

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º
98167

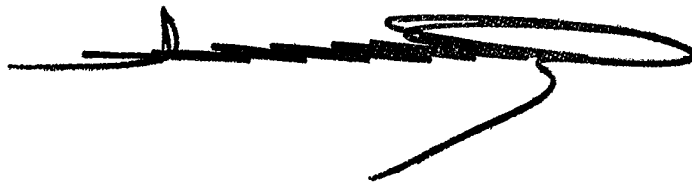
REQUERENTE: COURTAULDS COATINGS (HOLDINGS) LTD., britânica, industrial e comercial, com sede em 15 Hanover Square, London W1A 1AD, Inglaterra.

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO EM Pó TERMOENDURECÍVEL"

INVENTORES: TIMOTHY MARE HANDYSIDE E ANDREW ROBERT MORGAN

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

Grã-Bretanha, 2 de Julho de 1990, sob o nº 90.14646.3.



Descrição referente à patente de invenção de COURTAULDS COATINGS (HOLDINGS) LIMITED, britânica, industrial e comercial, com sede em 18 Hanover Square, London W1A 1AD, Inglaterra, (inventores: Timothy Mare Handside e Andrew Robert Morgan, residentes na Inglaterra) "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO EM PÓ TERMOENDURECÍVEL"

DESCRIÇÃO


A presente invenção refere-se a preparação de composições de revestimento em pó.

Os revestimentos em pó constituem um sector de rápido crescimento dentro do mercado dos revestimentos. Os revestimentos em pó são composições sólidas que são geralmente aplicadas por um processo de pulverização electrostática em que as partículas do revestimento em pó são electrostaticamente carregadas pela pistola de pulverização e o substrato é ligado à terra ou carregado com carga oposta. A composição é em seguida aquecida até



fundir e fundem-se as partículas e polimeriza-se o revestimento. As partículas do revestimento em pó que não aderem ao substrato podem ser recuperadas para reutilização e assim os revestimentos em pó são económicos na utilização dos ingredientes. Além disso, as composições de revestimento em pó são geralmente isentas de solventes adicionados e, em particular, não utilizam solventes orgânicos e não são assim poluentes.

As composições de revestimento em pó compreendem geralmente uma resina sólida formadora de película, geralmente com um ou mais agentes corantes tais como pigmentos. Elas são geralmente termoendurecíveis, incorporando, por exemplo, um polímero formador de película e um agente de polimerização correspondente (que pode ele próprio ser outro polímero formador de película). As composições de revestimento em pó são geralmente preparadas misturando intimamente os ingredientes, por exemplo numa extrusora, a uma temperatura superior ao ponto de amaciamento dos polímeros formadores de película mas inferior à que ocorreria uma pré-reacção significativa. O extrudido é habitualmente laminado para se obter uma chapa plana e reduzido o seu tamanho de partícula, por exemplo por moagem, até se obter o tamanho de partícula pretendido. A distribuição de tamanhos de partícula necessária para a maior parte dos dispositivos de pulverização electrostrática encontra-se entre 10 e 120 micrometros, com um tamanho médio de partícula dentro da gama de 15 a 75




micrometros, de preferência de 25 a 50 micrometros.

Embora os processos existentes para a preparação de composições de revestimento em pó sejam satisfatórios nalguns aspectos, existe contudo a necessidade de aperfeiçoamentos e constitui um objectivo geral da presente invenção simplificar a produção destas composições e também tornar esta produção mais económica.

A presente invenção proporciona um processo para a preparação de uma composição de revestimento em pó termoendurecível, que compreende formar-se uma mistura fundida de um polímero fundador de película contendo grupos funcionais reactivos, um agente de polimerização para o referido polímero e opcionalmente um ou mais agentes corantes, atomizar-se o fundido resultante sob a forma de gotículas, e fazer com que ou permitir que as gotículas atomizadas arrefeçam para formarem partículas em pó sólidas, sendo as condições controladas para evitar o endurecimento significativo da composição durante o processo, sendo a composição final adequada para a aplicação como revestimento em pó.


Constitui um objectivo específico do processo da invenção preparar, sem redução de tamanho, uma composição que seja adequada para a aplicação como revestimento em pó, e deverá notar-se que a realização desse objectivo depende de se evitar qualquer termoendurecimento significativo na composição durante o processo. Com base no estado presente do conhecimento, não se podia esperar que os critérios de



comportamento necessários para uma composição de revestimento em pó fossem atingidos por qualquer processo que envolvesse a atomização de um material termoendurecível fundido e não se entraria em consideração com esse processo com base no conhecimento prévio das propostas. Assim, seria pelo contrário de esperar que as condições de temperatura necessárias para levar a composição a uma forma em que pudesse ser atomizada resultariam inevitavelmente num termoendurecimento significativo da composição; isto é, seria de esperar que o termo endurecimento prosseguisse até um grau que produziria um efeito prejudicial inaceitável no produto.

Evitando a necessidade de uma fase de redução de tamanho de partícula, o processo da presente invenção atinge o seu objectivo geral de simplificar a preparação de composições de revestimento em pó. O processo da invenção evita ao mesmo tempo algumas desvantagens em termos da distribuição de tamanho e forma das partículas produzidas por processos de redução do tamanho de partículas anteriores. Em termos de tamanho de partícula, o produto da presente invenção pode ser controlado para ter uma variação bastante estreita de tamanho quando comparada com os produtos obtidos por redução de tamanho de partícula, e a invenção pode também ser utilizada para reduzir a proporção indesejável de partículas muito finas.

Em termos de forma, o processo da invenção tende a produzir partículas que são redondas e com uma forma mais



aproximadamente esférica, diferente das partículas muito mais angulares (por exemplo, aciculares) produzidas pelas técnicas de redução de tamanho convencionais. O facto de as partículas do produto serem mais redondas deve ter vantagens em termos de retenção da carga electrostática em processos de aplicação de revestimento em pó. Assim, seria de esperar que existisse uma maior fuga de cargas em partículas aciculares ou angulares.

A maior regularidade de forma, em combinação com uma distribuição de tamanho de partículas mais uniforme, que se obtém pelo processo da invenção, é considerada como o resultado de um produto que é mais facilmente fluidisável, especialmente para tamanhos de partículas baixos, do que os produtos obtidos por redução do tamanho de partículas.

Em termos de razão de aspecto deve notar-se que a razão de aspecto das partículas de produto será em geral mais próxima da forma esférica do que as produzidas por processos de redução do tamanho de partículas, e geralmente pelo menos 70% das partículas terão uma razão de aspecto (relação entre o comprimento e o diâmetro mais pequeno) de menos de 2:1, como determinado por microscopia óptica.

O processo da invenção tem ainda a vantagem de as partículas do revestimento em pó produzidas terem geralmente uma superfície que consiste essencialmente ou totalmente num polímero formador de película. Os agentes corantes e outros aditivos são encapsulados dentro da



partícula. Isto permiti uma fusão mais rápida e uniforme quando o revestimento em pó é polimerizado no substrato.

Foi também observado que, pelo menos nalguns casos, uma parte das partículas do revestimento em pó produzidas pelo processo da invenção pode ter um núcleo oco. A utilização dessas partículas ocas oferece a possibilidade de produzir partículas de revestimento mais finas do que as produzidas por partículas maciças de dimensões semelhantes quando aplicadas em condições semelhantes.

O polímero formador de película utilizado na preparação de uma composição de revestimento em pó termo-endurecível de acordo com a invenção é vantajosamente diferente de uma resina de fenolformaldeido e pode ser uma ou mais resinas escolhidas de entre resinas de poliéster com funções carboxi, resinas de poliéster com funções hidroxí, resinas de epoxi, e resinas acrílicas funcionais.


Tal como já foi anteriormente dito, as composições de revestimento em pó não utilizam solventes orgânicos, e constitui uma característica importante do processo da invenção o não ser adicionado essencialmente solvente à composição em qualquer fase, e além disso o teor de solvente residual derivado da preparação de qualquer dos ingredientes ser tão baixo quanto possível. Assim, o teor de solvente residual na composição antes da atomização não deve ser vantajosamente superior a 1,0% em peso, de preferência não superior a 0,5% em peso, e mais



especialmente não superior a 0,3% em peso.


A composição de revestimento em pó pode, por exemplo, ser baseada num sistema ligante polimérico sólido compreendendo uma resina formadora de película de poliéster com funções carboxi utilizada com um agente de polimerização de poliepóxido. Esse sistemas de poliéster com funções carboxi são actualmente os materiais mais utilizados em revestimentos em pó. O poliéster tem geralmente um valor ácido na gama de 10-100, um peso molecular em número médio M_n de 1500 a 10000 e uma temperatura de transição vítrea T_g de 30 a 85°C, de preferência pelo menos 40°C. O poli-epóxido pode, por exemplo, ser um composto de epoxi trifuncional de baixo peso molecular como por exemplo e isocianurato de triglicidilo (TGIC) ou uma resina de epoxi como por exemplo um éter de glicidilo condensado de bisfenol A. Essa resina formadora de película de poliéster com funções carboxi pode ser alternativamente utilizada com um agente de polimerização de bis(beta-hidroxiálquilamida) como por exemplo tetraquis(2-hidroxietyl) adipamida.

Alternativamente, pode ser utilizado um poliéster com funções carboxi com um agente de polimerização com funções isocianato bloqueadas ou um condensado de amino-formaldeido tal como, por exemplo, uma resina de melamina, uma resina de ureia-formaldeido, ou uma resina de glicol ural formaldeido, por exemplo, o material "Powderlink 1174" fornecido pela Cyanamid Company,



ou hexahidroximetil melamina. Um agente de polimerização de isocianato bloqueado para um poliéster com funções hidroxí pode, por exemplo, ser internamente bloqueado, como por exemplo do tipo uret diona, ou pode ser do tipo bloqueado com caprolactama, por exemplo, disocianato de isoferona.

Como outra possibilidade, pode ser utilizada uma resina de epoxi com um agente de polimerização com funções amino tal como, por exemplo, diciandiamida. Em vez de um agente de polimerização com funções amino para uma resina de epoxi, pode ser utilizado um material fenólico, de preferência um material formado pela reacção da epiclororidrina com um excesso de bisfenol A (isto é, um poli fenol preparado misturando bisfenol A (com uma resina de epoxi). Pode ser utilizada uma resina acrílica funcional, por exemplo uma resina com funções carboxi, hidroxí ou epoxi com um agente de polimerização adequado. Podem ser utilizadas misturas de ligantes, por exemplo um poliéster com funções carboxi que pode ser utilizado com uma resina acrílica com funções carboxi e um agente de polimerização como por exemplo a bis(beta-hidroxialquilamida) que serve para polimerizar ambos os polímeros. Como outras possibilidades, para sistemas ligantes mistos, pode ser utilizada uma resina acrílica com funções carboxi, hidroxí ou epoxi com uma resina de epoxi ou uma resina de poliéster (funções carboxi ou hidroxí). Essas combinações de resina podem ser escolhidas de modo a serem autopolimerizáveis, por exemplo, uma resina acrílica



com funções carboxi autopolimerizável ou uma resina de epoxi, ou um poliéster com funções carboxi autopolimerizado com uma resina acrílica com funções de glicidilo. Mais habitualmente, contudo, esses sistemas ligantes mistos são formulados de forma a serem polimerizados com um único agente de polimerização (por exemplo, utilizando um isocianato bloqueado para polimerizar uma resina acrílica com funções hidroxí e um poliéster com funções hidroxí). Outra composição preferida envolve a utilização de um agente de polimerização diferente para cada ligante ou uma mistura de dois ligantes poliméricos (por exemplo, uma resina de epoxi curada com amina utilizada em ligação com uma resina acrílica com funções hidroxí curada com isocianato bloqueado).


A composição com revestimento em pó da invenção pode estar isenta de agentes corantes adicionados, mas contem habitualmente um ou mais desses agentes (pigmentos ou corantes) e pode conter aditivos como por exemplo agentes promotores de fluidez, um plastificante, um estabilizante, por exemplo um estabilizante contra a degradação por UV, um agente anti-gasagem, como por exemplo benzoína, cargas de enchimento, ou um ou dois ou mais desses aditivos podem estar presentes na composição de revestimento. Exemplos de pigmentos que podem ser utilizados são os pigmentos inorgânicos como por exemplo dióxido de titânio, óxidos de ferro vermelho e amarelo, pigmentos de crómio e negro de fumo e pigmentos orgânicos



tais como, por exemplo, ftalocianina, azo, antraquinona, tioindigo, isodibenzantrona, trifendioxano e quinacridona, pigmentos corantes de vat e lacas de corantes mordentes ácidos e básicos. Podem ser utilizados corantes em vez de pigmentos, ou ambos.

Pode ser utilizado um teor de pigmento inferior a 40% em peso da composição. Geralmente é utilizado um teor de pigmento de 25 a 30%, embora possa ser obtida opacidade com cores escuras com teores inferiores a 10% em peso de pigmento. Quando adequado, pode ser utilizada uma carga de enchimento para ajudar a opacidade, embora a custos reduzidos.

Em muitos casos, será preferível que a composição de revestimento em pó inclua uma pequena quantidade de um catalisador para a reacção de polimerização. De preferência, contudo, para evitar ou pelo menos para reduzir uma pré-reacção indesejável, o catalisador não é incorporado na composição antes ou durante a fase de mistura em fundido do processo. Em vez disso, o catalisador é vantajosamente introduzido de preferência na forma líquida, imediatamente antes de o fundido atingir o atomizador ou é injectado directamente no próprio atomizador, de modo a ser misturado com o polímero formador de película fundido antes do estabelecimento da formação de gotículas. Alguns dos materiais adequados como catalisadores são líquidos à temperatura ambiente; para outros é necessário o aquecimento para torná-los líquidos.



Exemplos de catalisadores adequados incluem o octoato estanoso, laurato de dibutilestanho, trifenilfosfina, imidazoís como por exemplo o vendido segundo o nome comercial de "Curezol", fenilimidazolina, amins terciárias tais como, por exemplo, benzildimetil amina, brometo de tetrabutílamónio, e amins bloqueadas com tricloreto de bromo (por exemplo, o material conhecido como DY 9577 disponível da Ciba-Geigy AG). Deve também ser feita referência aos sais de fosfónio, mais especialmente os halogenetos de fosfónio, por exemplo, o cloreto de benziltriétil fosfónio ou o brometo de trifeniletil fosfónio. Deverá notar-se que alguns dos materiais anteriores referidos como catalisadores podem também servir como agentes de polimerização no caso de alguns polímeros, especialmente nos polímeros contendo oxirano.

Nalguns casos, pode ser possível e vantajoso incorporar o catalisador sob a forma de um lote padrão compreendendo o polímero e o catalisador. Assim, por exemplo, o catalisador pode ser disperso num polímero (por exemplo, um poliéster) com o qual ele não reage, e o lote padrão resultante pode ser aquecido para formar um fundido antes de ser incorporado com a parte restante da composição termoendurecível imediatamente antes da atomização.

Num processo típico de acordo com a invenção, o agente de polimerização para o polímero formador de película será incorporado numa operação de mistura em fundido antes do fundido atingir o atomizador. Em



princípio, contudo, tal como no caso do catalisador acima referido, pode ser introduzida pelo menos uma parte do agente de polimerização imediatamente antes do fundido fluído atingir o atomizador ou pode ser injectado directamente no próprio atomizador, de modo a ser misturado com o polímero formador de película fundido antes do estabelecimento da formação de gotículas.

A formação da mistura da composição fundida pode ser efectuada em qualquer dispositivo adequado de mistura de fundidos, por exemplo, um moinho de cilindro triplo, um misturador de Banbury ou um misturador de placa Z. A mistura é contudo efectuada de preferência numa extrusora, que tem a vantagem de mistura um fundido ser assim um processo contínuo e também servir para transportar o fundido para a próxima fase a juzante do processo. Se for adequado (como será geralmente o caso, por exemplo, se for utilizada uma extrusora para a mistura em fundido), os componentes da composição em pó podem ser pré-misturados à temperatura ambiente antes de serem introduzidos num dispositivo de mistura em fundido.

Numa forma do processo de acordo com a invenção, a mistura de composição em fundido pode ser obtida num misturador colocado imediatamente a montante do atomizador. Exemplos de misturadores que podem ser utilizados nesse processo incluem os misturadores de alto rendimento como por exemplo os misturadores de transferência estática e de cavidade. Os componentes individuais da composição (ou



mistura de componentes) podem, por exemplo, ser introduzidos no misturador por vários meios de alimentação separados. Cada um desses sistemas de alimentação pode ser convenientemente uma extrusora. Esse processo tem a vantagem de evitar ou reduzir o contacto desnecessário entre componentes co-reativos da composição.

Numa outra forma do processo, existe um alimentador comum na composição fundida a vários atomizadores. Como outra possibilidade, podem ser fornecidos vários atomizadores por meio de vários sistemas de alimentação individuais correspondentes, e a composição fornecida a cada atomizador pode ser a mesma ou ser diferente. Em vez disso, podem ser introduzidas separadamente duas composições termoendurecíveis separadamente num único atomizador.

Outra possibilidade compreende a atomização simultânea de duas composições individuais numa câmara em que as composições atomizadas são misturadas e arrefecidas.

A fase de atomização do processo da invenção pode por exemplo ser efectuada por atomização rotativa em que a composição de revestimento em pó fundida bate na superfície de um elemento em rotação, por exemplo um disco ou uma taça, e a atomização é efectuada por aceleração de uma película ou de um líquido por energia centrífuga. O elemento rotativo pode, por exemplo, ser um disco plano de arestas vivas, um copo oco invertido, um disco oco ou uma taça sem divergência nas paredes na sua extremidade aberta.



Pode ser proporcionado um disco rotativo com vários furos, (por exemplo, na forma de fendas) ou ele pode ter a forma de uma barreira ou malha porosa através da qual passa o líquido, ou pode ser formada por um bordo serreado de modo a auxiliar a formação de ligamentos que se rompem e formam gotículas atomizada produzindo partículas com a dimensão pretendida. pode ser montada uma taça rotativa num acesso inclinado, por exemplo, a um ângulo de 15 a 45° em relação à horizontal. A taça rotativa tem de preferência uma forma geralmente cônica, que se verificou conduzir a uma melhor distribuição do tamanho de partícula no produto, quando comparada com os produtos obtidos nos processos de redução de tamanho convencionais, e o processo de atomização da presente invenção pode ser conduzido de forma a restringir muito significativamente a proporção de partículas de produto que estão fora da gama de 10 a 120 micrometros que é a geralmente necessária para a aplicação electrostática de composições de revestimento em pó, evitando-se assim a necessidade de operações de classificação posteriores.


Num processo preferido, a atomização rotativa é efectuada com um copo ou taça rotativos e a mistura fundida é introduzida na taça ou copo, através de um bico que termina numa posição por baixo do nível do seu bordo superior para promover uma alimentação uniforme do líquido ao centro do copo ou da taça. Essa disposição revelou ser a que produz melhores resultados em termos da distribuição de tamanhos de partículas no produto final sólido e em termos



do aumento da proporção de partículas esféricas ou quase esféricas.

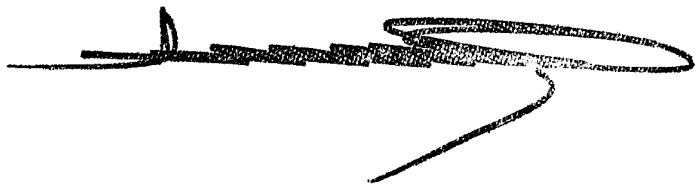
A atomização rotativa de acordo com a invenção pode ser auxiliada por um sopro gasoso (normalmente introduzido numa direcção paralela ao eixo de rotação do elemento rotativo) ou por acção electrostática.

O processo de atomização da invenção pode alternativamente ser efectuado pela designada atomização de dois fluidos em que um corrente gasosa de alta velocidade bate numa composição de revestimento em pó fundida viscosa para auxiliar a formação de uma película instável, divergente da composição, e assim a sua atomização. A corrente de alta velocidade é geralmente o ar mas, desde que a composição seja suficientemente resistente, pode ser o vapor para proporcionar um efeito de aquecimento auxiliar. Quando se utiliza o ar ou outro gás o efeito de arrefecimento da expansão do gás ao deixar o bico a altas velocidades será normalmente compensado por algum aquecimento adicional do ar ou do gás. A composição de revestimento em pó fundida pode sair sob a forma de um jacto de um orifício num fluxo gasoso de alta velocidade e a composição fundida pode fluir como película sobre uma superfície antes do gás bater nela. A direcção do fluxo gasoso pode ser essencialmente linear, o que resulta geralmente na formação de uma pulverização plana de gotículas atomizadas, ou o gás pode ter um movimento de turbilhonamento que resulta na formação de uma



polimerização cónica de gotículas atomizadas. Exemplos de atomizadores a dois fluidos são os que se representam nas Figuras 1g a 11 do documento "Effects of Airblast Atomiser Design upon Spray Quality" por A. K. Jasuja (artigo do AGARD pap CP-353). Tal como acima indicado, a atomização rotativa pode ser combinada com a atomização a dois fluidos, por exemplo a composição de polímero fundida pode bater num disco rotativo com ar de alta velocidade batendo na película fundida no bordo do disco, ou pode ser utilizado um dispositivo do tipo descrito no documento DE-A-3326831.


Numa forma ainda adicional do processo de acordo com a invenção a atomização é uma atomização ultra-sónica. A atomização ultra-sónica pode utilizar vibrações ou som de frequência de pelo menos 18 kHz, por exemplo 20 a 80 ou 100 kHz, especialmente 20-50 kHz. A composição de revestimento em pó fundida pode, por exemplo ser obrigada a fluir sobre a superfície de uma sonda transdutora ultra-sónica. Alternativamente, pode ser utilizada a atomização em sonda ultra-sónica em repouso e nesse caso a composição de revestimento em pó fundida é obrigada a fluir intervalo de ar ou gás entre um transdutor de vibração ultra-sónico ou um reflector ou dois tubos transdutores de vibração ultra-sónica opostos. O fundido é de preferência enviado à velocidade anti-nódo da sonda estacionária. Os atomizadores ultra-sónicos são descritos no documento "New Developments of Ultrasonic Atomisers" apresentado por L. Bendig em 4th



International Conference on Liquid Atomisation and Spray Systems realizada em Sendai, Japão, Agosto de 1988 (páginas 133 a 137 do documentos da Conferência). Em particular é descrito um atomizador de onda estacionária nas páginas 136 a 137 com referência às Figuras 11 e 11a. Os atomizadores de onda estacionária são também descritos nos documentos DE-C-2656330, DE-C-2842232 e EP-A-308600 e esse atomizadores podem ser utilizados no processo da invenção. Um atomizador de sopro de Hartmann ou atomizador ultra-sónico de fluido duplo utiliza um jacto de ar de alta velocidade que bate na extremidade aberta de uma pequena cavidade. As ondas de choque fortemente oscilantes são produzidas no espaço entre a cavidade e o bico produzindo o jacto de ar; a composição de revestimento em pó fundida é introduzida neste espaço.

Em relação ao tamanho de partícula do produto, os parâmetros relevantes dependerão em geral do processo de atomização utilizado. Assim, por exemplo, no caso de uma atomização rotativa a produção de partículas de tamanho de partícula mais pequena será em geral a favorecida pelo aumento da velocidade de rotação do elemento rotativo, diminuindo o caudal da composição fundida no atomizador, e aumentando o diâmetro do elemento rotativo.

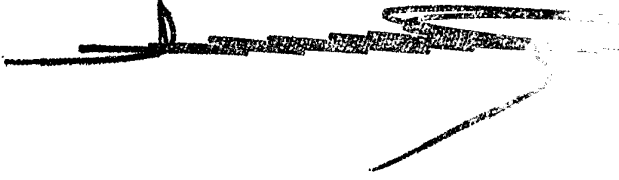
No caso da atomização ultra-sónica, os parâmetros relevantes que afectam o tamanho de partícula incluem o caudal da composição fundida, a densidade e a tensão superficial da composição fundida, e a frequência



acústica utilizada.

Em geral, é considerado que a atomização de pressão simples (por exemplo, utilizando um atomizador de jacto em turbilhão) não será a adequada para a utilização com substâncias termoendurecíveis fundidas de acordo com a invenção, e a fase de atomização do processo da invenção é preferivelmente conduzido de forma diferente dessa atomização. Isto acontece dado que esses atomizadores convencionais se baseiam essencialmente na produção de uma pulverização fina pela propulsão de um líquido a alta velocidade através de uma pequena abertura. Essas pequenas aberturas dos bicos são susceptíveis de danificação e bloqueamento por erosão, e essas desvantagens seriam especialmente graves no caso de uma composição de revestimento em pó termoendurecível fundida.

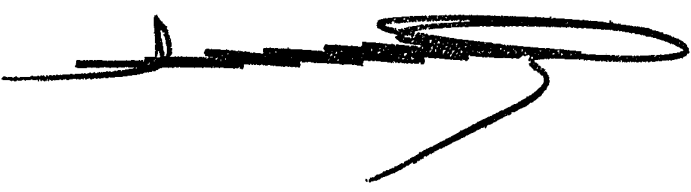
Logo que a composição tenha sido misturada em fundido, ela deve ser mantida no estado fundido continuamente até a atomização na forma de gotícula estar completa e não haverá, com vantagem, um arrefecimento intermédio. Além disso, para preparar a composição fundida para a atomização, será em geral necessário que ela sofra um aquecimento adicional para aumentar a sua temperatura acima da temperatura a que a composição abandona o dispositivo de mistura em fundido. Esse aquecimento adicional é de preferência efectuado de forma rápida e penetrante, por exemplo, rádio-frequências, energia de microondas ou vibracional. Quando o aquecimento é feito por



sistemas de condução mais convencionais os especialistas deverão considerar a vantagem do aumento do coeficiente de transferência térmica pelo aumento sempre que possível da área de contacto do permutador de calor e da turbulência do fluxo líquido por exemplo pela utilização de elementos de mistura estáticos. Este processo de aquecimento é de preferência aplicado à composição fundida imediatamente antes da atomização ou adicionalmente ou alternativamente dentro do próprio dispositivo de atomização tal como, por exemplo, por aquecimento do copo de um atomizador rotativo com ar quente, indução, infra-vermelhos ou por mais do que um destes sistemas. O objectivo do aquecimento adicional é de reduzir a viscosidade do fundido de modo a facilitar ou permitir a atomização, sem provocar ao mesmo tempo uma pré-reacção inaceitável da composição.

A viscosidade de uma composição de revestimento em pó termoendurecível à temperatura de extrusão normal pode ser de até 5000 poise, e será em geral necessário efectuar uma redução substancial na viscosidade antes da atomização. A viscosidade da mistura fundida imediatamente antes da atomização pode estar tipicamente na gama de 2 a 120 poise, com vantagem de 5 a 100 poise, de preferência de 5 a 50 poise, e mais especialmente de 5 a 30 poise.

A tensão superficial da mistura fundida imediatamente antes da atomização pode estar na gama de cerca de 20 a 75 dine.cm, por exemplo, 30 a 40 dine.cm. Em geral, dentro das gamas indicadas, uma tensão superficial




maior favorecerá a produção de partículas esféricas e quase esféricas, enquanto que uma tensão superficial menor tenderá a facilitar o próprio processo de atomização. Desta forma, existirá na prática um equilíbrio entre estes factores de conflito.

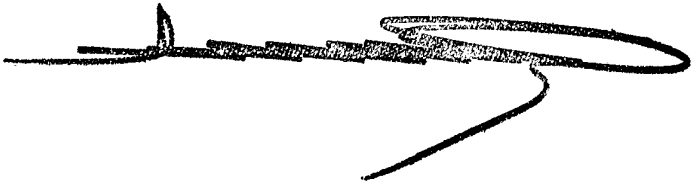
De modo a limitar a pré reacção indesejável a composição mista deixará tipicamente o dispositivo de mistura de fundido, por exemplo uma extrusora, a uma temperatura não superior a 160°C, por exemplo, na gama de 90 a 150°C embora a temperatura possa atingir 180°C no caso de certas composições, por exemplo, no caso de uma composição sem catalisadores. Em geral, a mistura fundida terá de ser aquecida a uma temperatura compreendida na gama de 100 a 300°C imediatamente antes da atomização, de preferência de 140 a 250°C, mais especialmente de 160 a 240°C. Em princípio, dentro das gamas de temperatura indicadas, é desejável que a composição fundida tenha uma temperatura tão elevada quanto possível imediatamente antes da atomização. Ao mesmo tempo é, contudo, essencial evitar a pré-reacção inaceitável da composição termoendurecível, e assim existe um equilíbrio entre a velocidade que se pode atingir do aumento da temperatura e o aquecimento máximo que pode na prática ser tolerado antes da atomização.

Deve notar-se que a gama de temperaturas utilizadas em qualquer caso particular dependerá principalmente da natureza da composição termoendurecível.

O tempo que leva a ocorrer o termoendurecimento




significativo da composição é uma função do processo de aquecimento e também varia com a composição química do polímero termoendurecível e do agente de reticulação (polimerização), e também de acordo com a presença ou ausência de qualquer catalisador. Como ilustração, no caso de um polímero com funções de ácido carboxílico utilizado com um agente de reticulação com funções epoxi, ocorre a reticulação significativa a 160°C após cerca de 20 segundos e a 200°C após cerca de 5 a 10 segundos. Como será óbvio para os especialistas, se ocorrer a reticulação em qualquer extensão considerável, o tempo de gelificação da composição obtida será correspondentemente reduzido, com os efeitos adversos consequentes na fluidez e propriedades de nivelamento e na degradação global da aparência de um revestimento formado pela composição por uma aplicação do revestimento em pó. Com o aumento da reticulação, o efeito no tempo de gelificação seria eventualmente de que a composição de produto não fosse encarada como adequada para a utilização em processos de aplicação de revestimentos em pó. Como indicação do que deve ser encarado como reticulação significativa, pode esperar-se que alguma deterioração na aparência visual do revestimento seja aparente se o tempo de gelificação diminuir de 20%, e que alguma degradação nas propriedades mecânicas do revestimento seja evidente se o tempo de gelificação diminuir de 40%, e que um material com um tempo de gelificação reduzido de 50% (quando comparado em cada caso



com o tempo de gelificação de um pó obtido da mesma composição convencional inicial por um processo de redução de tamanho convencional que não envolvam a atomização em fundido) seja por razões práticas não utilizável para aplicações de revestimentos em pó.

No processo da invenção, as gotículas atomizadas são obrigadas ou deixadas arrefecer para formarem partículas em pó sólidas. Para minimizar a aderência das partículas a qualquer superfície do dispositivo, a temperatura das partículas atomizadas é, de preferência, reduzida para uma temperatura inferior ao ponto de amaciamento da composição polimérica (tipicamente 50°C ou inferior) antes das partículas encontrarem qualquer dessas superfícies.

Como exemplo, a taxa de arrefecimento pode ser tal que as partículas atomizadas arrefeçam para a temperatura ambiente dentro de 0,5 segundos após a sua formação. Embora seja preferível uma velocidade relativamente rápida de arrefecimento de modo a permitir utilizar um recipiente de recolha mais pequeno, é também importante que a velocidade de arrefecimento não seja muito elevada, senão haverá uma maior tendência para as gotículas atomizadas terem uma forma acicular em vez de uma forma esférica. Por esta razão, pode ser vantajoso colocar o material que sofre a atomização exposto a uma zona de ar ou outro gás quente, com o objectivo de proporcionar um período de relaxação em que a composição, embora arrefecendo, seja ainda mantida na forma fundida. A



temperatura da introdução desse gás no recipiente de atomização pode estar na gama de 150 a 350°C, por exemplo, 200 a 250°C.

A velocidade da introdução desse gás quente no recipiente de atomização deve preferivelmente ser escolhida de forma a aproximar-se geralmente da velocidade de voo das gotículas atomizadas, com o objectivo de arrastar as gotículas embora se minimizem os efeitos de arrastamento das gotículas o que pode afectar prejudicialmente a forma das partículas do produto. Assim, por exemplo, a velocidade do gás pode ser tipicamente de 5 a 10 metros por segundo no estabelecimento de formação de gotículas (isto é, á periferia do elemento rotativo no caso de uma atomização rotativa) e desacelerando para cerca de 1 metro por segundo na extremidade da zona de relaxação.

A zona de relaxação tal como acima descrita pode ser obtida por introdução de um gás quente de modo a incidir no material desintegrante produzido pelo atomizador ao longo da direcção do voo das partículas. Assim, por exemplo, no caso de um atomizador rotativo, é com vantagem fornecido ar quente da parte superior e também na parte inferior por cima do plano do atomizador, de modo a que o fluxo resultante de gás quente seja geralmente ao longo da referida direcção.

Nos processos de atomização que envolvem uma corrente de ar ou já de alta velocidade em que uma rápida expansão provoca um efeito de arrefecimento, pode ser



necessário proporcionar um aquecimento adicional para controlar a taxa de arrefecimento das gotículas produzidas. Em outros processo de atomização uma corrente de um fluido de arrefecimento pode contactar com as gotículas de atomização antes de elas serem recolhidas. O fluido de refrigeração pode ser gasoso ou líquido (por exemplo, a água) mas é convenientemente o ar. As partículas formadas podem, por exemplo, ser recolhidas num tapete rolante ou podem cair num recipiente. Este recipiente pode ser a embalagem em que o revestimento em pó é vendido. Alternativamente, as partículas de revestimento em pó podem ser produzidas sob a forma de um fluxo fluidizado no ar que passa para um separador como por exemplo um separador de tipo ciclone ou para um sistema de filtração tal como, por exemplo, uma designada por "câmara de recolha" para recuperar o produto.

Serão agora descritas várias formas de processos de acordo com a invenção, como exemplo, com referência aos desenhos anexos, nos quais:

A Figura 1 é uma secção em diagrama de um dispositivo para efectuar um processo de acordo com a invenção;

A Figura 2 é uma secção de uma forma de atomizador de tipo taça rotativa para a utilização no dispositivo da Figura 1;

A Figura 3 é uma secção de uma forma alternativa de atomizador em taça rotativa adequado para a utilização



no dispositivo da Figura 1; e

A Figura 4 é uma secção, parcialmente em forma de diagrama, de um dispositivo que inclui uma forma modificada de um atomizador provido com uma admissão adicional de ar quente.

O dispositivo da Figura 1 consiste geralmente de uma extrusora 1 que alimenta um atomizador 2 montado numa câmara de atomização 3.


Os ingredientes da composição de revestimento em pó, isto é o polímero termoendurecível, o agente de reticulação e qualquer pigmento e outros aditivos, são pré-misturados e carregados na tremonha de alimentação 11. A tremonha 11 alimenta a extrusora 1 que tem um parafuso 12 actuado pelo motor 13. A extrusora tem uma camisa de aquecimento 14 para controlar a temperatura da composição polimérica na extrusora a uma temperatura a que o polímero é amolecido mas não polimerizado, tipicamente a uma temperatura dentro da gama de 90 a 180°C, dependendo da composição. A composição de polímero é bem misturada pelo parafuso 12 e é extrudida através da matriz 15 para um tubo de alimentação 16 que conduz ao atomizador 2.

O tubo de alimentação 16 passa através do aquecedor 17 em que a composição do polímero é rapidamente aquecida, por exemplo por circulação de ar quente ou por aquecimento por rádio-frequências ou microondas. A temperatura da composição de polímero à saída do aquecedor 17 pode ser por exemplo de 160 a 250°C.



O atomizador 2 está montado dentro da câmara 3. O atomizador 2 pode por exemplo ser um atomizador de tipo de taça rotativa como por exemplo a que se mostra na Figura 2 ou na Figura 3 ou pode ser por exemplo um atomizador ultra-sónico de ondas estacionárias tal como o descrito nas patentes DE-C-2842232 ou EP-A-308600 ou um atomizador de dois fluidos alimentado com ar quente. O tubo de alimentação 16 termina num bico ou numa série de bicos adequados para o atomizador utilizado. É introduzido ar quente através da admissão 21 na parte central 22 da câmara 3 de forma a que o tubo de alimentação 16 seja rodeado por ar quente à medida que entra na câmara 3 para evitar o arrefecimento prematuro da composição de polímero quer antes quer depois da atomização. É introduzido ar frio através de uma admissão 23 para a parte periférica 24 da câmara 3. É colocado um peneiro 25 através da câmara 3 por cima do nível do atomizador 2 para auxiliar a distribuição regular de ar quente na parte central 22 da câmara 3 e a distribuição regular de ar frio em torno da parte periférica 24 da câmara 3. Um ecran que se estende circunferencialmente 26 evita que o fluxo de ar frio da admissão 23 incida directamente no tubo de alimentação 16 ou no atomizador 2.

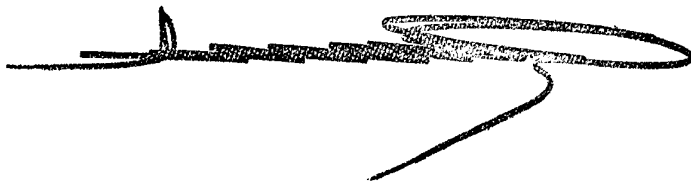
A composição de polímero fundida é atomizada no atomizador 2. Quando se utiliza um atomizador de tipo taça rotativa as gotículas atomizadas resultantes são retiradas de dentro da câmara 3. Após um período de relaxação da



temperatura inicial enquanto as gotículas permanecem sob a influência da cortina de ar quente da parte central 22, as gotículas solidificam rapidamente para formarem partículas da composição de revestimento em pó e encontram o jacto de ar frio que entra na parte periférica 24 da câmara 3. As partículas são arrastadas para baixo na corrente de ar para a saída 27 na base da câmara 3.

Quando é utilizado um atomizador ultra-sónico de ondas estacionárias ele é geralmente colocado de forma a que o campo ultra-sónico seja essencialmente horizontal. As gotículas atomizadas são projectadas em todas as direcções normais ao campo ultra-sónico, incluindo a direcção ascendente. O ar é preferivelmente soprado para baixo na região das ondas estacionárias ultra-sónicas para arrastar as gotículas atomizadas para baixo na direcção da saída 27 da câmara 3.

Quando é utilizado um atomizador de dois fluidos com ar como fluido de atomização é preferível utilizar mais ar para arrefecer as gotículas e transportar o produto na direcção da saída 27 da câmara de atomização 3. Quando é utilizado vapor como fluido de atomização num atomizador de dois fluidos pode ser dispersada água em torno da parte periférica 24 da câmara 3. Alternativamente, ou em ligação com essa pulverização de água, pode ser deixada cair água sob a forma de uma película sobre a superfície interna da câmara 3 de modo a recolher e transportar as partículas de produto na direcção da saída 27.



A saída 27 da câmara 3 conduz através da conduta 31 a um separador 32, por exemplo um separador de ciclone cónico. No separador 32 as partículas da composição em pó de revestimento são separadas do caudal de ar. As partículas da composição de revestimento em pó passam na direcção descendente para a saída 33 controlada pela válvula 34 no final do separador 32. A saída 33 pode alimentar directamente embalagens de composição de revestimento em pó na zona de recolha de produto 35 ou pode alimentar uma tremonha para a embalagem posterior do produto. O ar passa para cima para a saída superior 36 do separador 32. O fluxo de ar do separador pode ser auxiliado por um ventilador 37. A saída do ventilador 37 conduz a um saco de filtro 38 que remove quaisquer partículas da composição de revestimento em pó transportadas pelo fluxo de ar através da saída 36. O ar passa através do saco de filtro 38 para a atmosfera ambiente.

Nos casos em que são utilizados vapor e água da forma acima descrita, o produto da câmara 3 terá a forma de uma suspensão e as partículas de produto serão recuperadas pela utilização de tanques de sedimentação, hidrociclones, filtração, e/ou secagem como adequado.

O atomizador da Figura 2 compreende uma taça 41 montada numa vareta rotativa 42. A taça 41 tem uma base plana 43, por exemplo com um diâmetro de cerca de 18 mm, e uma parede lateral côncava 44 com uma altura de cerca de 25 mm com um lábio superior 45 com um diâmetro de, por



exemplo, cerca de 30 mm. O tubo de alimentação 16 que sai da extrusora 1 (Fig. 1) termina num bico 46 de forma geralmente cônica aplanada na sua ponta 47 e possuindo um orifício de saída 48. O bico 46 está montado de forma a que o seu orifício 48 esteja por baixo do lábio 45 da taça 41 mas com uma folga de, por exemplo, 15 mm entre a ponta do bico 46 e a base 43 da taça 41.

O atomizador da Figura 3 compreende uma taça 51 montada numa haste rotativa 42. A taça 51 tem uma forma cônica, por exemplo com uma profundidade interna de cerca de 20 mm e um diâmetro no rebordo 52 de cerca de 35 mm. O bico 54 na extremidade do tubo de alimentação 16 para a utilização com a taça 51 tem a forma cônica e tem um ângulo de cone semelhante à taça 52 de forma a que a face do bico 54 é essencialmente paralela às paredes laterais 53 da taça 51. O bico 54 está posicionado com o seu orifício de saída 56 por baixo do rebordo 52 da taça 51. A ponta do bico 54 pode, por exemplo estar a cerca de 7 mm da extremidade da taça 51.

A velocidade de rotação da taça 41 ou 51 no dispositivo da Figura 2 ou Figura 3 pode, por exemplo, estar na gama de 5000 a 30000 rpm.

Referindo à Figura 4 dos desenhos anexos, o dispositivo compreende um atomizador de taça rotativa 441 montado numa câmara 442 provida com uma tampa de isolamento 443 e uma janela de inspeção 444.

A câmara 442 tem uma admissão de ar quente



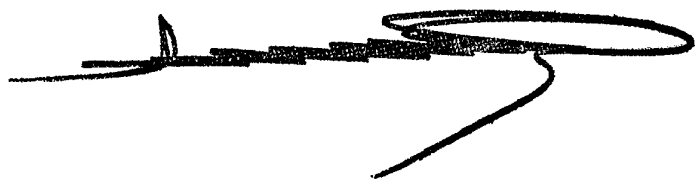
superior 445, uma admissão de ar quente inferior 446, e uma admissão de ar frio que se estende perifericamente 447.

O atomizador de taça rotativa 441 tem a forma invertida e é feito rodar por meio de um motor 448 actuado por ar comprimido. O atomizador e o motor estão montados num suporte 449, que também suporta uma placa anelar 450 que é formada por um material termicamente isolante e que tem uma parte cónica truncada 451 dependendo centralmente dela.

Durante a operação, a composição de revestimento em pó termoendurecível fundida (preparada, por exemplo, numa extrusora) é feita passar ao longo de um tubo de alimentação 452 para um bico 453. O tubo de alimentação pode ser provido com um aquecedor (não representados) , por exemplo, um aquecedor de fita, e existem outros sistemas de aquecimento adicional (não representado) dispostos de forma a actuar a montante do bico 453.

A admissão de ar quente superior 445 tem uma abertura para uma válvula que rodeia o bico 453. O ar quente introduzido desta forma serve para aquecer a taça atomizadora bem como para ajudar a proporcionar uma zona de relaxação de temperaturas tal como anteriormente descrita.

A admissão de ar quente inferior 446 tem uma abertura para a parte cónica truncada 451 que rodeia a taça rotativa cónica 441. O ar quente introduzido desta forma serve para aquecer a taça atomizadora bem como para ajudar a proporcionar uma zona de relaxação de temperatura tal



como acima descrito.

Durante o serviço, a atomização da composição de revestimento tem lugar por energia centrífuga a e imediatamente a seguir à periferia da taça rotativa 441. As gotículas atomizadas assim obtidas são enviadas para o exterior através da placa anelar 450 e são expostas imediatamente ao fluxo de ar quente da admissão de ar quente inferior 446. O resultado é formar-se uma zona de relaxação de temperatura através da placa anelar 450, limitando assim a velocidade de arrefecimento das gotículas atomizadas antes delas encontrarem o ar frio da admissão 447. O efeito da zona de relaxação é aumentar o carácter esférico das partículas de produto.

As partículas de produto foram arrefecidas até uma temperatura inferior à temperatura de amolecimento antes delas incidirem na parede da câmara 442, e abandonam a câmara pela saída 454 para manuseamento posterior da forma descrita em referência à Figura 1.

A seguinte série de experiências ilustra o princípio do processo da invenção:

Foi efectuada uma série de experiências na atomização de um poliéster com funções de ácido carboxílico pigmentado com um ponto de fusão de cerca de 120°C e um valor de Tg de 60°C utilizando o dispositivo representado nas Figuras 1 a 3. A composição de poliéster foi extrudida a uma temperatura de saída de 150°C. A câmara 17 que rodeia o tubo de alimentação 16 foi aquecida por ar a uma



temperatura de 250°C. A temperatura da composição de poliéster após abandonar a câmara de aquecimento 17 era de cerca de 200°C. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela seguinte:


| | | | | |
|---|-------|-------|-------|-------|
| Tipo de taça utilizada | Fig.2 | Fig.2 | Fig.3 | Fig.4 |
| Tipo de bico utilizado | Fig.3 | Fig.2 | Fig.3 | Fig.3 |
| Velocidade da taça (rpm) | 10000 | 10000 | 10000 | 10000 |
| Composição de polímero | | | | |
| Caudal (g/min) | 6,5 | 6,5 | 6,5 | 2,6 |
| % de partículas esferas (razão de aspecto inferior a 2:1) | 70 | 85 | 65 | >95 |
| Diâmetro médio das partículas (micrometros) | 85 | 75 | 85 | 75 |
| Diâmetro máximo das partículas (micrometros) | 150 | 130 | 190 | 125 |
| Diâmetro mínimo das partículas (micrometros) | 45 | 25 | 25 | 30 |

Os Exemplos seguintes ilustram o processo da invenção.

Nas seguintes composições todas as percentagens são em peso:

Composição A [AM D-3 e AM D-5] -

Híbrido Poliéster/Epoxi



| | |
|--|-------|
| DIOXIDO DE TITÂNIO (Pigmento) | 20,6% |
| BRANCO FIXO (Extensor) | 18,2% |
| MICROCARB 40* | 2,0% |
| RESINA DE POLIÉSTER COM FUNÇÕES CARBOXI (Valor Acido 33-35) | 42,3% |
| RESINA EPOXI DER 671 ** | 16,3% |
| CERA | 0,3% |
| BENZOINA (agente de desgasagem) | 0,3% |

* MICROCARB 40 é um extensor de carbonato de cálcio

** DER 671 é uma resina de bisfenol-A/epiclorohidrina
epoxi

Composição B [AM D-6] - EPOXI

| | |
|---------------------------------|-------|
| DIOXIDO DE TITÂNIO (Pigmento) | 35,0% |
| DOW DER642U RESINA DE EPOXI* | 61,2% |
| AUXILIAR DE FLUIDEZ BYK 360P | 0,4% |
| RECTICULADOR DEH 40** | 3,1% |
| BENZOINA (agente de desgasagem) | 0,3% |

* DER 642U é uma resina de bisfenol-A epoxi/novolak

** DEH 40 é um agente de cura de epoxi

Composição C [AM D-7] - Poliéster/Isocianato

| | |
|---|-------|
| DIOXIDO DE TITÂNIO (Pigmento) | 33,0% |
| POLIÉSTER COM FUNÇÕES HIDROXI (Núcleo de hidroxilo: 38-45) | 53,1% |
| VESTAGEN B 1530 (Agente de cura)* | 13,3% |
| BYK 630P (Flow aid) | 0,4% |

Foi introduzido ar quente através da admissão superior de ar 445 e da admissão inferior 446 às temperaturas que se mostram na Tabela 1.

O produto em pó foi analisado por técnicas convencionais e os resultados obtidos são os apresentados na Tabela 2 seguinte.

Tabela 1

| Exp. No. | Compo- sição | Temperatura do ar | | Rotação de taça x 1000 | Taxa de alimentação Kg/h | temperatura de alimentação °C |
|----------|-----------------|-------------------|----------------|------------------------------|--------------------------------|-------------------------------------|
| | | superior °C | inferior °C | | | |
| 1,1 | A | 200 | 200 | 12 | 1,0 | 200 |
| 1,2 | A | 250 | 250 | 12 | 1,0 | 210 |
| 2,1 | A | 250 | 180 | 15 | 1,0 | 230 |
| 2,2 | A | 250 | 230 | 15 | 3,0 | 210 |
| 3,1 | B | 205 | 202 | 15,5 | 2,0 | 160 |
| 3,2 | B | 190 | 190 | 15 | 3,0 | 160 |
| 4,1 | C | 190 | 125 | 14,7 | 3,0 | 210 |
| 4,2 | C | 235 | 235 | 14,8 | 3,0 | 210 |
| 5,1 | D | 214 | 210 | 15 | 2,0 | 190 |
| 5,2 | D | 230 | 238 | 15 | 3,0 | 210 |

Para proporcionar uma base de comparação, a Tabela 2 também mostra (marcado com "S") os resultados das mesmas análises conduzidas em composições de revestimento em pó correspondentes às composições A a D mas preparadas por procedimentos de micronização convencionais.

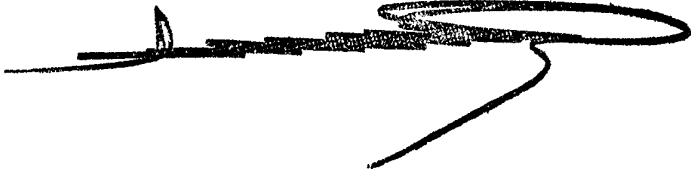


Tabela 2

| Exp. No. | Composição | Tamanho | | Tempo de Gelificação | Fluxo de Brilho | Brilho (60°) |
|----------|------------|-------------|------------|-------------------------|--------------------|-----------------|
| | | médias | partículas | | | |
| | | Micrometros | de Tg | Segundos | mm | % |
| 1s | A | 38,1 | 49,1 | 156 | 66 | 85 |
| 1,1 | A | 64,6 | 51,3 | 162 | 44 | 87 |
| 1,2 | A | 66,3 | 51,1 | 143 | 47 | 84 |
| 2s | A | 38,1 | 49,1 | 156 | 66 | 85 |
| 2,1 | A | 64,1 | 45,2 | 148 | 47 | 88 |
| 2,2 | A | 70,0 | 44,1 | 151 | 57 | 87 |
| 3s | B | 34,3 | 49,2 | 11 | 55 | 86 |
| 3,1 | B | 70,5 | 55,4 | 2 | 9 | 48 |
| 3,2 | B | 73,0 | 53,4 | 13 | 53 | 87 |
| 4s | C | 35,8 | 43,5 | 133 | 77 | 80 |
| 4,1 | C | 83,0 | 50,7 | 142 | 73 | 79 |
| 4,2 | C | 73,2 | 42,5 | 138 | 68 | 75 |
| 5s | D | 37,2 | 61,7 | 88 | 103 | 82 |
| 5,1 | D | 63,8 | 60,2 | 83 | 61 | 52 |
| 5,2 | D | 55,5 | 61,7 | 80 | 102 | 90 |

III. Técnicas analíticas

(a) Tamanho de partícula

Os dados de tamanho de partícula são baseados nas observações feitas utilizando um analisador de tamanhos de partículas Galai Cis-1 utilizando um tensioactivo e ultra-sons para a dispersão da amostra em água.



(b) Tg

Os dados de Tg (temperatura de transição vítrea) são baseados em observações feitas utilizando um calorímetro de varrimento diferencial de Du Pont 910 com um termo analizador de Du Pont 2000.

(c) Tempo de gelificação

O tempo de gelificação é o tempo que o produto leva a tornar-se um sólido elástico quando aquecido a 200°C.

(d) Fluidez de agregados

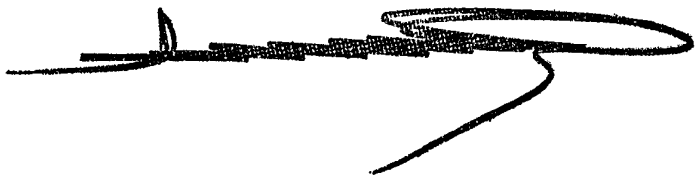
Para este ensaio é preparado um agregado com um volume de 0,47 ml a partir da composição do produto e ele colocado sob pressão numa placa metálica inclinada a um ângulo de 60°C. A placa contendo o agregado é em seguida aquecida num forno a 150°C durante 30 minutos, e é medida em mm a distancia que a composição flui ao longo da placa durante esse tempo.

(e) Brilho a 60°

Os dados de brilho a 60° são baseados em observações utilizando um Reflectómetro de Labor.

IV. Discussão

Em termos dos vários parâmetros importantes, e em especial o tempo de gelificação, os resultados apresentados na Tabela 2 mostram, com a exceção da Experiência 3.1, que o produto das composições obtidas pelos processos de atomização de fundido de acordo com a invenção são aceitáveis para a utilização em processos de



aplicação de revestimentos em pó.

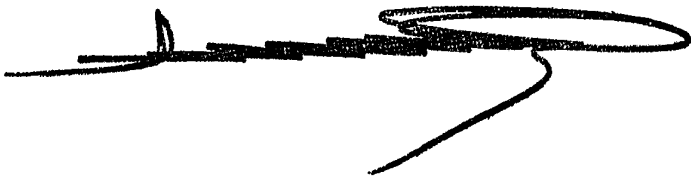
Após resultado insatisfatório obtido na Experiência 3.1, foram variadas as condições do processo, e na Experiência 3.2 foi reduzida a temperatura do ar e foi aumentada a velocidade de alimentação do material fundido para o dispositivo de atomização, reduzindo assim o tempo de residência do material no dispositivo e a entrega térmica total do material durante o processo. Como resultado de serem tomadas estas medidas de acordo com a informação geral acima dada no que se refere à prática da presente invenção, pode observar-se que foi obtido um produto satisfatório utilizando a mesma composição da Experiência 3.1.

V. Estudos de Peso molecular - cromatografia de permeação de gel

Na Tabela 3 seguinte é mostrado o peso molecular médio em número (Mn) o peso molecular médio em peso (Mp), o peso molecular médio em volume (Mz) e o factor de dispersão (fracção de Mp:Mn) determinado por cromatografia de permeação de gel para os produtos das Experiências 2.1 e 2.2 acima descritas juntamente com os dados correspondentes para o material de comparação convencional (designada por "2s") da mesma composição.

Tabela 3

| <u>Experiência</u> <u>No.</u> | Mn | Mw | Mz | Dispersividade |
|----------------------------------|------|------|-------|----------------|
| 2s | 1483 | 7753 | 18614 | 5,3 |



| | | | | |
|-----|------|------|-------|-----|
| 2,1 | 1283 | 7773 | 18130 | 6,1 |
| 2,2 | 1446 | 7881 | 20120 | 5,5 |

É considerado que, dentro dos limites do erro experimental, os valores apresentados na Tabela 3 não mostram uma variação significativa nos pesos moleculares entre o produto convencional de comparação e os produtos correspondentes obtidos pelo processo de atomização do fundido da invenção.

VI. Avaliação da forma das partículas

As Fig. 5 e 6 dos desenhos anexos reproduzem respectivamente micrografias electrónicas de uma amostra do produto da Experiência 1.1 de acordo com a invenção e do material de comparação convencional correspondente (designado por "1s").

É evidente a partir das micrografias electrónicas que o produto obtido de acordo a invenção (Experiência 1.1, Fig. 5) revela um teor muito reduzido de partículas finas e uma distribuição de tamanhos mais pequena em geral, quando comparado com o produto de comparação convencional obtido por um processo de redução de tamanho convencional, e também contém uma elevada proporção de partículas com uma forma redonda.

REIVINDICAÇÕES



-1ª-

Processo para a preparação de uma composição de revestimento em pó termoendurecível, caracterizado por se formar uma mistura fundida de um polímero formador de película contendo grupos funcionais reactivos, um agente de polimerização para o referido polímero e opcionalmente um ou mais agentes corantes, atomizar-se o fundido resultante sob a forma de gotículas, fazer-se com que ou permitir-se que as gotículas atomizadas arrefeçam para formarem partículas sólidas em pó, sendo as condições controladas de forma a evitar a polimerização significativa da composição durante o processo, sendo a composição obtida adequada para aplicação sob a forma de um revestimento em pó.

Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado por o fundido ser atomizado por atomização rotativa.

-3ª-

Processo de acordo com a reivindicação 2 caracterizado por a atomização rotativa ser efectuada com a utilização de uma taça rotativa com uma forma geralmente cónica.

-4ª-

Processo de acordo com as reivindicações 2 ou 3 caracterizado por a atomização rotativa ser efectuada com uma taça ou copo rotativo, e a mistura fundida ser introduzida na taça ou no vaso através de um bico que termina numa posição por baixo do nível do seu rebordo superior.



-5ª-

Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado por o fundido ser atomizado por uma atomização de dois fluidos.

-6ª-

Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado por o fundido ser atomizado por atomização ultra-sónica, de preferência por atomização com ondas ultra-sónicas estacionárias.

-7ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 7 a 6 caracterizado por o material que sofre a atomização ser exposto a uma corrente de um gás quente, de preferência o ar.

-8ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 7 caracterizado por se fazer incidir uma ou mais correntes de gás quente, de preferência o ar, com o material que sofre a atomização ao longo da direcção do caudal de gotículas.

-9ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 8 caracterizado por após fusão mistura a composição ser mantida no estado fundido continuamente até estar completa a atomização em forma de gotículas.

-10ª-

Processo de acordo com a reivindicação 9



caracterizado por a composição fundida não arrefecer muito entre as fases de fusão mistura e atomização.

-11ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 10 caracterizado por a composição fundida ser submetida a um aquecimento adicional imediatamente antes da atomização.

-12ª-

Processo de acordo com a reivindicação 11 caracterizado por o referido aquecimento adicional ser efectuado por absorção de energia de rádio-frequências, microondas ou vibracional.

-13ª-

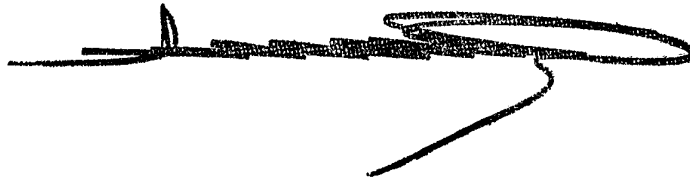
Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 12 caracterizado por a temperatura da composição fundida imediatamente antes da atomização se encontrar na gama compreendida entre 140 e 250°C, de preferência entre 160 e 240°C.

-14ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 13 caracterizado por a composição ser fundida misturada numa extrusora.

-15ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 14 caracterizado por a temperatura da composição fundida que abandona o dispositivo de fusão mistura não exceder 160°C.



-16ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 15 caracterizado por se injectar um catalisador para a reacção de polimerização directamente no atomizador, de forma a ser misturado com o polímero fundido formador de película antes do estabelecimento da formação de gotículas.

-17ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 16 caracterizado por pelo menos uma parte do agente de polimerização ser injectado directamente no atomizador de forma a ser misturado com o polímero fundido formador de película antes do estabelecimento da formação de gotículas.

-18ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 17 caracterizado por o polímero formador de película ser escolhido de entre resinas de poliéster com função carboxi, resinas de poliéster com função hidroxí, resinas de epoxi, e resinas acrílicas funcionais.

-19ª-

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 18 caracterizado por o agente de polimerização ser ele próprio um material polimérico.

-21ª-

Processo para a obtenção de um revestimento num substrato, caracterizado por se aplicar uma composição de revestimento em pó, quando preparada de acordo com qualquer

das reivindicações 1 a 19, ao substrato por um método conhecido e aquecer-se a composição até fundir as partículas e polimerizar o revestimento.

A requerente reivindica a prioridade do pedido britânico apresentado em 2 de Julho de 1990, sob o n.º. 90.14646.5.

Lisboa, 2 de Julho de 1991

A large, stylized handwritten signature in black ink, consisting of several overlapping loops and a long horizontal stroke.



"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO EM PÓ TERMOENDURECÍVEL"

RESUMO

A invenção refere-se a um processo para a preparação de uma composição de revestimento em pó termoendurecível, que compreende formar-se uma mistura fundida de um polímero formador de película contendo grupos funcionais reactivos, um agente de polimerização para o referido polímero e opcionalmente um ou mais agentes corantes, atomizar-se o fundido resultante sob a forma de gotículas, fazer-se com que ou permitir-se que as gotículas atomizadas arrefeçam para formarem partículas sólidas em pó, sendo as condições controladas de forma a evitar a polimerização significativa da composição durante o processo, sendo a composição obtida adequada para aplicação sob a forma de um revestimento em pó.

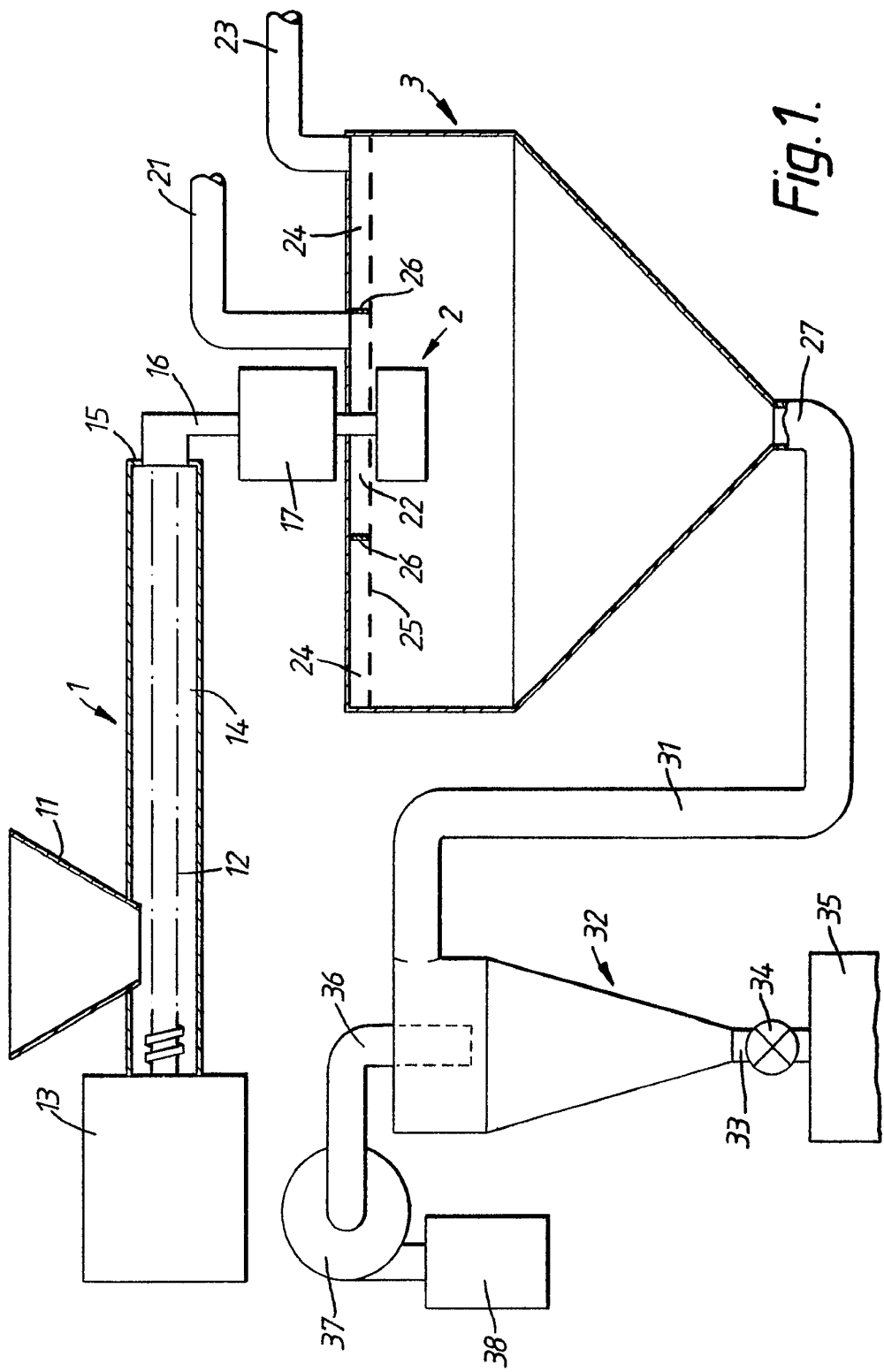
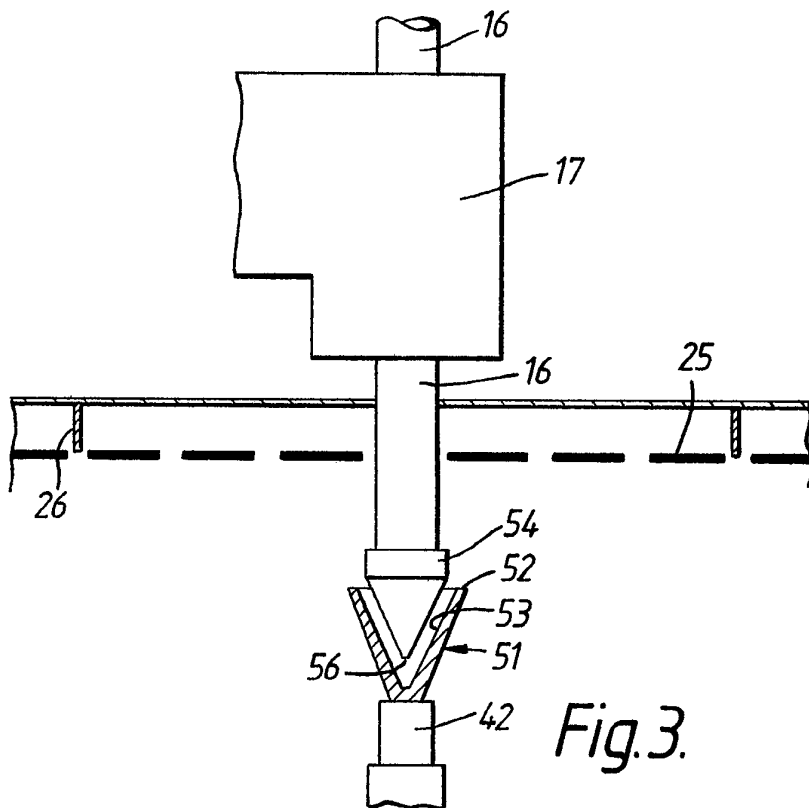
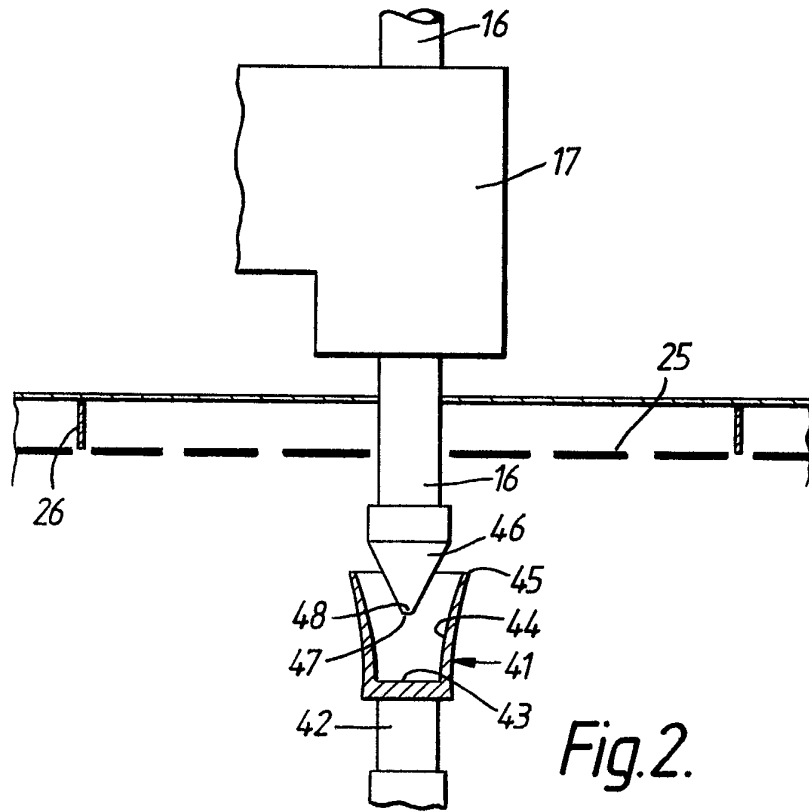


Fig. 1.





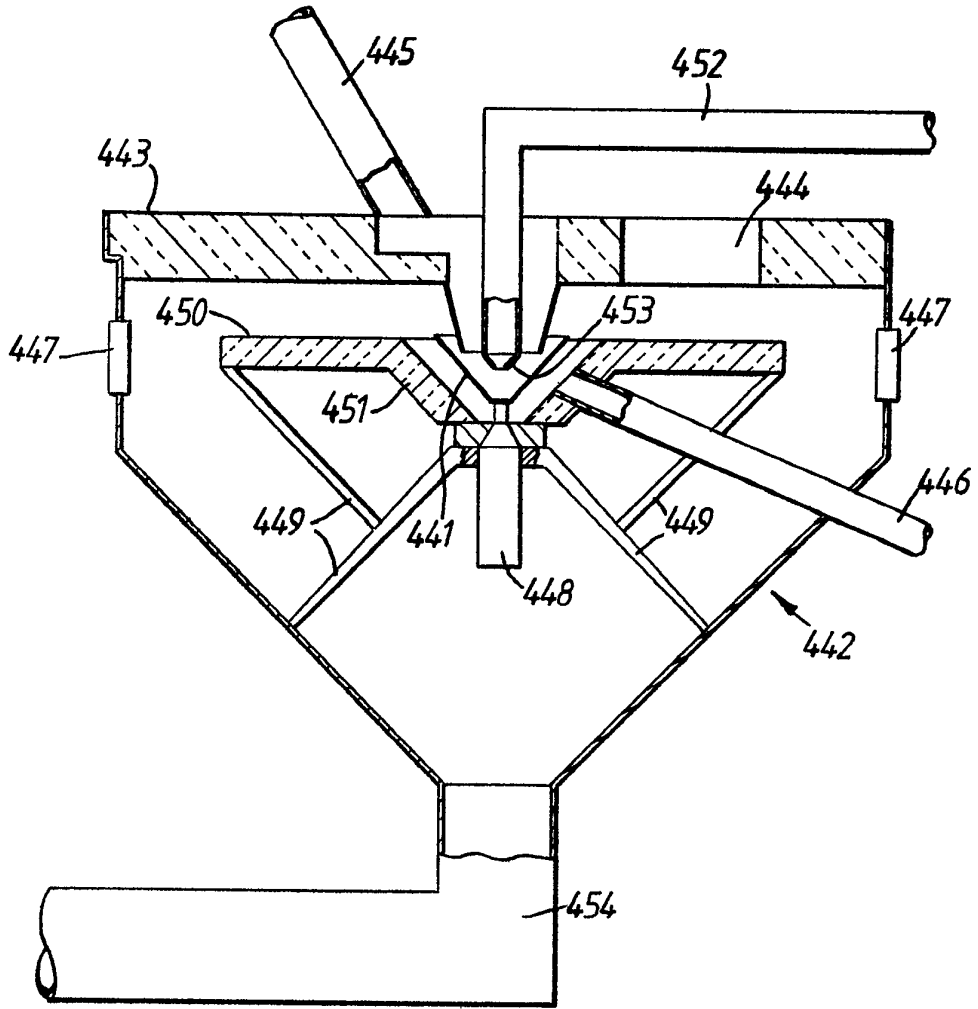


Fig. 4.



Fig. 5



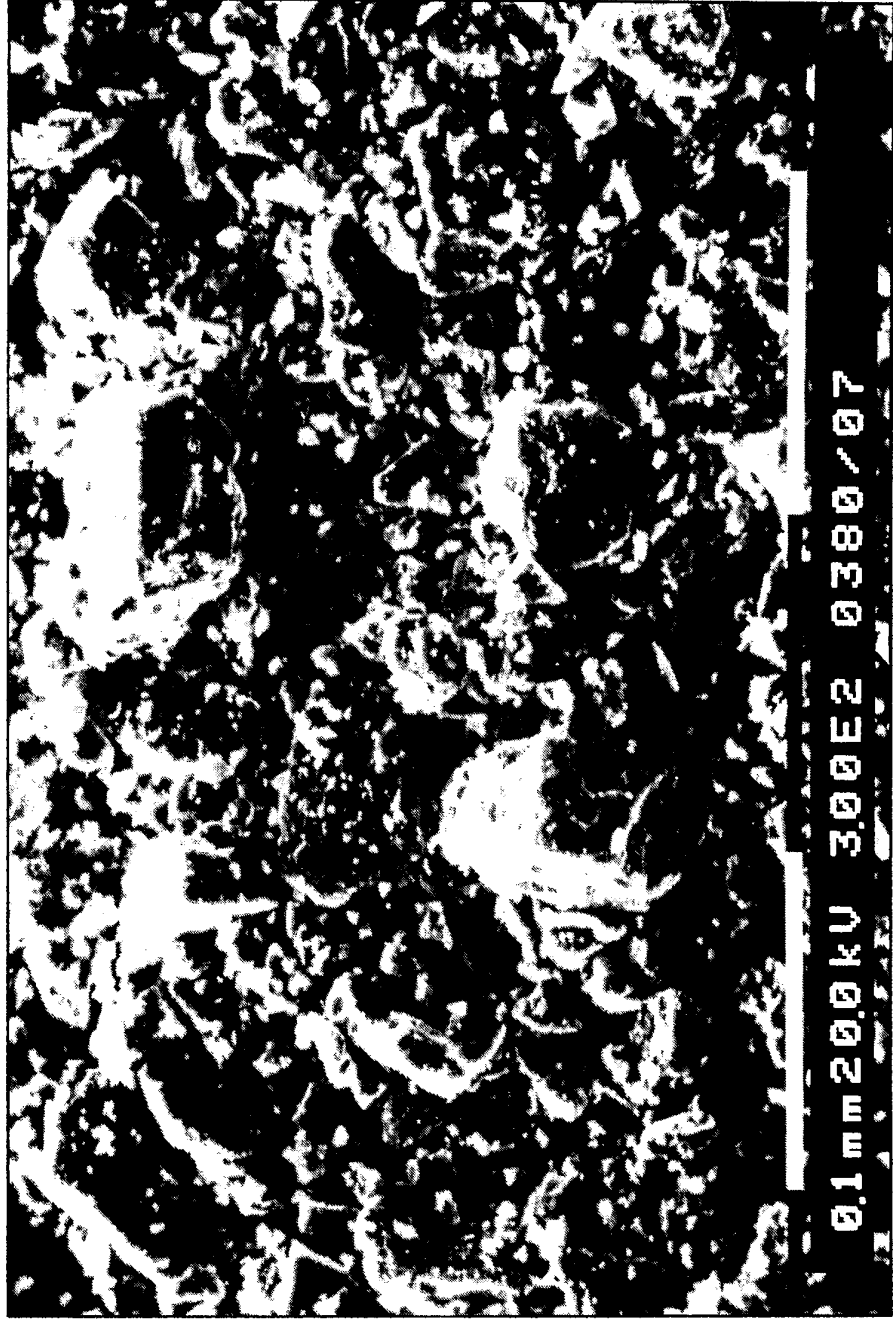


Fig. 6.

A handwritten signature or scribble in black ink, located at the top of the page. It consists of a series of connected, somewhat fluid lines, possibly representing a name or a set of initials.