El polvo de recubrimiento de esta invención se puede aplicar por cualquiera de los métodos convencionales de recubrimiento con polvo.

Se pueden recubrir paneles de superficie plana o acanalada con pistolas triboeléctricas sobre un transportador de línea no resonante que tiene bandas eléctricamente conductoras alrededor de la circunferencia de la cinta transportadora. Un aparato de recubrimiento de polvo de línea no resonante adecuado comprende un transportador que se extiende a través de una cámara de recubrimiento con el polvo, donde un artículo de madera, soportado y movido por una cinta transportadora, se recubre triboeléctricamente por una pluralidad de pistolas situadas adyacentes una de otra y en uno o más disparos. Se traslada entonces el artículo, que lleva aplicado el polvo, a través de una estufa de curado que tiene varias zonas de calentamiento, algunas de las cuales son calentadas por lámparas de IR, otras por convección del calor, y aún otras por una combinación de ambas formas. Las velocidades de la línea de recubrimiento y de curado pueden ser iguales o diferentes, dependiendo de la longitud de la estufa de curado. La velocidad de la línea a través de la cámara de aplicación del polvo puede ser de 1,5 a 45,7 m por minuto pero preferiblemente es de 6,1 a 30,5 m por minuto. La velocidad de la línea a través de la estufa de curado, por otra parte, puede ser de 1,5 a 6,1 m por minuto dependiendo de la temperatura de la estufa y el polvo de recubrimiento particular utilizado. La temperatura de curado puede variar entre 107°C hasta (sin incluirla) la temperatura de descomposición del polvo. Se prefiere mantener la temperatura de curado dentro del intervalo de 107 a 149°C y aún es más preferible mantener la temperatura de curado entre 107 y 121°C. Se prefiere que las velocidades de la línea de recubrimiento y curado se ajusten a la longitud de la estufa por lo que se equilibran.

En algunos casos se prefiere un pre-calentamiento del panel antes de la etapa de recubrimiento, por ejemplo, para ayudar a que el polvo alcance su temperatura de flujo en la primera zona de la estufa y también para hacer mínimo el desprendimiento de gas durante el curado. La estufa puede tener varias zonas de calentamiento de los tipos IR y de convección y también una combinación de los dos.

El espesor de la película del recubrimiento curado es de al menos aproximadamente 0,002 mm (1 mil) y puede ser como mucho de aproximadamente 0,016 mm (8 mils) o incluso mayor si se necesita así en la práctica. Por el método de la presente invención se alcanzan regularmente espesores de película de aproximadamente 0,008 mm (4 mils) a aproximadamente 0,012 (6 mils).

El tiempo de gelificación del polvo de recubrimiento de esta invención se midió según la especificación D-3451 (14) de ASTM utilizando una pequeña cantidad de polvo que se deja caer sobre una placa caliente a 149°C y choca contra un depresor de lengüeta hasta que se forman filamentos continuos y fácilmente rompibles cuando el depresor se eleva desde la muestra. El tiempo transcurrido para que esto tenga lugar medido en segundos es el tiempo de gelificación.

La resistencia al bloqueo de un polvo de recubrimiento se ensaya por colocación de aproximadamente 2,54 cm del polvo en un tubo, colocando una carga de 100 gramos encima del polvo y calentando a 43°C durante 24 horas. Separando el contenido del tubo, se mide el grado de sinterización sobre una escala del 1 al 10, siendo 1 el flujo completamente libre y siendo 10 cuando no hay flujo. Son aceptables los polvos que tienen un valor de menos de 5.

El flujo de fundido de la placa caliente (HPMF) de la composición de recubrimiento de polvo de esta invención se midió por colocación de una píldora del polvo que tenía un diámetro de 12,7 mm y 6 mm de espesor sobre una placa caliente fijada a 190±2°C a un ángulo de inclinación de 35°. Cuando la píldora se funde y corre por la placa, se mide la longitud del flujo en milímetros. La distancia del flujo depende de la viscosidad inicial del fundido, de la velocidad de reacción, la temperatura a la que se lleva a cabo el ensayo y el tipo y cantidad de catalizador.

La resistencia Hoffman al agrietado de los artículos recubiertos hechos según la presente invención se midió con el aparato de ensayo de agrietado Byk-Gardner.

La resistencia Taber a la abrasión de los artículos recubiertos hechos según esta invención se midió según ASTM D-4060 utilizando ruedas CS-10 y una carga de 1000 g.

La invención se describe más específicamente con los siguientes ejemplos de operación donde las partes son en peso a menos que se indique de otra manera.

ES 2 221 699 T5

Ejemplos de referencia 1-3

Se combinaron en fundido tres resinas de viscosidad creciente y Tg creciente, como se muestran en la tabla A, con aductos de poliamina y los demás componentes mostrados en la Tabla 1 empleando una extrusora de doble tornillo. Se enfrió el extrudato entre rodillos enfriados con agua y se troceó en virutas, moliéndose después hasta obtener un polvo. El polvo que pasaba a través de un tamiz de 74 μm (200 mallas) se aplicó electrostáticamente sobre paneles en O de acero laminado en frío y se curó a 149°C durante 5 minutos para obtener una película de un espesor de 51 a 76 μm . Como se muestra en la Tabla 2, la superior resistencia a disolventes y resistencia al bloqueo de los Ejemplos 1-3 demuestra que se alcanza un curado más rápido utilizando esta tecnología. Las temperaturas del extrudato y las propiedades de los polvos sin curar y curados se dan en la Tabla 2.

TABLA A

Agente de curado	Tg °C	Viscosidad en Pas (cps) a 150°C
GT-7071	38	0,5 (500)
GT-7072	54	1,1 (1100)
GT-7013	60	2,7 (2700)

TABLA 1

Componente	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
GT-7071	85		
GT-7072		85	
GT-7013			85
Agente de curado *	15	15	15
Catalizador **	2,0	2,0	2,0
Dióxido de titanio	30,0	30,0	30,0
Antioxidante ***	1,0	1,0	1,0
SURFYNOL 104S	1,0	1,0	1,0
MODAFLOW 2000	1,0	1,0	1,0
UVITEX OB	0,1	0,1	0,1

* LMB 5218 Epóxido/poliamina; ** EPON P-101 Epóxido/imidazol;

*** Hipofosfito de sodio

TABLA 2

Propiedades	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Temp. del extrudato	71°C	82°C	93°C
Tiempo de gel (149°C)	30 segundos	23 segundos	22 segundos
HPMF (191°C)	80 mm	15 mm	13 mm
Bloqueo	2	2	2
Resistencia MEK	4	4	4
Brillo a 60°C	88	56	50
Piel de naranja	ligera	acentuada	acentuada

ES 2 221 699 T5

La Tabla 2 muestra una reducción significativa en la temperatura que alcanza el extrudato cuando se emplea una resina epoxídica de baja viscosidad. Los tiempos de gelificación más cortos para los polvos que contienen las resinas más viscosas son debidos al curado parcial de la resina en la extrusora a temperaturas más altas.

Ejemplos de referencia 4-6

En las Tablas 3 y 4 se muestran las composiciones y propiedades de las mismas que ilustran la utilización de imidazoles sin formar el aducto como catalizadores de curado, la práctica de la invención sin un catalizador de curado y la utilización de un agente de curado a alta temperatura en combinación con un agente de curado de baja temperatura y un catalizador.

TABLA 3

Componente	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6
Resina GT 7071	85	80	85
LMB 5218	15	20	15
Imidazol	2		
2-Me-imidazol *			0,2
Dicianamida			5,0
TiO ₂	30,0	30,0	30,0
Antioxidante	1,0	1,0	1,0
SURFYNOL 104S	1,0	1,0	1,0
MODAFLOW 2000	1,0	1,0	1,0
UVITEX OB	0,1	0,1	0,1

* Me = metilo ** Hipofosfito de sodio

TABLA 4

Propiedades	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6
Temp. del extrudato	66°C	- - -	71°C
Tiempo de gel (149°C)	25 segundos	25 segundos	26 segundos
HPMF (191°C)	150 mm	25 mm	38 mm
Resistencia a bloqueo	3	2	2
Resistencia MEK	5	3-4	4
Brillo a 60°C	82	45	34
Piel de naranja	ligera	moderada	ligera

Las propiedades del polvo de recubrimiento que contiene imidazol como catalizador hacen recomendable el uso del mismo allí donde se necesitan curados rápidos, así como en el recubrimiento de barras de refuerzo, por ejemplo; tiene además el mejor curado, como indica su resistencia MEK, y sus propiedades de flujo son extraordinariamente buenas.

ES 2 221 699 T5

Ejemplos de referencia 7-9

Los ejemplos siguientes ilustran el comportamiento de los agentes de curado que contienen grupos amino secundarios y terciarios. Se pulverizó el polvo de recubrimiento que pasaba a través de un tamiz de 74 μm (200 mallas) desde una pistola de carga triboeléctrica sobre un panel de tablero de fibra de densidad media (MDF) de un espesor de 2,5 cm que había sido pre-calentado en estufa a 177°C durante 10 minutos a una temperatura de la superficie de 116°C. El recubrimiento de polvo se curó por calentamiento de los paneles a 177°C durante 5 minutos para alcanzar una temperatura de superficie de 138°C.

TABLA 5

COMPONENTE	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9
Resina EPON 2042	70		
ANCAMINA 2014 AS	20		
Resina RSS 1407	10		
EPON P-101	2,0		
MODAFLOW 2000	1,0	1,0	1,0
SURFYNOL 104S	1,0	1,0	1,0
Antioxidante *	1.0	1,0	1,0
TiO ₂	30	30	30
ANCAMINE 2441		10	10
2-fenilimidazol			2,0
resina GT 7072		100	100

* Hipofosfito de sodio

TABLA 6

PROPIEDAD	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9
Tiempo de gelificación (149°C)	30 segundos	90 segundos	35 segundos
HPMF	43 (mm)	90 (mm)	75 (mm)
Resistencia MEK	3	4	5
Brillo a 60°	35	60	95
Resistencia a agrietado Hoffman *	1.200 gramos	1.000 gramos	2.000 gramos
Resistencia a abrasión Taber	36 mg	72 mg	69 mg

ES 2 221 699 T5

Ejemplo de referencia 10

Se preparó una composición de recubrimiento de polvo epoxídico de dos componentes descrita en el Ejemplo 9 de la patente EP-A-806445 para comparación con la composición de esta invención. Se extruyeron por separado los Componentes A y B de la formulación mostrada en la Tabla 7 y después se molió y clasificó de la manera habitual. Se mezclaron 65 partes en peso de Componente A y 35 partes de Componente B para formar la composición de polvo de recubrimiento del Ejemplo de referencia 10. Se aplicó el polvo del Ejemplo de referencia 10 a un panel de madera que había sido calentado previamente a una temperatura de panel de 104-110°C y se curó a una temperatura de panel de 132-138°C durante aproximadamente 5 minutos. Las propiedades del recubrimiento curado se muestran en la Tabla 8.

TABLA 7

Ingrediente	Componente A	Componente B
GT-7072 (visc. del fundido 54)	100	- - -
2-fenil imidazol	2,0	- - -
MODAFLOW 2000	1,0	2,0
SURFYNOL 104S	1,0	30,0
Agente de curado LMB 5218	- - -	100
Dióxido de titanio	30,0	30,0
Polietileno (Grado 6 A)	2,0	2,0
Hipofosfito de sodio	1,0	1,0
Abrillantador óptico	0,1	0,1

TABLA 8

Tiempo de gelificación	25 segundos
HPMF	60 mm
Resistencia MEK	4
brillo a 60°C	15
Resistencia Hoffman al agrietado	500 gramos
Abrasión Taber	120 mg

ES 2 221 699 T5

Ejemplos 11-13

Los siguientes ejemplos (de los cuales el ejemplo 11 es un ejemplo de referencia) ilustran los efectos combinados de agentes de curado que tienen diferentes velocidades y resinas epoxídicas de pesos equivalente bajos y altos sobre el brillo de recubrimientos de polvo de esta invención. Se pulverizó el polvo de recubrimiento que pasaba a través de un tamiz de 74 μm (200 mallas) desde una pistola de carga triboeléctrica sobre paneles de tablero de fibra de densidad media (MDF) de un espesor de 2,5 cm que habían sido pre- calentados en una estufa a 177°C durante 10 minutos a una temperatura superficial de 116°C. El recubrimiento de polvo se curó calentando los paneles a 177°C durante 5 minutos para alcanzar una temperatura de superficie de 138°C.

TABLA 9

COMPONENTE	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13
Resina GT-6259 *	100	50	50
Resina GT-7072 **	- -	50	50
ANCAMINE 2014 AS	20	20	10
ANCAMINE 2441	- -	- -	5
EPON P-101	2,0	2,0	2,0
MODAFLOW 2000	1,0	1,0	1,0
SURFYNOL 104S	1,0	1,0	1,0
Antioxidante ***	1,0	1,0	1,0
TiO ₂	30	30	30

* Peso equivalente – 400; ** peso equivalente – 650, *** hipofosfito de sodio

TABLA 10

PROPIEDAD	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13
Tiempo de gel (149°C)	11 segundos	11 segundos	15 segundos
HPMF	48 (mm)	39 (mm)	50 (mm)
Resistencia MEK	lig. eliminado al frotar	lig. eliminado al frotar	lig. eliminado al frotar
Brillo a 60°C	15	25	70
Agrietado Hoffman	300 gramos	300 gramos	200 gramos
Abrasión Taber	82 mg	64 mg	71 mg
Lisura	ligera piel de naranja	ligera piel de naranja	mod. piel de naranja

ES 2 221 699 T5

Ejemplos 14-18

Se prepararon polvos de recubrimiento formulados como se muestra en la Tabla 11 por extrusión a través de una boquilla colocada en una extrusora que tenía un rotor de 12 clavijas que operaba a 300 rpm y cuya zona frontal estaba a 120°C y la zona de atrás fría. El extrudato enfriado se trocó a virutas y se molió para pasar a través de un tamiz de 74 μm (200 mallas). El polvo resultante se pulverizó electrostáticamente desde una pistola de cargado triboeléctrico sobre paneles de tablero de fibra de densidad media (MDF) de 2,5 cm de espesor que habían sido calentados previamente en una estufa a 177°C durante 10 minutos a una temperatura de la superficie de 116°C. El recubrimiento de polvo se curó por calentamiento de los paneles a 177°C durante 5 minutos para alcanzar una temperatura de la superficie de 138°C. El espesor del recubrimiento era de 102-178 μm . Ejemplos 14 y 15 son ejemplos de referencia.

TABLA 11

COMPONENTE	Ej.14(ref)	Ej.15(ref)	Ej. 16	Ej. 17	Ej.18
Resina GT-6259	100		50	50	50
Resina GT7072	---	100	50	50	50
ANCAMINE 2014 AS	20	20	20	5	20
ANCAMINE 2441	---	---	5	10	---
EPON P-101	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
MODAFLOW 2000	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
SURFYNOL 104S	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Antioxidante *	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
TiO ₂	30	30	30	30	30

* hipofosfito de sodio

TABLA 12

PROPIEDAD	Ej. 14 ref)	Ej. 15 (ref)	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18
Temp. del extrudato	74-79°C (165-175°F)	82-88°C (180-190°F)	79-82°C (175-180°F)	79-85°C (175-185°F)	79-88°C (175-185°F)
Tiempo de gel (300°F) (149°C)	11 seg.	13 seg.	11 seg.	15 seg.	16 seg.
HPMF (mm)	48	36	39	50	88
Resistencia MEK	4+	4	4+	5	4+
Brillo a 60°C	15	26	25	70	17
Agrietado Hoffman	300 g	300 g	300 g	200 g	---
Abrasion Taber	82,2 mg	75,9 mg	63,7 mg	71,4	54,3
Lisura	ligera piel de naranja	moderada piel de naranja	ligera piel de naranja	moderada piel de naranja	no hay piel de naranja

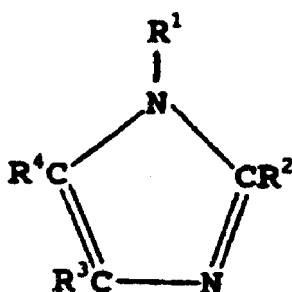
REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un polvo de recubrimiento termoestable de un componente que comprende la extrusión, a una temperatura no superior a 104,5°C, de una mezcla de resina epoxídica que tiene una viscosidad de fundido de 0,2 a 2,0 Pas (200 a 2000 centipoises) a 150°C y un agente de curado de baja temperatura que es sólido a 27°C (80°F) y que es un aducto de resina epoxídica de una poliamina, enfriamiento del extrudato y trituración del mismo, **caracterizado** porque la mezcla adecuada puede comprender una resina epoxídica que tiene un peso equivalente entre 100 y 400 y una que tiene un peso equivalente entre 400 y 700 en una relación en peso de 1:99 a 99:1.

2. Un método según la reivindicación 1 donde el agente de curado de baja temperatura es un aducto de resina epoxídica de una poliamina alifática.

3. Un método según la reivindicación 1 o la reivindicación 2 donde el agente de curado está en forma de polvo.

4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde se añade un imidazol que tiene la fórmula general:



o un aducto epoxídico del mismo, donde R¹, R², R³ y R⁴ son, independientemente, hidrógeno o cualquier sustituyente que no sea reactivo con la resina epoxídica, a la mezcla de reacción como catalizador.

5. Un método según la reivindicación 4, donde R¹, R², R³ y R⁴ son, independientemente, hidrógeno, alquilo, arilo o alquilarilo.

6. Un método según la reivindicación 5 donde R² es metilo o fenilo, y R¹, R³ y R⁴ son hidrógeno.

7. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde del 5 al 20% en peso de la resina epoxídica es cristalina.

8. Un método según la reivindicación 1 donde la resina epoxídica tiene un peso equivalente de aproximadamente 400.

9. Un método según la reivindicación 1 donde la resina epoxídica tiene un peso equivalente de aproximadamente 650.

10. Un método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde la temperatura de extrusión es de 71 a 104°C (160-220°F).

11. Un polvo de recubrimiento termoestable de un componente que se cura a una temperatura de 107 a 149°C (225-300°F) y comprende partículas de una mezcla extruida de una resina epoxídica que tiene una viscosidad de fundido de 0,2 a 2,0 Pas (200 a 2000 centipoises) a 150°C y un agente de curado a baja temperatura que es sólido a aproximadamente 27°C (80°F) y que es un aducto de resina epoxídica de una poliamina **caracterizado** porque la mezcla adecuada puede comprender una resina epoxídica que tiene un peso equivalente entre 100 y 400 y una que tiene un peso equivalente entre 400 y 700 en una relación en peso de 1:99 a 99:1.

12. Un polvo según la reivindicación 11 donde el agente de curado a baja temperatura es un aducto de una resina epoxídica de una poliamina alifática.

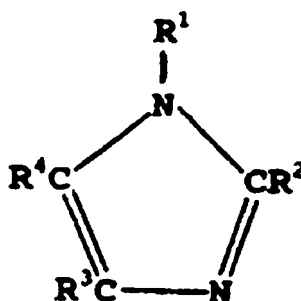
13. Un polvo según la reivindicación 12 donde la poliamina alifática contiene un grupo amino primario.

14. Un polvo según la reivindicación 12 o la reivindicación 13 donde la poliamina alifática contiene un grupo amino secundario.

ES 2 221 699 T5

15. Un polvo según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14 donde la cantidad de agente de curado es de 2 a 40 partes por cien partes de la resina.

16. Un polvo según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15 **caracterizado** además porque contiene un imidazol que tiene la fórmula general:



o un aducto epoxídico del mismo donde R^1 , R^2 , R^3 y R^4 son, independientemente, hidrógeno o cualquier sustituyente que no sea reactivo con la resina epoxídica.

17. Un método según la reivindicación 16, donde R^1 , R^2 , R^3 y R^4 son, independientemente, hidrógeno, alquilo, arilo o alquilarilo.

18. Un polvo según la reivindicación 17 donde R^2 es metilo o fenilo, y R^1 , R^3 y R^4 son hidrógeno.

19. Un polvo según cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18 donde la cantidad de imidazol o aducto epoxídico del mismo es de 0,2 a 5 partes por cada cien partes de la resina.

20. Un polvo según cualquiera de las reivindicaciones 11-19 donde la resina epoxídica tiene un peso equivalente de aproximadamente 400.

21. Un polvo según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 19 donde la resina epoxídica tiene un peso equivalente de aproximadamente 650.

22. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 21 donde de 5 a 20 en peso de la resina epoxídica es cristalina.

23. Un método para recubrir madera que comprende la pulverización electrostática de un polvo de recubrimiento termoestable según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 22 sobre una superficie de la madera y calentamiento del polvo a una temperatura de curado de 107 a 149°C.

24. Un artículo que tiene una composición de recubrimiento de polvo epoxídico termoestable aplicada y curada sobre él, comprendiendo la composición en forma de polvo una mezcla de partículas de un componente de: una resina epoxídica que tiene una viscosidad de fundido de 0,2 a 2,0 Pas a 150°C y un agente de curado a baja temperatura que es sólido a aproximadamente 27°C y que es un aducto de resina epoxídica de poliamina, donde la resina epoxídica es una mezcla de una que tiene un peso equivalente entre 100 y 400 y otra que tiene un peso equivalente entre 400 y 700 en una relación de peso de 1:99 a 99:1.

25. Un artículo según la reivindicación 24 donde la cantidad de agente de curado es de 2 a 40 partes por cien partes de la resina.

26. Un artículo según la reivindicación 24 o la reivindicación 25 donde el agente de curado de baja temperatura es un aducto de resina epoxídica de una poliamina alifática.

27. Un artículo según la reivindicación 24 donde la resina epoxídica tiene un peso equivalente de aproximadamente 400.

28. Un artículo según la reivindicación 27 donde la resina epoxídica tiene un peso equivalente de aproximadamente 650.

29. Un artículo según cualquiera de las reivindicaciones 24 a 28 donde el artículo está hecho de madera.