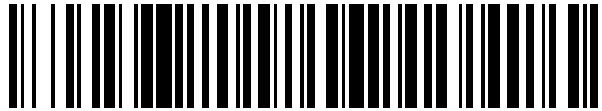


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 433**

51 Int. Cl.:

C09D 5/03

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.03.2010 E 12193657 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.10.2014 EP 2565240**

54 Título: **Revestimiento en polvo resistente a la corrosión y al desconchado**

30 Prioridad:

03.04.2009 US 211847 P

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

09.12.2014

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)**

**Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**BREIDENSTEIN, JASON PAUL;
HORINKA, PAUL ROBERT;
CINOMAN, DOUGLAS SAMUEL y
NICHOLL, EDWARD GEORGE**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 524 433 T3

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

DESCRIPCIÓN

Revestimiento en polvo resistente a la corrosión y al desconchado

5 Esta invención se refiere a una composición en polvo adecuada para revestimiento en polvo. Más particularmente, esta invención se refiere a una composición en polvo que incluye una resina y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, estando la composición sustancialmente exenta de pigmento que proporcione un efecto metálico. Esta invención también se refiere a un procedimiento para revestir un sustrato con la composición en polvo y un sustrato revestido.

10 La patente de EE.UU. n° 7.244.780 describe composiciones de revestimiento en polvo que comprenden un polímero formador de película, un pigmento tal como escamas de aluminio que proporcione un efecto metálico y un aditivo estabilizante que inhiba la degradación del pigmento metálico.

15 La patente de EE.UU. n° 7.018.716 describe revestimientos resistentes a la corrosión y al desconchado para componentes de acero de alta resistencia, tal como resortes helicoidales de automoción, formados a partir de una composición en polvo de revestimiento de resina epoxi "endurecida". En una realización de una capa, todo el revestimiento se carga con al menos 75 phr (partes por cien de caucho) de polvo de cinc. En una realización de doble capa, una capa interior se carga con al menos 75 phr de cinc y un revestimiento exterior, exento de cinc es reforzado mediante la adición de fibras y/o un agente espumante que lo haga poroso.

20 Era necesaria una composición en polvo adecuada para revestir un sustrato, en particular un sustrato de acero tal como, por ejemplo, acero de alta resistencia en donde un revestimiento formado a partir de la composición exhibe un alto nivel de resistencia al desconchado y de resistencia a la corrosión sin depender del uso de altos niveles de cinc metal. La composición en polvo de la presente invención es capaz de exhibir un alto nivel de resistencia al desconchado y de resistencia a la corrosión sin depender del uso de altos niveles de cinc metal.

25 En un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición en polvo que comprende una resina y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, estando dicha composición sustancialmente exenta de pigmento que proporcione un efecto metálico. El pigmento inhibidor de la corrosión puede estar presente en cantidades de hasta 50% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, o hasta el 40%, o hasta el 35%.

30 En un segundo aspecto de la presente invención se proporciona un procedimiento para revestir un sustrato que comprende: formar una composición en polvo que comprende una resina y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, estando dicha composición sustancialmente exenta de pigmento que proporcione un efecto metálico; aplicar dicha composición en polvo a un sustrato; y calentar dicha composición en polvo para fundir y curar dicha composición aplicada. El pigmento inhibidor la corrosión se puede usar en cantidades de hasta 50% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, o hasta el 40%, o hasta el 35%.

35 En un tercer aspecto de la presente invención se proporciona un procedimiento para revestir un sustrato que comprende: formar una primera composición en polvo que comprende una resina y de 0% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, estando dicha primera composición en polvo sustancialmente exenta de pigmento que proporcione un efecto metálico; aplicar dicha primera composición en polvo a dicho sustrato; formar una segunda composición en polvo que comprende una resina y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, estando dicha composición sustancialmente exenta de pigmento que proporcione un efecto metálico; aplicar dicha segunda composición en polvo a dicho sustrato revestido con dicha primera composición en polvo; y calentar dichas composiciones en polvo aplicadas para fundir y curar dichas composiciones. En cada una de las primera y segunda composiciones en polvo, el pigmento inhibidor de la corrosión puede estar presente en cantidades de hasta 50% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, o hasta el 40%, o hasta el 35%.

45 En un cuarto aspecto de la presente invención, se proporciona un sustrato revestido que comprende dicho sustrato que lleva un revestimiento que comprende una resina y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión. El revestimiento puede comprender pigmento inhibidor de la corrosión en cantidades de hasta el 50% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, o hasta el 40%, o hasta el 35%.

50 La composición en polvo de la presente invención incluye al menos una resina, es decir, una composición polimérica adecuada para revestimientos en polvo, tal como, por ejemplo, resinas termoplásticas o termoestables, en particular una resina epoxi. La resina epoxi puede elegirse entre una variedad de resinas epoxi útiles para polvos de revestimiento conocidos en la técnica, tales como los producidos por la reacción de epíclorhidrina o poli(éter de glicidilo) y un poliol aromático tal como bisfenol, por ejemplo, bisfenol A. La resina epoxi tiene típicamente una funcionalidad de epoxi mayor de 1,0 y más preferiblemente mayor que 1,9. Generalmente, el peso equivalente de epoxi debería ser al menos 170, pero pueden aceptarse valores inferiores en algunos casos. Preferiblemente, el peso equivalente de epoxi es menor que 2.300, y más preferiblemente de 800 a 1.500. Tales resinas epoxi pueden ser producidas, por ejemplo, por una reacción de eterificación entre un poliol aromático o alifático y epíclorhidrina o

diclorhidrina en presencia de un álcali tal como sosa cáustica. El poliol aromático puede ser, por ejemplo, bis(4-hidroxifenil)-2,2-propano (es decir, bisfenol A), bis(4-hidroxifenil)-1,1-etano, bis(4-hidroxifenil)-1,1-isobutano, bis(4-hidroxifenil)-2,2-propano, bis(2-hidroxinaftil)metano, 4,4-dihidroxibenzofenona o 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, polipropilenglicol o dipropilenglicol, por ejemplo, pueden utilizarse éteres de diglicidilo o éteres de glicidilo condensados de dichos dioles. Otros polímeros que contienen grupo oxirano que se pueden utilizar como resina epoxi en composiciones de revestimiento en polvo híbridas según esta invención incluyen polímeros acrílicos con función poliglicidilo o resinas de novolaca epoxi. Las resinas epoxi preferidas para uso en la presente invención son aquellas basadas en bisfenol A.

La composición en polvo puede incorporar además una o más tecnologías de endurecimiento, de formación de espuma y de refuerzo. La "tecnología de endurecimiento" en la presente memoria se refiere a la modificación del componente de resina para proporcionar un endurecedor aplicado al revestimiento. La "tecnología de formación de espuma" en la presente memoria se refiere a composiciones en polvo seleccionadas para generar estructura de espuma en el revestimiento aplicado. La "tecnología de refuerzo" en la presente memoria se refiere a los componentes adicionales en la composición en polvo seleccionados para reforzar el revestimiento aplicado.

La resina epoxi puede ser endurecida utilizando aditivos o co-reactivos tales como, por ejemplo, modificadores de impacto, agentes de flexibilización, plastificantes y endurecedores. Estos pueden incluir:

- modificaciones elastoméricas, bien dentro del polímero base, hechos reaccionar en la composición de revestimiento a través de la reticulación, o como aditivos sin reaccionar, tales como, por ejemplo, caucho de CTBN, caucho de butadieno/estireno, de nitrilo, de neopreno, acrílico, butílico, de etileno/propileno/dieno, de polisulfuro, de poliisopreno, de silicona y de uretano;
- adición de copolímero al azar o de bloques que ofrecen algún grado de plastificación interna y que pueden ser ejemplificados por los productos FORTEGA® (Dow Chemical Co.);
- adición de plastificantes tal como aceite de soja epoxidado;
- resinas de núcleo/corteza reticuladas o no reticuladas con varias composiciones tales como epoxi, acrílicas, de poliuretano que representan bien el núcleo o bien la parte de la corteza.

Además, los endurecedores pueden incluir partículas esféricas huecas que incluyen perlas poliméricas o de vidrio.

Los microdominios discretos de cualquiera de los anteriores pueden estar presentes y pueden contribuir a la resistencia al desconchado.

En una realización, la resina epoxi, preferiblemente una resina de bisfenol A, forma un aducto con un elastómero que tiene una T_g de $-30\text{ }^\circ\text{C}$ o inferior, preferiblemente de $-40\text{ }^\circ\text{C}$ o inferior. El elastómero preferido es caucho CTBN. Tales aductos de epoxi/caucho CTBN se describen, por ejemplo, en la memoria descriptiva de la patente del Reino Unido 1.407.851 (C.G. Taylor), publicada 24 de septiembre, 1975 y Powder Coatings, 184 "Elastomer-Modified Epoxy Powder Coatings: a Review", Abril 13, 1994, n° 4347. Para proporcionar el endurecimiento (flexibilización) para resistencia al desconchado a temperatura fría, el componente CTBN debe estar presente al menos en un 5 % en peso del total del CTBN y de los componentes epoxi. Por encima de aproximadamente 25% en peso de CTBN, no se obtiene ninguna ventaja adicional, y no se desea que se supere el 25% en peso para que no haya insuficiente componente epoxi para un buen curado. El hecho de que el componente elastómero esté unido químicamente al componente epoxi, es decir, por la reacción de esterificación de los grupos carboxilo de CTBN con grupos epoxi, lo que asegura que no se produzca una separación de fases completa durante la fusión y el curado del polvo de revestimiento. Sin embargo, hay microdominios de epoxi y caucho.

En una realización alternativa, se usa una resina de núcleo/corteza en la que una resina de caucho acrílico constituye el núcleo y la resina epoxi, preferiblemente una resina epoxi de bisfenol A, constituye la corteza. Una vez más, la unión química entre la funcionalidad carboxílica de la resina de caucho acrílico del núcleo y la resina epoxi de la corteza evita la separación de las fases durante la fusión y el curado del polvo de revestimiento formado usando la resina de núcleo/corteza. Los epoxi modificados de caucho acrílico de este tipo se describen, por ejemplo, en *Polymer Reprints*, 32 (3), pág. 358-9 por H-J Sue y E.I. Garcia-Melfin.

En otra realización, resinas epoxi termoendurecibles pueden incluir un agente de reticulación, tal como un compuesto polihidroxilado o un catalizador de curado para efectuar la auto-reticulación de la resina epoxi. Por ejemplo, la resina epoxi se cura con una funcionalidad de polihidroxilo que tiene un peso equivalente de hidroxilo relativamente alto, es decir, al menos aproximadamente 200 hasta aproximadamente 500, preferiblemente al menos aproximadamente 300. El peso equivalente de hidroxilo del agente de reticulación relativamente alto asegura una longitud de la cadena relativamente larga entre los grupos OH, cuyas longitudes de cadena proporcionan flexibilidad al revestimiento curado, ayudando a dar revestimientos resistentes al desconchado. Los agentes de curado adecuados útiles en la práctica de esta invención se ejemplifican mediante agentes de curado fenólicos, tales como un éter diglicidílico de bisfenol A rematado en su extremo con bisfenol A, que es el producto de reacción de un éter diglicidílico de bisfenol A y bisfenol A y resinas de poliéster con grupos libres de ácido carboxílico libre que son conocidos por formar revestimientos en polvo "Híbridos". Ejemplos de agentes de curado fenólicos preferidos como

componente de la resina epoxi incluyen los vendidos bajo las marcas comerciales D.E.H.[®] 87 y D.E.H.[®] 85 (Dow Chemical Co.), ambos de los cuales se cree que son éteres diglicídicos de bisfenol A rematados en su extremo con bisfenol A. Se pueden utilizar otras clases de endurecedores fenólicos, así como agentes de curado fenol-novolaca y cresol-novolaca vendidos por Dow Chemical Co. Hexion Specialty Chemicals.

5 Otros agentes de reticulación epoxi incluyen, por ejemplo:

- aminas, incluyendo aminas primarias o secundarias, alifáticas o aromáticas, multifuncionales, tales como diciandiamida y diaminodifenilsulfona;
- aminas terciarias que fomentan la propia reticulación tal como DMP 30 (Dow Chemical Co.);
- trihaluros de boro y sus sales tal como la sal monoetanolamina de trifluoruro de boro;
- 10 - sales de ácidos orgánicos como VESTAGON[®] B55 y VESTAGON[®] B68 (Degussa Corp.);
- di- y poli-anhídridos tal como dianhídrido benzofenonatetracarboxílico (BTDA);
- di y poli fenoles tal como el ácido metilendisalicílico; e
- imidazoles, imidazoles sustituidos y aductos de epoxi e imidazol tal como 2-metil-imidazol o DEH 40 (Dow Chemical Co.).

15 La composición en polvo de la presente invención es una composición a base de resina que incluye de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión. El pigmento inhibidor de la corrosión puede ser, por ejemplo, al menos uno de:

- molibdatos simples, tales como molibdato de cinc, molibdato de estroncio, y molibdatos complejos, tales como molibdato de cinc y calcio, fosfomolibdato de cinc y calcio (por ejemplo, MOLYWHITE[®] MZAP);

20 - cromatos simples, tales como cromato de cinc, cromato de bario, cromato de estroncio, cromato de magnesio, cromato de calcio y cromatos complejos, tales como silicocromato de plomo, y tetraoxicromato de cinc;

- fosfuros metálicos, tal como fosfuro de hierro (por ejemplo fosfuro de hierro FERROPHOS[®], OCCIDENTAL CHEMICAL CORP., Dallas, TX.);

- silicatos tales como fosfosilicato de cinc y borosilicato de calcio; y

25 - fosfatos simples, tales como fosfato de hierro, fosfato de cinc, pirofosfato de cinc, hidrogenofosfato de calcio y fosfatos complejos, tales como boratoortofosfato de cinc, polifosfato de aluminio y estroncio, polifosfato de aluminio y cinc, ortofosfato de molibdeno, aluminio y cinc, y ortofosfato de aluminio y cinc.

Los pigmentos pueden estar presentes en su forma básica, pueden ser orgánicos modificados, y pueden estar presentes en forma de hidrato. Otras descripciones de pigmentos inhibidores de la corrosión adecuados aparecen en la patente de EE.UU. n° 3.884.705 y están resumidos por G.B. Rothenberg en Paint Additives, Noyes Data Corp, 1978, pág. 175-177. La patente de Estados Unidos n° 7.244.780 también describe pigmentos inhibidores de la corrosión que incluyen "una fuente de aniones estabilizantes, ventajosamente iones fosfato, capaces de disolverse en presencia de agua".

30 En la presente memoria se contempla que el fosfato de cinc incluye (a) fosfato de cinc di- o tetra-hidratado, preferiblemente en forma de partículas esféricas como se describe en la patente de EE.UU. n° 5.137.567 (siendo un ejemplo de fosfato de cinc dihidratado el material disponible bajo el nombre comercial DELAPHOS[®] 2M y siendo un ejemplo adicional de un fosfato de cinc el disponible bajo el nombre comercial de HISPAFOS[®] SP, que comprende partículas esféricas con una estrecha distribución del tamaño de partícula); (b) fosfato de cinc esférico como una fase cristalina en mezcla con una fase amorfa que comprende fosfato de Fe (II) y fosfato de Fe (III). Más información acerca de este tipo de materiales puede encontrarse en la patente de EE.UU. n° 5.030.285; y (c) fosfato de cinc (preferiblemente en forma esférica) modificado con molibdato de cinc (como ACTIROX[®] 106; Microfine Minerals Ltd.)

35 La composición en polvo incluye opcionalmente de 0% a 65% en peso de cinc, basado en el peso de la composición en polvo; típicamente el cinc está en forma de polvo o en escamas. Preferiblemente, la composición en polvo incluye una cantidad mínima de cinc; más preferiblemente la composición de polvo está exenta de cinc.

40 La composición en polvo de la presente invención está "sustancialmente exenta de pigmento que proporcione un efecto metálico", lo que significa que la proporción total de pigmento(s) metálico incorporado en la composición de revestimiento en polvo deberá ser inferior a 0,1% en peso (basado en el peso de la composición sin el pigmento(s) metálico); preferiblemente no se incluye ningún pigmento metálico en la composición en polvo. Por "un pigmento que proporcione un efecto metálico" en la presente memoria se indica un pigmento metálico típicamente en forma de escamas tal como, por ejemplo, aluminio o una aleación de aluminio u otro metal o aleación, por ejemplo, acero

inoxidable, cobre, estaño, bronce o latón típicamente utilizados para producir varios efectos metálicos, incluidos los que se mencionan como acabados "metálico", "efecto", "brillo", o "glamour".

El pigmento metálico puede ser un material no revestido o revestido. Ejemplos de materiales revestidos incluyen pigmentos revestidos con sílice u otro material inerte inorgánico para una mayor resistencia química y durabilidad.

5 Alternativamente, el pigmento puede estar revestido con un material plástico para fines similares, por ejemplo, un acrílico, PTFE o un material plástico termoestable, o puede proporcionarse en un polímero o plastificante que sea compatible con el ligante formador de película de la composición de revestimiento en polvo. Como posibilidad adicional, el pigmento metálico puede estar revestido con un agente colorante tal como un pigmento óxido metálico tal como, por ejemplo, óxido de hierro, para proporcionar efectos de color especiales.

10 Las composiciones en polvo usadas para proporcionar los revestimientos resistentes al desconchado y resistentes a la corrosión de la presente invención se elaboran de la manera habitual. Los componentes se mezclan y, a continuación se combinan en fusión con calentamiento por encima de la temperatura de fusión de la resina durante un tiempo corto, por ejemplo, de 30 a 90 s de manera que no se produzca ningún curado significativo. El compuesto fundido es extruido, y después de la extrusión, la composición es enfriada rápidamente. A continuación, se muele la composición y, si es necesario, las partículas se clasifican según el tamaño. Para el revestimiento electrostático, las partículas están generalmente en el intervalo de 5 a 100 micrometros de tamaño estando una parte importante generalmente en el intervalo de 20 a 40 micrometros de tamaño. Las partículas más grandes son útiles para operaciones de revestimiento de lecho fluidizado.

20 En el procedimiento para revestir un sustrato de la presente invención, la composición en polvo de la presente invención se aplica al sustrato y se calienta para fundir y curar la composición aplicada. En una realización, el sustrato es un sustrato metálico, típicamente un sustrato de acero, en donde la composición en polvo se puede utilizar, por ejemplo, como un revestimiento de tuberías, un revestimiento de barras de refuerzo, o un revestimiento para equipos agrícolas o de construcción. En otra realización, el sustrato es un sustrato de acero de alta resistencia tal como es adecuado para usar, por ejemplo, en resortes helicoidales en la industria del transporte. En la presente memoria, acero de alta resistencia se define como aquel que tiene MPa (megapascuales (N/m^2)) que oscilan desde 1.800 MPa hasta 2.100 MPa o más; esto incluye acero de muy alta resistencia desde 1.950 MPa hasta 2.100 MPa o más. En la presente memoria se contemplan sustratos de acero que incluyen sustratos de acero pretratados, incluyendo tratamientos de, por ejemplo, fosfato de cinc, fosfato de hierro, y tecnología de secado en el sitio como tratamiento previo. La composición en polvo se calienta típicamente a una temperatura superior a 149 °C (300 °F) durante un tiempo suficiente para fundir y curar sustancialmente el revestimiento tal como, por ejemplo, mediante la colocación en un horno eléctrico de circulación de aire mantenido a 160 °C (320 °F) durante 20 minutos para un espesor de película curada de 50 a 101 μm (2,0-4,0 mil (milésimas de pulgada)). Se entiende que las resinas termoplásticas no incluyen un mecanismo de curado y, por lo tanto, sólo fundirán con calentamiento.

35 En el procedimiento para revestir un sustrato de la presente invención, la composición en polvo se puede aplicar como una sola capa, con espesor de película suficiente para la protección de resistencia al desconchado. En una realización alternativa, la composición en polvo se puede aplicar como una sola capa de espuma, habiendo sido generada la espuma mediante el uso de un agente de formación de espuma separado o por la formación de espuma inherente dependiente de la temperatura de cierto fosfato y constituyentes relacionados, tal como, por ejemplo, fosfato de cinc. Opcionalmente, la composición en polvo puede incorporar tecnología de refuerzo, es decir, la composición puede incluir fibras de carbono, agentes de deslizamiento, sulfato de bario, carbonato de calcio, wollastonita, o cualquier material que refuerce el revestimiento para mejorar la resistencia al desconchado.

40 En un procedimiento alternativo de la presente invención, se puede emplear un procedimiento de dos capas. En tales realizaciones se aplica una primera capa (capa de base) y la capa de base puede ser parcial o totalmente curada. A continuación, una segunda capa posterior (capa superior) se aplica a la capa de base y las capas se funden y se curan. Cualquiera de las capas primera, segunda, o ambas capas primera y segunda, independientemente, se forman a partir de la composición en polvo de la presente invención. Cualquiera de las capas primera, segunda, o ambas capas primera y segunda, independientemente, pueden ser capas espumadas como se ha descrito anteriormente en la presente memoria. Cualquiera de las capas primera, segunda, o ambas capas primera y segunda pueden, independientemente, incluir fibras de carbono, agentes de deslizamiento, sulfato de bario, carbonato de calcio, wollastonita, o cualquiera de los materiales que refuercen el revestimiento para mejorar la resistencia al desconchado.

55 La introducción de estructuras celulares de espuma no se limita a la parte orgánica del sistema de protección. Por ejemplo, la limpieza del acero y el "pretratamiento" o la etapa de pasivado pueden introducir y o incluir componentes que formen espuma lo cual genera una estructura celular dentro de la capa de pretratamiento o de la capa orgánica por encima de ella a medida que los gases desprendidos se filtran a través de la película durante el calentamiento. Ejemplos de tales generadores de gas son los compuestos azoicos, bien conocidos en la industria. Tal espuma se puede producir también por descomposición simple o deshidratación de los propios productos químicos de pretratamiento. Fosfato de cinc (hopeita y/o fosfofilita), por ejemplo, después de haberse depositado sobre paneles de acero laminados en frío, se ha demostrado que forma espuma por calentamiento a aproximadamente 200 °C.

60 El sustrato revestido de la presente invención lleva un revestimiento que incluye una resina y de 5% a 70% en peso

de cinc, basado en el peso de la composición en polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, que incluye además opcionalmente de 0% a 65% en peso, basado en el peso de la composición en polvo, estando la composición sustancialmente exenta del pigmento que proporciona un efecto metálico. Se forma por el procedimiento de la presente invención descrito anteriormente.

5 **Ejemplo 1.** Formación de composiciones en polvo y aplicación a sustratos

Tabla 1.1A. Composiciones en polvo

Composiciones de la capa de base que contienen fosfato de cinc					
Ejemplo nº	1-1	1-2	1-3	1-4	2-1
	5%	10%	20%	30%	44%
	Zn ₃ (PO ₄) ₂	Zn ₃ (PO ₄) ₂	Zn ₃ (PO ₄) ₂	Zn ₃ (PO ₄) ₂	Zn ₃ (PO ₄) ₂
Resina epoxi A	92	92	92	92	92
Aducto de imidazol B	3	3	3	3	3
Pigmento de negro de carbono	3	3	3	3	3
Hidroxicompuesto C	20,8	20,8	20,8	20,8	20,8
Resina epoxi D	8	8	8	8	8
Polvo de cinc	0	0	0	0	0
Fosfato de cinc	6,7	14,5	32	54	100
Sílice de combustión	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%
Otras composiciones de la capa de base que inhiben la corrosión					
	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5
Resina epoxi A ¹	92	92	92	92	92
Aducto imidazol B ²	3	3	3	3	3
Pigmento de negro de carbono	3	3	3	3	3
Hidroxicompuesto C ³	20,8	20,8	20,8	20,8	20,8
Resina epoxi D ⁴	8	8	8	8	8
Polvo de cinc	237,5	225	200	175	150
Fosfato de cinc	0	0	0	0	0
FERROPHOS [®]	12,5	25	50	75	100
Fosfosilicato de estroncio y cinc	0	0	0	0	0
Borosilicato de calcio	0	0	0	0	0
Sílice de combustión	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%

1. Éter diglicidílico de resina epoxi de bisfenol A con un peso por epóxido entre 935 y 1.175.

2. Aducto imidazol con un éter diglicidílico de resina epoxi de bisfenol A

3. Éter diglicídico rematado en un extremo con bisfenol A con un peso equivalente de hidroxilo entre 370 y 400.

4. Resina epoxi Lote Maestro que contiene 90% en peso de un éter diglicídico de resina epoxi de bisfenol A con un peso por epóxido entre 795 y 895 y 10% en peso de modificador de flujo acrílico.

Tabla 1.1 B. Composiciones en polvo

Composiciones de la capa de base que contienen fosfato de cinc						
Ejemplo nº	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	Control
	44%					
	Zn ₃ (PO ₄) ₂					
Resina epoxi A	92	92	92	92	92	92
Aducto imidazol B	3	3	3	3	3	3
Pigmento de negro de carbono	3	3	3	3	3	3
Hidroxicompuesto C	20,8	20,8	20,8	20,8	20,8	20,8
Resina epoxi D	8	8	8	8	8	8
Polvo de cinc	150	175	200	225	237	250
Fosfato de cinc	100	75	50	25	12,5	0
Sílice de combustión	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%
Otras composiciones de la capa de base que inhiben la corrosión						
	4-1	4-2	4-3	4-4		
Resina epoxi A ¹	92	92	92	92		
Aducto imidazol B ²	3	3	3	3		
Pigmento de negro de carbono	3	3	3	3		
Hidroxicompuesto C ³	20,8	20,8	20,8	20,8		
Resina epoxi D ⁴	8	8	8	8		
Polvo de cinc	0	0	0	0		
Fosfato de cinc	0	0	0	0		
FERROPHOS [®]	0	0	0	0		
Fosfosilicato de estroncio y cinc	3,2	14	0	0		
Borosilicato de calcio	0	0	6,7	22,4		
Sílice de combustión	0,30%	0,30%	0,30%	0,30%		

5

1. Éter diglicídico de resina epoxi de bisfenol A con un peso por epóxido entre 935 y 1.175.

2. Aducto imidazol con un éter diglicídico de resina epoxi de bisfenol A.

3. Éter diglicídico de bisfenol A rematado en un extremo con bisfenol A con un peso equivalente de hidroxilo entre 370 y 400.

10 4. Resina epoxi Lote Maestro que contiene 90% en peso de un éter diglicídico de resina epoxi de bisfenol A con un peso por epóxido entre 795 y 895 y 10% en peso de modificador de flujo acrílico.

ES 2 524 433 T3

Las muestras de polvo se aplicaron electrostáticamente sobre paneles de acero de 7,68 cm x 12,8 cm x 0,082 cm (3 pulgadas x 5 pulgadas x 0,032 pulgadas). Los paneles fueron suministrados por ACT Laboratories, Inc., B-958, P-60 (enjuague con fosfato de cinc/sin cromo). Los paneles revestidos con el polvo se colocaron en un horno eléctrico de circulación de aire mantenido a 160 °C (320 °F) durante 20 minutos. El espesor de la película curada fue de 50-101 μm (2,0-4,0 mil).

Ejemplo 2: Evaluación de los paneles revestidos con polvo.

Cada uno de los paneles revestidos exhibieron una calificación de impacto directo/inverso de 1,84 kg-m (160 in-lb)/1,84 kg-m (160 in-lb).

Los paneles revestidos del Ejemplo 1 se marcaron con una "X" y se colocaron en una Cámara de Niebla Salina según el procedimiento ASTM B 117. A intervalos, los paneles fueron retirados de la cámara y raspados con un cuchillo sin filo, perpendicularmente a las líneas marcadas. El deterioro máximo (corrosión) se midió en pulgadas hacia fuera desde la línea marcada. Los paneles se expusieron típicamente durante 3.000-4.000 horas.

Como se muestra en la Tabla 2.1, a continuación, los paneles revestidos con la composición en polvo de la presente invención, Ejemplos 1-1, 1-2, 1-3, 1-4, y 2-1, exhibieron un nivel útil de resistencia al impacto y de resistencia a la corrosión por niebla salina.

Tabla 2.1 Arrastrado desde la marca X durante la exposición a niebla salina según ASTM B 117

Ejemplo nº	Comparativo	1-1	1-2	1-3	1-4	2-1
HORAS DE EXPOSICIÓN	66% de polvo de Zn	5% Zn ₃ (PO ₄) ₂	10% Zn ₃ (PO ₄) ₂	20% Zn ₃ (PO ₄) ₂	30% Zn ₃ (PO ₄) ₂	44% Zn ₃ (PO ₄) ₂
192	NC	NC	NC	NC	NC	NC
384	NC	NC	NC	NC	NC	NC
552	NC	NC	NC	NC	NC	NC
672	NC	NC	NC	NC	NC	NC
840	NC	NC	NC	NC	NC	NC
1.008	NC	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 '	<1/32 "
1.176	NC	NC	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 '	NC
1.344	NC	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 '	<1/32 "
1.512	NC	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 '	<1/32 "
1.680	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 "	<1/32 '	<1/32 "
1.848	<1/32 "	<1/32 "	1/32 "	1/32 "	<1/32 '	<1/32 "
2.016	<1/32 "	1/32 "	1/32 "	1/32 "	1/32 "	1/32 "
2.184	<1/32 "	1/32 "	1/32 "	1/32 "	<1/32 "	<1/32 "
2.352	<1/32 "	1/32 "	1/32 "	1/32 "	1/32 '	<1/32 "
2.520	<1/32 "	> 1/32 "	1/16 "	1/32 "	> 1/32 "	<1/32 "
2.688	<1/32 "	1/16 "	1/16 "	1/16 "	1/16 '	1/32 "
2.856	<1/32 "	1/16 "	> 1/16 "	1/16 "	1/16 '	1/16 "
3.024	<1/32 "	1/16 "	3/32 "	3/32 "	3/32 "	1/16 "
3.192	<1/32 "	1/16 "	3/32 "	3/32 "	3/32 "	1/16 "
3.360	1/32 "	3/32 "	1/8 "	> 3/32 "	3/32 "	1/16 "

ES 2 524 433 T3

Ejemplo nº	Comparativo	1-1	1-2	1-3	1-4	2-1
HORAS DE EXPOSICIÓN	66% de polvo de Zn	5% $Zn_3(PO_4)_2$	10% $Zn_3(PO_4)_2$	20% $Zn_3(PO_4)_2$	30% $Zn_3(PO_4)_2$	44% $Zn_3(PO_4)_2$
3.528	1/32 "	3/32 "	1/8 "	1/8 "	3/32 "	1/16 "
3.696	1/32 "	3/32 "	1/8 "	1/8 "	3/32 "	1/16 "
3.864	1/32 "	1/8 "	3/16 "	1/8 "	1/8 "	1/16 "
4.056	1/16 "	1/8 "	> 1/4 "	3/16 "	3/16 "	3/32 "

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un sustrato de acero revestido con una composición de revestimiento en polvo, comprendiendo dicha composición en polvo una resina epoxi basada en bisfenol A y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de fosfatos, estando dicha composición sustancialmente exenta del pigmento que proporciona un efecto metálico.
2. Un sustrato de acero revestido con una composición de revestimiento en polvo, comprendiendo dicha composición en polvo una resina epoxi basada en bisfenol A y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de molibdatos, estando dicha composición sustancialmente exenta del pigmento que proporciona un efecto metálico.
- 10 3. Un sustrato de acero revestido con una composición de revestimiento en polvo, comprendiendo dicha composición en polvo una resina epoxi basada en bisfenol A y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de cromatos, estando dicha composición sustancialmente exenta del pigmento que proporciona un efecto metálico.
- 15 4. Un sustrato de acero revestido con una composición de revestimiento en polvo, comprendiendo dicha composición en polvo una resina epoxi basada en bisfenol A y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de fosfuros metálicos, estando dicha composición sustancialmente exenta del pigmento que proporciona un efecto metálico.
- 20 5. Un sustrato de acero revestido con una composición de revestimiento en polvo, comprendiendo dicha composición en polvo una resina epoxi basada en bisfenol A y de 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de silicatos, estando dicha composición sustancialmente exenta del pigmento que proporciona un efecto metálico.
6. El sustrato de las reivindicaciones 1-5 en donde el sustrato es un resorte helicoidal de acero.
7. El sustrato de las reivindicaciones 1-6 en donde el sustrato es un resorte helicoidal de acero de alta resistencia.
8. El sustrato de las reivindicaciones 1-7 en donde la composición de revestimiento en polvo comprende también un agente de curado fenólico con función polihidroxílica que tiene un HEW de aproximadamente 200 a aproximadamente 500.
- 25 9. Un procedimiento para revestir un sustrato de acero que comprende
 - a. aplicar una composición de revestimiento en polvo que comprende una resina epoxi basada en bisfenol A y desde 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de fosfatos, estando dicha composición sustancialmente exenta de un pigmento que proporciona un efecto metálico, al sustrato de acero, y
 - b. calentar la composición de revestimiento en polvo hasta una temperatura mayor que 149 °C (300 °F) durante un tiempo suficiente para fundir el revestimiento.
- 30 10. Un procedimiento para revestir un sustrato de acero que comprende
 - a. aplicar una composición de revestimiento en polvo que comprende una resina epoxi basada en bisfenol A y desde 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de molibdatos, estando dicha composición sustancialmente exenta de un pigmento que proporciona un efecto metálico, al sustrato de acero, y
 - b. calentar la composición de revestimiento en polvo hasta una temperatura mayor que 149 °C (300 °F) durante un tiempo suficiente para fundir el revestimiento.
- 35 11. Un procedimiento para revestir un sustrato de acero que comprende
 - a. aplicar una composición de revestimiento en polvo que comprende una resina epoxi basada en bisfenol A y desde 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de cromatos, estando dicha composición sustancialmente exenta de un pigmento que proporciona un efecto metálico, al sustrato de acero, y
 - b. calentar la composición de revestimiento en polvo hasta una temperatura mayor que 149 °C (300 °F) durante un tiempo suficiente para fundir el revestimiento.
- 40 12. Un procedimiento para revestir un sustrato de acero que comprende
 - a. aplicar una composición de revestimiento en polvo que comprende una resina epoxi basada en bisfenol A y desde 5% a 70% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que
- 45 50

ES 2 524 433 T3

inhibe la corrosión seleccionado de fosfuros metálicos, estando dicha composición sustancialmente exenta de un pigmento que proporciona un efecto metálico, al sustrato de acero, y

b. calentar la composición de revestimiento en polvo hasta una temperatura mayor que 149 °C (300 °F) durante un tiempo suficiente para fundir el revestimiento.

5 13. Un procedimiento para revestir un sustrato de acero que comprende

a. aplicar una composición de revestimiento en polvo que comprende una resina epoxi basada en bisfenol A y desde 5% a 70% en peso, basada en el peso de la composición de revestimiento en polvo, de un pigmento que inhibe la corrosión seleccionado de silicatos como pigmento que inhibe la corrosión, estando dicha composición sustancialmente exenta de un pigmento que proporciona un efecto metálico, al sustrato de acero, y

10 b. calentar la composición de revestimiento en polvo hasta una temperatura mayor que 149 °C (300 °F) durante un tiempo suficiente para fundir el revestimiento.

14. El procedimiento de las reivindicaciones 9-13, en donde el sustrato de acero es un resorte helicoidal de acero.