



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 117 780**

51 Int. Cl.:
C09D 5/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

86 Número de solicitud europea: **94902758 .5**

86 Fecha de presentación : **10.12.1993**

87 Número de publicación de la solicitud: **0675926**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **11.10.1995**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de lacas de inmersión electroforética.**

30 Prioridad: **24.12.1992 DE 4244209**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **16.08.1998**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **01.05.2007**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **01.05.2007**

73 Titular/es: **BASF Coatings Aktiengesellschaft
Glasuritstrasse 1
48165 Münster, DE**

72 Inventor/es: **Eckert, Karin;
Buder, Uwe;
Piontek, Susanne;
Neumann, Margret y
Heimann, Ulrich**

74 Agente: **Gil Vega, Víctor**

ES 2 117 780 T5

ES 2 117 780 T5

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de lacas de inmersión electroforética

5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de lacas acuosas de electroinmersión y a un procedimiento para el revestimiento de sustratos electroconductores, donde

- (1) se sumerge el sustrato en una laca acuosa de electroinmersión precipitable catódicamente
- 10 (2) se conecta el sustrato como cátodo
- (3) mediante corriente continua precipita sobre el sustrato una película
- (4) se extrae el sustrato revestido de la laca de electroinmersión y
- 15 (5) se ahorna la película de laca precipitada.

Las lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente y el procedimiento arriba descrito para el revestimiento de sustratos electroconductores son ya conocidos (véanse, por ejemplo, los documentos EP-B-301 293, DE-A-35 18 732, DE-A-35 18 770, EP-A-4090, EP-A-12 463, EP-A-262 069, US-A-3.799.854, US-A-4.031.050, US-A-4.252.703, US-A-4.332.711, DE-A-31 08 073, DE-A-27 01 002, EP-A-59 895, DE-A-31 03 642 y DE-A-32 15 891). El lacado catódico por electroinmersión con lacas acuosas de inmersión electroforética precipitables catódicamente se ha impuesto como procedimiento para el lacado automático de mercancías de gran peso, especialmente de carrocerías de automóviles. Las ventajas del lacado por electroinmersión con lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente consisten, por ejemplo, en que no son contaminantes (agua como disolvente), en el muy alto rendimiento de material y en la gran fiabilidad con una automatización muy amplia de las instalaciones.

La presente invención tiene el objetivo de poner a disposición un nuevo procedimiento para la preparación de lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente que proporcionen lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente que proporcionan capas de laca con propiedades mejoradas, especialmente en lo que se refiere a la configuración de las marcas de lágrimas (runouts, boilouts), sensibilidad a las gotas de agua y formación de puentes (bridging).

Pueden formarse marcas de lágrimas molestas si durante el proceso de ahornado sale laca de electroinmersión, por ejemplo, de algunas juntas y escurre sobre la superficie revestida. En los sustratos de forma complicadas (por ejemplo chapas en forma de V), la laca de electroinmersión que se sale puede solidificarse en forma de puentes. En este caso se producen molestas formaciones de puentes. Si antes del proceso de ahornado gotea agua o laca de electroinmersión diluida sobre la película de laca de electroinmersión superficialmente seca pero aún no ahornada, en las películas de laca de electroinmersión que presentan una gran sensibilidad a las gotas de agua pueden observarse marcas de gotas de agua molestas después del ahornado.

A menudo se intentan eliminar dichas molestias por adición de agentes tensioactivos. Sin embargo, la adición de agentes tensioactivos tiene como consecuencia, en muchos casos, nuevos efectos secundarios molestos, por ejemplo la formación de espuma y/o el desprendimiento de las capas sobrelacadas.

En particular, la presente invención tiene el objetivo de eliminar las molestias arriba descritas, sin producir, dentro de lo posible, nuevos efectos secundarios molestos, por ejemplo la formación de espuma y/o el desprendimiento de las capas sobrelacadas.

Este problema se resuelve sorprendentemente mediante la adición partículas de cera con un diámetro de 1 a 20 μm a las lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente en sí conocidas, y con ayuda de pastas de pigmentos.

Preferentemente se incorporan las partículas de cera en la pasta de pigmento en forma de polvo o en forma de dispersión acuosa, en un disolvente orgánico miscible en agua o en una mezcla de disolventes orgánicos miscibles en agua.

En relación con la presente invención, como "cera" se entienden todas aquellas sustancias obtenidas de forma natural y artificial que presentan las siguientes propiedades:

1. Amasables a 20°C, de resistentes a duras y quebradizas.
2. Entre fina y toscamente cristalinas, de traslúcidas a opacas, pero no vítreas.
- 65 3. Se funden por encima de 40°C sin descomponerse.
4. Presentan una viscosidad relativamente baja a una temperatura poco por encima del punto de fusión.

ES 2 117 780 T5

5. Dependen en gran medida de la temperatura en lo que se refiere a su consistencia y solubilidad.

6. Pulibles bajo una ligera presión.

5 Si una sustancia no cumple más de una de estas propiedades, no se considera "cera" en el sentido de esta invención (véase Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie; edición revisada y ampliada: editorial Chemie; Weinheim; Deerfield Beach, Florida; Basel 1983, página 3).

10 Según la presente invención, preferentemente se emplean ceras de poliolefina, en caso dado modificadas, y en especial ceras de polietileno o de polipropileno, en caso dado modificadas, con un punto de fusión preferente inferior a 150°C, en especial inferior a 140°C y en particular inferior a 115°C. De forma muy especialmente preferente se emplean ceras de polietileno, en caso dado modificadas, con un punto de fusión inferior a 150°C, en especial inferior a 140°C y en particular inferior a 115°C, en forma de partículas que presentan un diámetro de 1 a 20 μm .

15 Las partículas de cera arriba descritas pueden obtenerse en el mercado (ceras de polietileno y de polipropileno Hoechst, Hoechst AG; Vestowax, Chemische Werke Hüls; Polywax, Petrolite Corporation, USA; Hi-Wax, Mitsui Petrochemical Industries, Japón; LANCO-WAX, Langer + Co., RFA; FORBEST, Lucas Meyer GmbH & Co. KG, RFA; DEUTERON, W.O.C. Schöner GmbH, RFA, etc.).

20 La adición según la invención de partículas de cera a las lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente resulta particularmente ventajosa si la laca de electroinmersión contiene entre un 0,01 y un 5,00, preferentemente entre un 0,05 y un 1,00 y en especial entre un 0,05 y un 0,50% en peso de cera, con respecto al contenido total de sustancia sólida de la laca de electroinmersión.

25 Las partículas de cera arriba descritas se emplean preferentemente en lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente que contienen o bien una resina epoxi catiónica amino modificada o bien una mezcla de resinas epoxi catiónicas amino modificadas, como ligante, y un poliisocianato bloqueado o una mezcla de poliisocianatos bloqueados, como reticulante, y/o una resina epoxi catiónica amino modificada convertida en autorreticulable mediante reacción con un poliisocianato parcialmente bloqueado, o una mezcla de tales resinas epoxi catiónicas autorreticulables amino modificadas. En especial, las partículas de cera arriba descritas se emplean en lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente que contienen una resina epoxi catiónica amino modificada o una mezcla de resinas epoxi catiónicas amino modificadas, como ligante, y un poliisocianato bloqueado o una mezcla de poliisocianatos bloqueados, como reticulante.

35 Las resinas epoxi catiónicas amino modificadas se emplean a gran escala como ligantes en lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente (véanse, por ejemplo, los documentos DE-A-35 18 732, DE-A-35 18 770, EP-A-40990 y EP-A-12 463). Las resinas epoxi catiónicas amino modificadas pueden prepararse sometiendo a reacción poliepóxidos, en caso dado modificados, con aminas, y a continuación neutralizando como mínimo parcialmente los productos de reacción así obtenidos con ácidos y dispersándolos en agua. Como poliepóxidos se emplean preferentemente poliglicidil éteres de polifenoles preparados a partir de polifenoles, especialmente de bisfenol-A y epihalohidrinatos, especialmente epiclorhidrinatos. Estos poliepóxidos pueden modificarse antes o después de la reacción con una o varias aminas, sometiendo a reacción una parte de los grupos reactivos con un compuesto modificador. Como ejemplos de compuestos modificadores se mencionan:

45 a) compuestos con contenido en grupos carboxilo tales como ácidos monocarboxílicos saturados o insaturados (por ejemplo ácido benzoico, ácido graso de aceite de linaza, ácido 2-etilhexanoico, ácido versatic), ácidos dicarboxílicos alifáticos, cicloalifáticos y/o aromáticos con distintas longitudes de cadena (por ejemplo los ácidos adípico, sebácico, isoftálico o ácidos grasos dímeros), ácidos hidroxialquilcarboxílicos (por ejemplo los ácidos láctico, dimetilolpropiónico), así como poliésteres con contenido en grupos carboxilo o

50 b) compuestos con contenido en grupos amino tales como dietilamina o etil hexil amina o diaminas con grupos amino secundarios, por ejemplo N,N'-dialquilalquilendiaminas como dimetiletildiamina, N,N'-dialquilpolioxialquilendiaminas como N,N'-dimetilpolioxipropilendiamina, alquilendiaminas cianoalquiladas como bis-N,N'-cianoetiletildiamina, polioxialquilwaminas cianoalquiladas como bis-N,N'-cianoetilpolioxipropilendiamina, poliaminoamidas, por ejemplo versamidas, especialmente productos de reacción con contenido en grupos amino terminales de diaminas (por ejemplo hexametildiamina), ácidos policarboxílicos, en especial ácidos grasos dímeros y ácidos monocarboxílicos, especialmente ácidos grasos, o el producto de reacción de un mol de diaminohexano con dos moles de un monoglicidil éter o monoglicidil éster, especialmente glicidil ésteres de ácidos grasos ramificados en α , como el ácido versatic, o

60 c) compuestos con contenido en grupos hidroxilo como neopentilglicol, neopentilglicol bis-etoxilado, neopentilglicol éster de ácido hidroxipivalínico, dimetilhidantoin-N,N'-dietanol, 1,6-hexanodiol, 2,5-hexanodiol, 1,4-bis(hidroximetil)ciclohexano, 1,1-isopropiliden-bis(*p*-fenoxi)-2-propanol, trimetilolpropano, pentaeritritol, o aminoalcoholes como trietanolamina, metilcetaminas como aminometil-1,3-propanodiol metilisobutil cetimina o tris(hidroximetil)aminometanociclohexanona cetimina, así como poliglicol éteres, poliésterpolioles, poliéterpolioles, policaprolactonapolioles, policaprolactamapolioles de diferentes funcionalidades y pesos moleculares o

ES 2 117 780 T5

- d) metil ésteres de ácidos grasos saturados o insaturados, transesterificados en presencia de metilato sódico, con grupos hidroxilo de las resinas epoxi.

El poliepóxido, en caso dado modificado, se somete a reacción con una o varias aminas - como ya se ha explicado anteriormente - antes o después de una eventual reacción con compuestos modificadores. La o las aminas deberían ser compuestos solubles en agua. Ejemplos de aminas a utilizar son mono y dialquilaminas como metilamina, etilamina, propilamina, butilamina, dimetilamina, dietilamina, dipropilamina, metil butil amina, etc., alcanolaminas como metil-etanolamina, dietanolamina, etc. y dialquilaminoalquilaminas como dimetilaminoetilamina, dietilaminopropilamina, dimetilaminopropilamina, etc. Los poliepóxidos se someten a reacción preferentemente con aminas secundarias o con una mezcla de aminas secundarias.

Los poliepóxidos sometidos a reacción con las aminas se protonizan, como mínimo parcialmente, con un ácido, por ejemplo con los ácidos bórico, fórmico, láctico, acético, etc. y se dispersan en agua. La dispersión ligante así obtenida puede utilizarse entonces para la preparación de lacas de electroinmersión.

Pueden prepararse resinas epoxi modificadas con amina autorreticulables sometiendo a reacción los productos de reacción de los poliepóxidos arriba descritos, en caso dado con compuestos modificadores y aminas y adicionalmente con como mínimo un poliisocianato parcialmente bloqueado, preferentemente con como mínimo un diisocianato semibloqueado. Este tipo de ligantes son ya bien conocidos por el técnico en la materia y, por tanto, no requieren ser descritos aquí más detalladamente.

Pueden prepararse resinas epoxi catiónicas amino modificadas, que se emplean con preferencia, sometiendo a reacción compuestos epóxido, que se preparan mediante la reacción de

(a) un compuesto diepóxido o una mezcla de compuestos diepóxidos con un peso equivalente epoxídico inferior a 2.000 con

(b) un compuesto que contenga un grupo fenólico o tiólico y que reaccione monofuncionalmente respecto a los grupos epóxidos bajo las condiciones de reacción dadas o una mezcla de tales compuestos,

empleándose los componentes (a) y (b) en una relación molar de 10:1 a 1:1, preferentemente de 4:1 a 1,5:1, y llevándose a cabo la reacción del componente (a) con el componente (b) a una temperatura de 100 a 190°C, en caso dado en presencia de un catalizador (véase documento DE-OS-35 18 770), y haciéndolos reaccionar con aminas como se describe más arriba y dispersándolos en agua.

Pueden prepararse resinas epoxi catiónicas amino modificadas, también empleadas con preferencia, sometiendo los compuestos epóxidos preparados mediante poliadición a una temperatura de 100 a 195°C, en caso dado en presencia de un catalizador, e iniciada con un iniciador de reacción monofuncional que porta un grupo OH alcohólico, o un grupo OH fenólico o un grupo SH, de un compuesto diepóxido y/o de una mezcla de compuestos diepóxidos, dado el caso junto con como mínimo un compuesto monoepóxido, para formar una resina epoxi en la que el compuesto diepóxido y el iniciador están incorporados en una relación molar que oscila entre más de 2:1 y 10:1 (véase el documento DE-OS-35 18 732), haciéndolos reaccionar con aminas como se describe más arriba y dispersándolos en agua.

También es conocido y habitual desde hace tiempo el empleo de poliisocianatos bloqueados como reticulantes para lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente (véanse los documentos de patente arriba citados). Los poliisocianatos bloqueados son poliisocianatos en los que los grupos isocianato han sido sometidos a reacción con un agente de bloqueo (por ejemplo un alcohol, fenol, amina, oxima, etc.), habiéndose elegido el agente de bloqueo de modo que los grupos poliisocianatos bloqueados no reaccionen con los grupos hidroxilo y amino contenidos en la resina epoxi catiónica amino modificada hasta alcanzarse temperaturas elevadas, por regla general a partir de aproximadamente 90°C. Como poliisocianatos pueden emplearse todos aquellos que sean adecuados para lacas. Ejemplos de poliisocianatos a utilizar son diisocianatos como diisocianato de hexametileno, 2,4-toluidiisocianato, 2,6-toluidiisocianato, diisocianato de isoforona, etc., así como triisocianatos, por ejemplo diisocianato de hexametileno trimerizado y diisocianato de isoforona trimerizado. Como poliisocianatos pueden emplearse también mezclas de poliisocianatos y prepolímeros, especialmente prepolímeros de polioles y poliisocianatos. Como agentes de bloqueo a utilizar se mencionan, a modo de ejemplo, alquilmonoalcoholes alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos, por ejemplo metil-, etil-, propil-, butil-, amil-, hexil-, heptil-, octil-, nonil-, 3,3,5-trimetilhexil-, decil- y lauril alcoholes, así como ciclohexanol, fenilcarbinol y metilfenilcarbinol. Otros agentes de bloqueo a utilizar son hidroxilaminas, por ejemplo etanolamina, oximas como metil etil cetoxima, acetoxima y ciclohexanoxima, y aminas, por ejemplo dibutilamina y diisopropilamina. Los poliisocianatos arriba mencionados pueden emplearse también para la preparación de las resinas epoxi catiónicas autorreticulables modificadas con amina. Para ello sólo es necesario bloquear los poliisocianatos de modo que, en promedio estadístico, quede sin bloquear un grupo isocianato por molécula, y someter luego a reacción estos poliisocianatos parcialmente bloqueados con la resina epoxi amino modificada.

Las lacas de electroinmersión pueden contener también, además de los componentes arriba descritos, pigmentos, ingredientes de relleno, disolventes orgánicos, antioxidantes, agentes tensioactivos, etc. La incorporación de pigmentos, ingredientes de relleno y otros aditivos, por ejemplo las partículas de cera empleadas según la invención,

ES 2 117 780 T5

se realiza con ayuda de pastas de pigmento. Este procedimiento y la preparación de pastas de pigmento son bien conocidos por el técnico en la materia (véanse los documentos de patente arriba citados, así como D.H. Parker, Principles of Surface Technology, Interscience Publishers, Nueva York (1965); R.L. Yates, Electropainting, Robert Draper Ltd., Teddington/Inglaterra (1966) y H.F. Payne, Organic Coating Technology, tomo 2, Wiley and Sons, Nueva York (1961)).

El contenido en sólidos de las lacas de electroinmersión preferentemente se encuentra entre un 7 y un 35% en peso, en especial entre un 12 y un 25% en peso. La relación en peso entre la resina epoxi catiónica amino modificada y el poliisocianato bloqueado, por regla general, oscila entre un 20 y un 1,5, preferentemente entre 5 y 2,5.

Con las lacas de electroinmersión preparadas según el procedimiento de la invención en principio pueden recubrirse todos los sustratos electroconductores. En especial, las lacas de electroinmersión según la invención se emplean para el revestimiento de carrocerías de automóviles. Las lacas de electroinmersión según la invención pueden aplicarse también mediante pulverización, pintado, a rasqueta, etc. y ahornarse sobre sustratos electroconductores y también sobre sustratos no electroconductores.

En los ejemplos siguientes se explica la invención más detalladamente. Todos los datos sobre partes y porcentajes son datos en peso, en tanto no se haga constar expresamente de otra manera.

1. Preparación de reticulantes

1.1 Reticulante 1

En un reactor equipado con agitador, condensador de reflujo, termómetro interior y paso de gas inerte se colocan, bajo atmósfera de nitrógeno, 1.133 g de diisocianato de toluileno (mezcla de aproximadamente un 80% de isómeros 2,4- y un 20% de isómeros 2,6-) y 356 g de metil isobutil cetona. Se añaden 0,7 g de dilaurato de dibutilestano y, en el plazo de 4 horas, se incorporan 290 g de trimetilolpropano en forma de pequeñas porciones y a intervalos iguales. La refrigeración se ajusta de modo que la temperatura de la mezcla de reacción no sobrepase 45°C.

30 minutos después de añadir la última parte de trimetilolpropano se mide un peso equivalente de NCO de 217 (en relación con las partes sólidas). Continuando con la refrigeración, se dejan gotear ahora, en el plazo de una hora, 722 g de n-propilglicol. Al concluir la adición, la temperatura ha ascendido hasta 86°C. A continuación se calienta hasta 100°C y se deja que continúe la reacción durante una hora más. En el control posterior no puede detectarse ningún grupo NCO. Entonces se enfría y se diluye con 500 g de metil isobutil cetona. La solución del reticulante de poliuretano tiene un contenido en sólidos del 69,8% (medido 1 hora a 130°C).

1.2 Reticulante 2

En un reactor como el descrito en el ejemplo anterior se calientan hasta 50°C, agitando y bajo atmósfera de nitrógeno, 1.146 g de diisocianato de hexametileno trimerizado con un peso equivalente en NCO de 191 ("Basonat® PLR 8638", firma BASF) y 339 g de metil isobutil cetona. En el plazo de 4 h se añaden entonces, gota a gota, 774 g de di-n-butilamina. La temperatura se mantiene en este proceso mediante refrigeración por debajo de 55°C. A continuación se enfría la solución de reticulante y se diluye con otros 141 g de metil isobutil cetona. El contenido en sólidos es de un 79,5% (medido 1 h a 130°C).

2. Preparación de una dispersión ligante

En un reactor se calientan hasta 105°C, bajo atmósfera de nitrógeno, 1.698 partes de resina epoxi a base de bisfenol A con un PEE (peso equivalente epoxídico) de 490, junto con 227 partes de dodecilfenol y 101 partes de xileno. En cuanto la masa fundida está transparente se extraen las trazas de agua mediante destilación azeotrópica de reflujo en vacío, con ayuda de un separador de agua, en un plazo de 20 min. Acto seguido se calienta hasta 130°C y se añaden 3 partes de N,N-dimetilbencilamina. Se mantiene a esta temperatura hasta que el PEE haya alcanzado un valor de 1.100. Se añaden ahora 126 partes de butilglicol, 127 partes de dietanolamina y 223 partes de xileno y se enfría 90°C. Una hora después se diluye con 125 partes de propilenglicol fenil éter y 317 partes de isobutanol y se enfría hasta 60°C. Después se añaden 40 partes de N,N-dimetilaminopropilamina, se calienta hasta 90°C y se mantiene a esta temperatura durante 2 horas. A continuación se enfría hasta 70°C y se añaden 280 partes de Plastilit 3060 (compuesto de polipropilenglicol, firma BASF), 805 partes del reticulante 1 (punto 1.1) y 704 partes del reticulante 2 (véase punto 1.2), se homogeneiza durante 20 minutos y se pasa la mezcla de resina a un recipiente de dispersión. En él se añaden 91,7 partes de ácido láctico (al 88%) y se diluye, bajo agitación y por porciones, con 2.112 partes de agua desionizada. A continuación se homogeneiza durante 20 min., antes de continuar diluyendo con otras 3.000 partes de agua desionizada, poco a poco.

Mediante destilación en vacío se extraen los disolventes volátiles y a continuación se sustituyen por cantidades iguales de agua desionizada. La dispersión tiene las siguientes características:

ES 2 117 780 T5

Contenido en sólidos	35% (1 hora a 130°C)
Contenido en bases	0,570 meq/g de cuerpos sólidos
Contenido en ácidos	0,226 ""
pH	6,2

3. Preparación de una resina de fricción

En un reactor equipado con mecanismo agitador, termómetro interior, paso de nitrógeno y separador de agua con condensador de reflujo, se colocan 30,29 partes de una resina epoxi a base de bisfenol A con un peso equivalente epoxídico (PEE) de 188, 9,18 partes de bisfenol A, 7,04 partes de dodecifenol y 2,37 partes de butilglicol. Se calienta hasta 110°C, se añaden 50 g de xileno y se extrae éste por destilación bajo un vacío ligero junto con posibles trazas de agua. Acto seguido se añaden 0,07 partes de trifenilfosfina y se calienta hasta 130°C. Después de una transformación calorífica exotérmica hasta 150°C se deja que continúe reaccionando a 130°C durante 1 hora más.

El PEE de la mezcla de reacción es entonces de 860. Se enfría y mientras tanto se añaden 9,91 partes de butilglicol y 17,88 partes de un polipropilenglicol diglicidil éter con un PEE de 333 (DER 732, Dow Chemical). Al alcanzarse 90°C se añaden 4,23 partes de 2-2'-aminoetoxietanol y, 10 minutos después, 1,37 partes de N,N-dimetilaminopropilamina. Después de una breve exotermia, la mezcla de reacción se mantiene durante 2 h a 90°C hasta que la viscosidad permanezca constante, y a continuación se diluye con 17,66 partes de butilglicol. La resina tiene un cuerpo sólido de un 69,8% (medido 1 h a 130°C).

4. Preparación de pastas de pigmento

4.1 Preparación de una pasta de pigmento sin partículas de cera

Se premezclan 60 partes en peso de agua desionizada, 1,2 partes en peso de ácido acético (al 90%) y 50 partes en peso de la resina de fricción preparada según el punto 3. Luego se añade 1 parte en peso de hollín, 4 partes en peso de silicato de plomo básico, 15 partes en peso de silicato de aluminio, por ejemplo ASP 200, Langer + Co., 66 partes en peso de dióxido de titanio y 4 partes en peso de óxido de dibutilestano y se mezcla durante 30 minutos en un mecanismo agitador dissolver de alta velocidad. A continuación se dispersa la mezcla en una trituradora pequeña de laboratorio durante 1 a 1,5 h, hasta alcanzar una fineza Hegmann inferior a 12 µm, y se ajusta con más agua a la viscosidad de elaboración deseada si es necesario.

4.2 Preparación de una pasta de pigmento con partículas de cera

Se procede tal como se describe en el punto 4.1, con la única excepción de que adicionalmente se pesan en el recipiente 0,5 partes en peso de cera de parafina en forma de polvo (Forbest MF II, Lucas Meyer GmbH & Co. KG, Hamburgo).

5. Preparación de baños de laca de electroinmersión

5.1 Preparación de un baño de laca de electroinmersión sin partículas de cera

397 partes en peso de la dispersión ligante preparada según el punto 2 se diluyen con 460 partes en peso de agua desionizada y con 3 partes en peso de ácido acético al 10%. A la dispersión ligante así diluida se le incorporan bajo agitación 140 partes en peso de la pasta de pigmento preparada según el punto 4.1. Se deja envejecer el baño de laca de electroinmersión durante 5 días a temperatura ambiente.

5.2 Preparación de un baño de laca de electroinmersión con partículas de cera

Se procede como se describe en el punto 5.1, con la única diferencia de que a la dispersión ligante diluida se le incorporan 140 partes en peso de la pasta de pigmento preparada según el punto 4.2 en lugar de 140 partes en peso de la pasta de pigmento preparada según el punto 4.1.

6. Preparación de cuerpos de prueba a revestir

Una chapa de prueba normalizada fosfatada se corta por la mitad con una cizalla a un tamaño de 10,5 x 9,5 cm. Una de las mitades de la chapa se sujeta en un aparato cónico para curvado de planchas con el lado de 10,5 cm de longitud hacia abajo, de modo que el extremo de la chapa quede situado en el diámetro menor. Luego se curva la chapa 90° alrededor del mandril cónico. La chapa curvada se fija mediante 3 puntos de soldadura, de acuerdo con el dibujo 1/1, sobre una segunda plancha normalizada fosfatada, de modo que los lados de prueba se hallen uno sobre otro.

ES 2 117 780 T5

7. Precipitación de películas de laca sobre los cuerpos de prueba elaborados según el punto 6

En cada caso, un cuerpo de prueba elaborado según el punto 6 se sumerge en posición vertical en el baño de laca de electroinmersión preparado según el punto 5.1 o bien en el preparado según el punto 5.2 y se conecta como cátodo. La precipitación de las películas de laca se realiza durante 2 minutos con aprox. 350 voltios. La temperatura del baño se mantiene a 29°C. Las películas húmedas precipitadas se lavan con agua desionizada. Después se ahornan las películas de laca durante 20 minutos a 165°C. En comparación con el cuerpo de prueba revestido con ayuda del baño de laca de electroinmersión preparado según el punto 5.1, el cuerpo de prueba revestido el baño de laca de electroinmersión preparado según el punto 5.2 muestra marcas de lágrimas claramente menos molestas y una formación de puentes muy reducida.

Para la comprobación en lo que se refiere a la sensibilidad a las gotas de agua, se sumerge en cada caso una chapa de prueba normalizada fosfatada en el baño de laca de electroinmersión preparado según el punto 5.1 o bien en el preparado según el punto 5.2 y se conecta como cátodo. La precipitación de las películas de laca se realiza durante 2 minutos con aprox. 350 voltios. La temperatura del baño se mantiene a 29°C. Las películas húmedas precipitadas se lavan con agua desionizada, se secan durante 5 minutos a temperatura ambiente y se proveen de gotas de agua desionizada. Después de un tiempo de acción de 5 minutos se ahornan las películas de laca durante 20 minutos a 165°C en posición horizontal. En comparación con la chapa de prueba revestida con el baño de laca de electroinmersión preparado según el punto 5.1, la chapa de prueba revestida con el baño de laca de electroinmersión preparado según el punto 5.2 presenta marcas de gotas de agua claramente menos molestas.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 117 780 T5

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la preparación de lacas acuosas de electroinmersión precipitables catódicamente, que contienen partículas de cera que presentan un diámetro de 1 a 20 μm , **caracterizado** porque las ceras se incorporan en las lacas acuosas de electroinmersión con ayuda de pastas de pigmento.

10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque las partículas de cera están compuestas de una cera de poliolefina, en caso dado modificada.

15 3. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado** porque las partículas de cera están compuestas de una cera de polietileno, en caso dado modificada.

20 4. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado** porque las partículas de cera están compuestas de una cera de polipropileno, en caso dado modificada.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

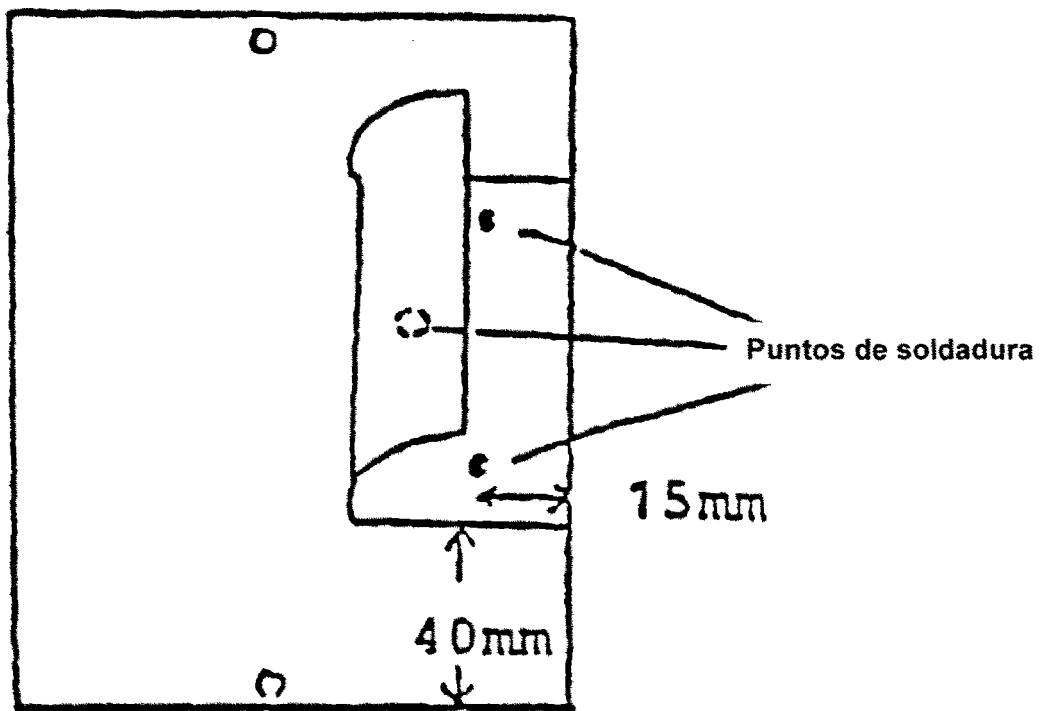


Fig. 1