

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 556 787**

51 Int. Cl.:

**C09D 175/02** (2006.01) **C08G 18/75** (2006.01)

**C09D 175/04** (2006.01)

**C08K 5/10** (2006.01)

**C08K 5/105** (2006.01)

**C08K 5/523** (2006.01)

**C08K 5/526** (2006.01)

**F16L 55/164** (2006.01)

**F16L 55/1645** (2006.01)

**C08G 18/32** (2006.01)

**C08G 18/73** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2012 E 12708204 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.09.2015 EP 2691485**

54 Título: **Métodos para revestir tuberías de agua potable y dispersiones de pigmentos que comprenden compuestos de alquil fenil éster**

30 Prioridad:

**30.03.2011 US 201161469231 P**

**20.04.2011 US 201161477259 P**

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

**20.01.2016**

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY**

**(100.0%)**

**3M Center Post Office Box 33427**

**Saint Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

**FORES, STUART E. y**

**ROBINSON, IAN**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

**ES 2 556 787 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

Métodos para revestir tuberías de agua potable y dispersiones de pigmentos que comprenden compuestos de alquil fenil éster

5

**Antecedentes**

Los métodos de renovación estructural y tuberías de agua potable sin zanja incluyen la tubería en el método de tuberías, el método de estallido de tuberías, y el método de revestimiento de las paredes con polietileno fino. Tal como se describe en US-7.189.429, estos métodos son pocos ventajosos debido a la incapacidad de tratar los codos de una tubería y al hecho de que las tuberías secundarias de conexión con las instalaciones de los clientes deben desconectarse y después volverse a instalar tras la ejecución del proceso de renovación.

10

La patente US-7.189.429 describe un método para formar un revestimiento sobre la superficie interna de una tubería de agua potable, comprendiendo el método las etapas de: a) proporcionar un sistema de revestimiento líquido en dos partes; b) mezclar la primera parte y la segunda parte para formar una mezcla, y c) aplicar la mezcla como revestimiento a la superficie para formar, a una velocidad de endurecimiento elevada, un recubrimiento monolítico, que muestra elevada resistencia y flexibilidad. Preferiblemente, las dos partes del sistema se aplican mediante un equipo de pulverización calentado sin aire. Dicho equipo puede, por ejemplo, incluir un cabezal centrífugo o un montaje en forma de pistola pulverizadora con automezclado.

15

20

La patente US-6.730.353 describe un revestimiento para tuberías de agua potable. El sistema de revestimiento en dos partes comprende una primera parte que comprende uno o más poliisocianatos alifáticos mezclados opcionalmente con una o más resinas de aminas reactivas y/o de resinas no reactivas, y una segunda parte que comprende una o más poliaminas aromáticas opcionalmente combinadas con una o más poliaminas oligoméricas, de forma que las dos partes, cuando se mezclan entre sí y se aplican a las superficies internas de las tuberías, forman un revestimiento impermeable de fraguado rápido adecuado para su contacto con el agua potable.

25

En WO2010/120617 se describen métodos para formar un revestimiento sobre las superficies (por ejemplo, interna) de una tubería (por ejemplo, agua potable) con composiciones de revestimiento en dos partes que comprenden una primera parte que comprende al menos un poliisocianato y una segunda parte que comprende al menos un éster de ácido aspártico. También se describe una composición de revestimiento en dos partes reactiva que comprende una primera parte que comprende al menos un poliisocianato y una segunda parte que comprende al menos un éster de ácido aspártico y al menos una amina aromática que es sólida a 25 °C.

30

35

Tal como se describe en WO 2010/120617, "La primera y/o segunda parte puede comprender varios aditivos como se conoce en la técnica, siempre que su inclusión esté permitida según los requisitos de la norma NSF/ANSI. Por ejemplo, se pueden añadir pigmentos, dispersantes y auxiliares de molienda, inactivadores de agua, tixotropos, desespumantes, etc. para mejorar la capacidad de fabricación, las propiedades durante la aplicación y/o la vida útil".

40

3M ha comercializado composiciones de revestimiento en dos partes para tuberías de agua potable en donde la primera parte comprende al menos un poliisocianato y una dispersión de pigmento que comprende dióxido de titanio y una resina epoxídica líquida comercializada por Dow con la designación comercial "DER331".

45

El documento EP-1 486 522 A2 describe un método para la renovación de tuberías de agua potable existentes mediante la aplicación de la composición de revestimiento líquido en dos partes a la superficie interna de la tubería. En EP-1 486 522 A2 se notifica el problema del olor y el sabor del revestimiento (véanse las Tablas 3 y 6 de EP-1 486 522 A2). Los ejemplos de las Tablas 1, 4 y 7 de EP-1 486 522 A2 describen composiciones que comprenden un poliisocianato alifático, resinas epoxídicas, pigmentos, y un éster de poliéter poliol ramificado.

50

**Sumario**

Aunque se han descrito varias composiciones de revestimiento para tuberías de agua potable que comprenden aditivos, la industria encontraría una ventaja en aditivos alternativos que no transmitieran aromas ni sabores.

55

En una realización, se describe un método para conformar un revestimiento sobre la superficie de una tubería. El método comprende proporcionar una composición de revestimiento que comprende una primera parte, que comprende al menos un poliisocianato alifático, y una segunda parte que comprende al menos un diamina, en donde la composición de revestimiento comprende uno o más compuestos de alquilfenil éster en donde el grupo alquilo comprende al menos 8 átomos de carbono; combinar la primera parte y la segunda parte para formar una mezcla líquida; aplicar la mezcla líquida a las superficies internas de la tubería; y permitir que la mezcla fragüe para formar un revestimiento curado.

60

En otra realización, se describe una tubería (por ejemplo, para agua potable) que comprende el producto de reacción del revestimiento descrito.

65

En cada una de dichas realizaciones, el compuesto de alquil fenil éster tiene preferiblemente la fórmula general

## R-L-Ph

en donde R es un grupo alquilo que comprende al menos 8 átomos de carbono,

L es un grupo enlazador divalente; y

Ph es fenilo.

En algunas realizaciones favorecidas, el grupo alquilo comprende al menos 10 o 12 átomos de carbono.

Se cree que las composiciones en dos partes descritas en la presente memoria deben cumplir con los requisitos de la norma NSF/ANSI 61 - 2008.

**Descripción detallada**

La presente invención proporciona un método en donde un sistema de revestimiento en dos partes se aplica a las superficies internas de una tubería de manera que se forme, a una velocidad de endurecimiento elevada, un revestimiento impermeable adecuado para su contacto con agua potable. Debido a sus propiedades de fraguado rápido e insensibilidad a la humedad, el sistema utilizado en el método de la presente invención es particularmente útil como revestimiento aplicado "in-situ" para la renovación de las tuberías de agua potable existentes.

La primera parte de la composición de revestimiento en dos partes comprende por lo general al menos un poliisocianato y la segunda parte comprende al menos una poliamina (por ejemplo, una diamina). Después de la aplicación y el endurecimiento, la composición de revestimiento comprende el producto de reacción de dichos primer y segundo componentes. El revestimiento que ya ha reaccionado comprende grupos urea (-NR-C(O)-NR-). Los polímeros que contienen grupos urea se denominan frecuentemente poliureas. Cuando la composición de revestimiento en dos partes comprende otros componentes de isocianato reactivo o de amina reactiva, el revestimiento reaccionado puede comprender también otros grupos.

La composición de revestimiento, típicamente la primera parte (es decir, que contiene isocianato) comprende además uno o más compuestos de alquil fenil éster. A diferencia de los ftalatos de butilo y de los ftalatos de di-2-etilhexilo (DEHP), los compuestos de alquil fenil éster descritos en la presente memoria comprenden un grupo alquilo que tiene al menos 8 átomos de carbono.

Los compuestos de alquil fenil éster tienen generalmente la siguiente fórmula general

## R-L-Ph

en donde R es un grupo alquilo que comprende al menos 8 átomos de carbono, L es un grupo enlazador divalente y Ph es fenilo. En algunas realizaciones favorecidas, R tiene al menos 10 o 12 átomos de carbono.

Un caso adecuado de compuestos se puede representar por la siguiente fórmula general



en donde R es un grupo alquilo que comprende al menos 8, 10 o 12 átomos de carbono. Esta clase de compuestos se denomina ésteres alquilsulfónicos de fenol. Esta clase de compuesto se deriva de fenol, en lugar de ácido ftálico. A diferencia de los ftalatos, que se pueden clasificar como diésteres, que tienen dos grupos alquilo en los extremos cada uno de ellos unido a un anillo de fenilo mediante un grupo enlazador éster, los compuestos de alquil fenil éster descritos en la presente memoria son por lo general monoésteres o específicamente monosulfoésteres.

Los compuestos de alquil fenil éster suelen comercializarse de forma típica en forma de una mezcla de compuestos que tienen grupos alquilo desde al menos 8, 10 o 12 átomos de carbono a aproximadamente 24 átomos de carbono. En algunas realizaciones, al menos aproximadamente 30% de la mezcla comprende moléculas con un grupo alquilo que tiene al menos 14, 15, o 16 átomos de carbono. En algunas realizaciones, menos de 5, 4, 3, 2, o 1% en peso de la mezcla comprende moléculas que tienen 18 átomos de carbono o más.

Un compuesto ilustrativo comercial está disponible de Lanxess, Pittsburg, PA con la designación comercial "Mesamoll".

- 5 En algunas realizaciones, el compuesto o compuestos de alquil fenil éster está presente en la composición descrita en la presente memoria en forma de un aditivo no reactivo. Por ejemplo, se ha descubierto que este tipo de compuestos de alquil fenil éster son una sustitución adecuada de las resinas epoxídicas basadas en bisfenol A en dispersiones de pigmento. En esta realización, las composiciones de revestimiento (por ejemplo tuberías) y la parte de isocianato de las mismas están exentas de componentes (por ejemplo, reactivos) derivados de bisfenol A. Las composiciones de revestimiento (es decir, curadas) transmiten ventajosamente poco o ningún olor junto con poco o ningún sabor al agua.
- 10 Cuando se fabrica una composición en dos partes pigmentada (por ejemplo, poliurea), no suele ser deseable añadir directamente el pigmento al compuesto de isocianato ya que se genera calor debido al mezclado y esto puede inducir la homopolimerización del componente de isocianato.
- 15 Por tanto, se describe una dispersión de pigmento que comprende un pigmento y uno o más compuestos de alquil fenil éster, tal como se describe en la presente memoria.
- 20 Un pigmento es cualquier sustancia, habitualmente en forma de polvo seco, que transmite color a otra sustancia de la mezcla. Con la excepción de algunos pigmentos orgánicos naturales, la mayoría de pigmentos son insolubles en disolventes orgánicos y agua. En la presente memoria, pigmento se refiere a un material con un valor colorante positivo, exclusivo de baritas blanqueantes, arcillas y talco. Algunos pigmentos (tales como óxido de cinc y negro de carbón) también son agentes de refuerzo. Los pigmentos de la dispersión de pigmento descrita en la presente memoria, comprenden preferiblemente una sustancia inorgánica que transmite colores tales como un óxido metálico incluyendo óxido de hierro, óxido de cinc y especialmente dióxido de titanio. Aunque las dispersiones de pigmentos de otros óxidos metálicos diferentes tales como cromatos de cobalto, cromo o plomo serían adecuadas para otras composiciones de revestimiento en dos partes, los pigmentos que contienen metales pesados no se utilizarían en revestimientos para tuberías de agua potable.
- 25 Cuando el pigmento tiene un tamaño de partícula adecuado, se puede preparar una dispersión combinando el pigmento y el compuesto o compuestos de alquil fenil éster, tal como mediante el uso de una mezcladora de alta velocidad.
- 30 Cuando se desea un tamaño de partícula de pigmento relativamente pequeño, se pueden preparar dispersiones de pigmento por molienda del pigmento en el medio de dispersión de compuesto de alquil fenil éster. El contenido de la mezcla de molienda puede incluir el producto molido y un medio de molienda. El producto molido incluye el pigmento y el compuesto o compuestos de alquil fenil éster.
- 35 Los equipos de mezclado pueden incluir un amasador a presión, un amasador abierto, un mezclador orbital, y un mezclador Dalton Universal. Los equipos de molienda y dispersión adecuados son un molino de cuentas, molino de perlas, molino coloidal, un dispersador de alta velocidad, rodillos dobles; un molino de cuentas, un acondicionador de pintura, y rodillos triples. Las dispersiones también se pueden preparar mediante energía de ultrasonidos.
- 40 Se pueden utilizar diferentes tipos de materiales como medios de molienda, tales como vidrio, cerámica, metales, y plásticos. En una realización preferida, los medios de molienda pueden incluir partículas, preferiblemente las que tienen forma sustancialmente esférica, por ejemplo, cuentas que consisten esencialmente en resina polimérica o perlas de óxido de circonio estabilizado con itrio.
- 45 Tras completar la molienda, el medio de molienda se separa de la dispersión líquida usando técnicas de separación convencionales, tales como la filtración, tamizado con un tamiz de malla, y similares. Frecuentemente el tamiz se incorpora al molino, por ejemplo, en un molino de cuentas. El concentrado de pigmento molido se separa preferiblemente de los medios de molienda por filtración.
- 50 El tiempo de molienda y/o mezclado puede variar ampliamente y depende del tipo de pigmento, los medios mecánicos y las condiciones de residencia seleccionados, el tamaño de partícula inicial y final, etc. En las realizaciones en donde la composición de revestimiento o la parte de isocianato de la misma es transparente, se suelen favorecer dispersiones de pigmento con un tamaño de partícula promedio inferior a 100 nm.
- 55 En el proceso de mezclar y/o moler la dispersión de pigmento, cada proceso se suele llevar a cabo con enfriamiento para evitar la acumulación de calor.
- 60 La composición de revestimiento de la tubería, o parte de isocianato de la misma, puede contener más de un pigmento, preparado usando dispersiones independientes para cada pigmento, o alternativamente, se pueden mezclar varios pigmentos y/o molturarse conjuntamente al preparar la dispersión.
- 65 Las cantidades preferidas y relaciones de ingredientes entre la dispersión de pigmentos variarán ampliamente dependiendo de los materiales especificados y de las aplicaciones previstas. El proceso de dispersión del pigmento se puede llevar a cabo de forma continua, discontinua o semicontinua.
- Las dispersiones de pigmento descritas en la presente memoria son preferiblemente no acuosas y exentas de disolvente. La concentración de pigmento suele ser inferior a la concentración de compuesto o compuestos de alquil

fenil éster en la dispersión de pigmento. La relación en peso entre el pigmento y el compuesto de alquil fenil éster suele estar comprendida entre aproximadamente 1:4 y aproximadamente 1:2. Cuando el pigmento es titanio, la concentración de titanio en la dispersión suele estar comprendida entre aproximadamente 50 y aproximadamente 70% en peso.

5 En general, es normalmente deseable preparar una dispersión de pigmento concentrado que posteriormente se diluye en la concentración adecuada para usar en la composición de revestimiento o parte de isocianato de la misma. Esta técnica permite la preparación de una mayor cantidad de dispersión de pigmento desde el equipo. Por dilución, se consigue el color deseado o la composición de revestimiento o la parte de isocianato.

10 Tener una diferencia de color entre la primera y la segunda parte es también beneficioso como referencia visual de un buen mezclado. Por ejemplo, cuando la primera parte es blanca, por ejemplo, por inclusión de titanio, y la segunda parte es negra, se obtiene un revestimiento uniforme de color gris opaco tras mezclado suficiente (sin listas blancas o negras).

15 Cuando el uno o más compuestos de alquil fenil éster están presentes en la composición descrita en la presente memoria como aditivo no reactivo, la concentración suele ser relativamente baja. Por ejemplo, la concentración de compuestos de alquil fenil éster puede estar comprendida entre aproximadamente 0,2 y aproximadamente un 5% en peso de la composición de revestimiento total. En algunas realizaciones, la concentración de compuesto(s) de alquil fenil éster no es mayor del 4% en peso, o 3% en peso, 2% en peso, o 1% en peso. Cuando la composición de compuesto(s) de alquil fenil éster es lo suficientemente baja, la inclusión de la misma no tiene un efecto sustancial sobre las propiedades físicas del revestimiento curado. Cuando la composición de revestimiento para tuberías se utiliza como "lámina estructural", la composición curada tiene típicamente una resistencia elevada junto con una baja elongación de rotura. Alternativamente, las composiciones de mayor flexibilidad, como se evidencia por la mayor elongación de rotura, se pueden utilizar como láminas "semiestructurales" o "interactivas". Dichas composiciones de revestimiento comprenden típicamente una pequeña concentración de compuestos de alquil fenil éster, tal como se acaba de describir.

25 En otras realizaciones, la composición de revestimiento para tuberías se utiliza como revestimiento "no estructural". En esta realización, el revestimiento para tuberías solamente requiere proporcionar una barrera impermeable al agua entre el agua corriente y las superficies internas de la tubería. En esta realización, la composición de revestimiento para tuberías puede comprender una concentración más elevada de compuesto(s) de alquil fenil éster. Por ejemplo, los compuestos de alquil fenil éster pueden estar presentes en una cantidad comprendida entre 5% en peso y 20% en peso de la composición de revestimiento total. Esta realización es adecuada para proporcionar composiciones de revestimiento y las partes de isocianato de la misma que están exentas de plastificantes de ftalato, especialmente de los que tienen grupos alquilo C4 o C6 o C8. En algunas realizaciones, la concentración de compuesto(s) de alquil fenil éster no es mayor del 25% en peso, 20% en peso, o 15% en peso de la primera parte (es decir, isocianato). Dependiendo de la relación en peso entre la primera y la segunda parte, la concentración de compuesto(s) de alquil fenil éster respecto a la composición total puede no ser superior a aproximadamente el 12,5% en peso o 10% en peso o 7,5% en peso.

30 La primera parte del revestimiento en dos partes comprende uno o más poliisocianatos. "Poliisocianato" se refiere a cualquier compuesto orgánico que tiene dos o más grupos isocianato (-NCO) reactivos en una única molécula tales como diisocianatos, triisocianatos, tetraisocianatos, etc., y mezclas de los mismos. Habitualmente se emplean moléculas de poliisocianato cíclicas y/o lineales. Los poliisocianato(s) del componente de isocianato son preferiblemente alifáticos.

35 Los poliisocianatos alifáticos adecuados incluyen derivados de hexametileno-1,6-diisocianato; diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno; diisocianato de isoforona; y diisocianato de 4,4'-diclohexilometano. Alternativamente, se pueden utilizar productos de reacción o prepolímeros de poliisocianatos alifáticos.

40 La primera parte comprende de manera general al menos un poliisocianato alifático. Dichos poliisocianatos alifáticos comprenden habitualmente uno o más derivados de hexametileno-1,6-diisocianato (HDI). En algunas realizaciones, el poliisocianato alifático es un derivado de diisocianato de isoforona. El poliisocianato alifático puede comprender una uretdiona, biuret, y/o isocianurato de HDI.

45 En algunas realizaciones, la primera parte comprende al menos un poliisocianato(s) alifático exento de disolvente que está sustancialmente exento de monómero de isocianato (HDI), es decir, menos del 0,5% y más preferiblemente no superior a 0,3% medido según la norma DIN EN ISO 10 283. Están disponibles varios poliisocianato(s) alifáticos exentos de disolvente. Un tipo de poliisocianato de uretdiona HDI está comercializado por Bayer Material Science LLC, Pittsburg, PA (Bayer) con la designación comercial "Desmodur N 3400". Otro poliisocianato HDI es un trímero, del que se informa tiene una viscosidad de aproximadamente 1200 mPas a 23 °C comercializado por Bayer con la designación comercial "Desmodur N 3600". Dichos poliisocianatos suelen tener un contenido en isocianato de 20-25%. Otro poliisocianato es una resina de prepolímero alifático que comprende grupos éter, basada en HDI, de la que se informa tiene una viscosidad de aproximadamente 2500 mPas a 23 °C y está comercializada por Bayer con la designación comercial "Desmodur XP 2599". Otra resina de poliisocianato alifático basada en HDI está comercializada por Bayer con la designación comercial "Desmodur N3800". Este material tiene un contenido en NCO de 11% y una viscosidad de 6000 mPa.s a 23 °C. Otra resina de poliisocianato alifático basada en HDI y diisocianato de isoforona está comercializada por Bayer con la designación comercial "Desmodur NZ1". Este material tiene un contenido en NCO de 20% y una viscosidad de 3000 mPa.s a 23 °C.

En algunas realizaciones, los tipos y cantidad de componentes de la primera parte se seleccionan para proporcionar una lámina estructural. En esta realización, la primera parte puede comprender una mezcla de un primer prepolímero de poliisocianato alifático que tiene una viscosidad de al menos 2000 o 2500 mPa.s a 23 °C, tal como “Desmodur XP 2599”, junto con un poliisocianato de menor viscosidad, que tiene una viscosidad no superior a 1500 mPa.s a 23 °C, tal como “Desmodur N 3600”. El prepolímero de poliisocianato alifático de baja viscosidad suele estar presente a una relación en peso comprendida entre aproximadamente 1:1 o 2:1 y 4:1 siendo preferida una relación de aproximadamente 3:1. En otra realización, la primera parte comprende una mezcla del primer prepolímero de poliisocianato alifático que tiene una viscosidad de al menos 2000 o 2500 mPa.s a 23 °C, tal como “Desmodur XP 2599”, junto con un poliisocianato de mayor viscosidad, que tiene una viscosidad de al menos de 3000 mPa.s a 23 °C, tal como “Desmodur NZ1”. El poliisocianato de alta viscosidad suele estar presente a una relación en peso comprendida de aproximadamente 2:1 a 1:2 y siendo preferida una relación de aproximadamente 2:1.

En otras realizaciones, los tipos y cantidad de componentes de la primera parte se seleccionan para proporcionar una lámina “semiestructural”. En esta realización, la primera parte puede comprender una mezcla de Desmodur N 3400 y Desmodur XP 2599 con una relación en peso de aproximadamente 1:1 a 1:2.

En otras realizaciones más, los tipos y cantidades de componentes de la primera parte se seleccionan para proporcionar un revestimiento “no estructural”. En esta realización, la primera parte puede comprender un poliisocianato alifático de baja viscosidad tal como “Desmodur N3400” o “Desmodur N3600”.

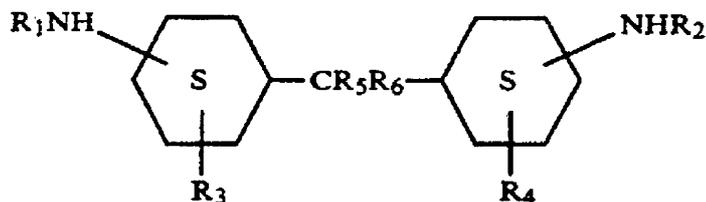
En algunas realizaciones, la primera parte está sustancialmente exenta de otras “resina(s) de amina reactiva(s)” es decir, una resina que comprende grupos funcionales que pueden reaccionar con aminas primarias o secundarias. La primera parte también puede estar exenta de compuestos funcionalizados con epoxi y compuestos que contienen enlaces carbono-carbono insaturados que pueden experimentar una “adición de Michael” con poliaminas (por ejemplo, poliácridatos monoméricos u oligoméricos). La primera parte puede comprender opcionalmente otras resinas no reactivas (es decir, además de los compuesto(s) de alquil fenil éster. En algunas realizaciones, la composición está exenta de otras resinas no reactivas.

La segunda parte del revestimiento en dos partes comprende una o más poliaminas. Tal como se usa en la presente memoria, poliamina se refiere a compuestos que tienen al menos dos grupos amino, conteniendo cada uno al menos un hidrógeno (grupo N-H) seleccionado entre amina primaria o amina secundaria. En algunas realizaciones, el segundo componente comprende o consiste solamente en una o más aminas secundarias.

En una composición de revestimiento preferida (por ejemplo, estructural), el componente de amina comprende al menos una diamina secundaria cíclica alifática. A diferencia del éster de ácido aspártico, los sustituyentes de amina secundaria carecen de grupo éster.

En una realización, la segunda parte comprende una o más diaminas secundarias cíclicas alifáticas que comprenden dos grupos hexilo, opcionalmente sustituidos, unidos mediante un grupo puente. Cada uno de los anillos de hexilo comprende un sustituyente de amina secundaria.

La diamina secundaria cíclica alifática tiene típicamente la siguiente estructura general:



(Fórmula 1)

en donde  $R_1$  y  $R_2$  son independientemente grupos alquilo lineales o ramificados, que tienen de 1 a 10 átomos de carbono.  $R_1$  y  $R_2$  suelen ser el mismo grupo alquilo. Los grupos alquilo representativos incluyen los grupos metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, butilo secundario, butilo terciario, y los diferentes grupos isoméricos pentilo, hexilo, heptilo, octilo, nonilo, y decilo. El símbolo “S” en el centro de los anillos hexilo indica que estos grupos cíclicos están saturados. Los  $R_1$  y  $R_2$  preferidos contienen al menos tres átomos de carbono, y el grupo butilo está especialmente favorecido, tal como el grupo sec-butilo.

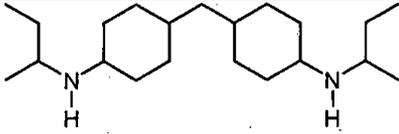
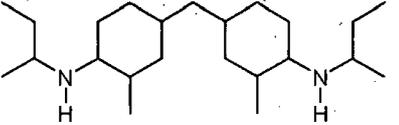
$R_3$ ,  $R_4$ ,  $R_5$  y  $R_6$  son independientemente hidrógeno o un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene de 1 a 5 átomos de carbono.  $R_3$ , y  $R_4$  típicamente son el mismo grupo alquilo. En algunas realizaciones,  $R_5$  y  $R_6$  son hidrógeno. Además. En algunas realizaciones,  $R_3$ , y  $R_4$  son metilo o hidrógeno.

Los sustituyentes se han representado de forma tal que el grupo alquilamino puede estar situado en cualquier parte del anillo con respecto al grupo  $CR_5R_6$ . Además, los sustituyentes  $R_3$  y  $R_4$  pueden ocupar cualquier posición con

respecto a los grupos alquilamino. En algunas realizaciones, los grupos alquilamino se encuentran en las posiciones 4,4' con respecto al puente CR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>. Además, los sustituyentes R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> suelen ocupar las posiciones 3 y 3'.

Las diaminas secundarias cíclicas alifáticas comerciales que tienen esta estructura incluyen:

5

Nombre comercial químico (Proveedor, ubicación)	Nombre	Estructura química
"Clearlink 1000" (Dorf Ketal Chemicals LLC, Stafford, TX)	Ciclohexanamina, 4,4'-metilenbis(N-(1-metilpropi)-	
"Clearlink 3000" (Dorf Ketal Chemicals LLC)	3,3'-dimetilciclohexanamina, 4,4'-metilenbis(N-(1-metilpropi)-	

En otras realizaciones, la segunda parte puede comprender una o más diaminas secundarias cíclicas alifáticas que comprenden un único anillo de hexilo tal como las descritas en la solicitud de patente estadounidense 61/469.231 presentada el 30 de marzo 30 de 2011; incorporada por referencia a la presente memoria.

10

En algunas realizaciones, una o más diamina(s) secundaria(s) cíclica(s) alifática(s) son el único componente(s) de isocianato reactivo. Por ejemplo, el componente de isocianato reactivo de la segunda parte puede incluir una sola especie o una mezcla de especies según la Fórmula 1.

15

En algunas composiciones de revestimiento para tuberías realizadas (por ejemplo, estructural), la segunda parte comprende típicamente al menos 20% en peso o 25% en peso de diamina secundaria cíclica alifática comprendiendo el resto de la segunda parte una cantidad principal de carga y una cantidad menor de aditivos opcionales, como pigmentos. En algunas realizaciones, la segunda parte puede comprender no más de 30% en peso, 35% en peso, 40% en peso o 45% en peso de diamina secundaria cíclica alifática.

20

Cuando la segunda parte comprende solamente una o más diaminas secundarias cíclicas alifáticas, la primera parte debe estar exenta de resinas de amina reactiva aromática. Aunque el aditivo alquil fenil éster comprende un grupo aromático, dicho compuesto no es reactivo.

25

En otras realizaciones, una diamina secundaria cíclica alifática se puede combinar con una o más poliaminas alifáticas lineales (tales como "Ethacure 90) o ramificadas.

30

En otras realizaciones (por ejemplo, semiestructurales), la segunda parte comprende una o más diaminas aromáticas. La poliamina aromática utilizada puede ser cualquier compuesto orgánico que contiene al menos dos grupos amina primarios o secundarios, en donde dichos grupos amina se han sustituido directamente en un resto aromático. Las poliaminas aromáticas adecuadas incluyen dietiltoluenodiamina; dimetilto toluenodiamina; 4,4'- metilenbis (2-isopropil-6-metilaniлина); 4,4'-metilenbis (2,6-diisopropilaniлина); 4,4'-metilenbis (2,6-dimetilaniлина); 4,4'-metilenbis (2,6-dietilaniлина); 4,4'-metilenbis (2-etil-6-metilaniлина); 4,4'-metilenbis (3-cloro-2,6-dietilaniлина). Dichas diaminas aromáticas se comercializan por varios proveedores incluyendo Lonza Group Ltd, Basel, Suiza. En algunas realizaciones, una o más diaminas aromáticas son el único componente de isocianato reactivo del componente de la segunda parte de la composición de revestimiento.

35

En algunas realizaciones, la segunda parte comprende solamente una o más poliaminas (por ejemplo, diaminas) y está exenta de otros componentes de isocianato reactivos como componentes funcionalizados con hidroxilo. Así, el producto de reacción se puede caracterizar como una poliurea, en contraste con un poliuretano.

40

La primera y/o la segunda parte comprenden típicamente una carga. Una carga es un material sólido insoluble frecuentemente utilizado para añadir volumen o para ampliar las capacidades de los pigmentos sin afectar negativamente la química reactiva de la mezcla de revestimiento. A diferencia de los pigmentos que tienen propiedades ópticas deseables y que suelen ser relativamente caros, las cargas típicamente no tienen dichas propiedades ópticas y por lo general son más baratas que los pigmentos. Muchas cargas son minerales inorgánicos naturales tales como talco, arcilla, carbonato cálcico, caolín, blanqueante y sílice. Otras cargas ilustrativas incluyen microesferas cerámicas, microesferas poliméricas huecas tales como las disponibles de Akzo Nobel, Duluth, GA con la designación comercial "Expancel 551 DE"), y microesferas de vidrio hueco (tales como las comercializadas por 3M Company, St. Paul, Minn. con la designación comercial "K37"). Las microesferas de vidrio hueco son especialmente ventajosas porque demuestran una estabilidad térmica excelente y un impacto mínimo sobre la viscosidad y la densidad de la dispersión.

50

En algunas realizaciones, se emplea una carga, como carbonato de calcio y magnesio o carbonato de calcio en la primera parte a una concentración de al menos 5% en peso, o 10% en peso, 15% en peso, o 20% en peso a aproximadamente 40% en peso. En algunas realizaciones, tanto la primera como la segunda parte comprenden carga. La segunda parte puede comprender carga a una concentración incluso más elevada que la primera parte. La concentración de carga de la segunda parte puede estar comprendida de aproximadamente 50% en peso a aproximadamente 70% en peso.

Una carga puede ser más o menos densa que el carbonato de calcio. En su conjunto, la composición total comprende típicamente al menos aproximadamente 5%, 10% o 15% a aproximadamente 45% en volumen de carga inorgánica en forma de partículas.

La primera y/o segunda parte puede comprender varios aditivos como se conoce en la técnica, siempre que su inclusión esté permitida según los requisitos de la norma NSF/ANSI. Por ejemplo, se pueden añadir pigmentos, dispersantes y auxiliares de molienda, inactivadores de agua, tixotropos, desespumantes, etc. para mejorar la capacidad de fabricación, las propiedades durante la aplicación y/o la vida útil".

La estequiometría de la reacción de poliurea se basa en una relación de equivalentes de isocianato del primer componente con los equivalentes de la amina del segundo componente. Los componentes primero y segundo se hacen reaccionar en una relación estequiométrica de al menos aproximadamente 1:1. Preferiblemente, el isocianato se utiliza en ligero exceso, de tal manera que la primera parte se combina con la segunda parte en una relación de 1,05 a 1,35 equivalentes de isocianato a amina. La primera parte generalmente se combina con la segunda parte en una relación en volumen de aproximadamente 1:1 a 2,5:1.

Las partes primera y segunda son preferiblemente líquidas cada una de ellas a temperaturas comprendidas entre 5 °C y 25 °C. A la vista de los espacios confinados en el interior de la tubería y la falta resultante de una salida adecuada del vapor, tanto la primera parte como la segunda parte están sustancialmente exentas de cualquier disolvente volátil. Esto es, la solidificación del sistema aplicado a la tubería interior no necesita secado ni evaporación del disolvente desde ninguna parte del sistema. Para disminuir adicionalmente la viscosidad, se pueden calentar una o ambas partes. Además, la composición de revestimiento tiene una vida útil de al menos 6 meses, más preferiblemente al menos un año, y lo más preferiblemente, al menos dos años.

En algunas realizaciones, las composiciones de revestimiento descritas en la presente memoria son especialmente adecuadas para tuberías de distribución de agua, que tienen típicamente un diámetro  $\geq 7,6$  cm (3 pulgadas) hasta aproximadamente 91 cm (36 pulgadas). La siguiente tabla describe propiedades típicas y preferidas de las composiciones de revestimiento curadas para tuberías de distribución de agua tal como se determina según los métodos de ensayo descritos en los ejemplos.

*Intervalos de rendimiento preferidos para revestimientos estructurales para tuberías*

Propiedad física	Propiedad típica	Intervalo preferido	ASTM F 1216-09 Objetivo de propiedad física inicial
<b>Espesor del revestimiento</b>	1-15	n/a	n/a
<b>Tiempo de fraguado de la película</b>	30 — 180 segundos	30 — 120 segundos	n/a
<b>Resistencia a la tracción (MPa)</b>	20 - 45	25—45 35 - 45	> 21
<b>Elongación de rotura (%)</b>	1 - 30	2 - 10	n/a
<b>Módulo de flexión (MPa)</b>	1700 — 4500	2000 - 4500	> 1700
<b>Resistencia a la flexión (MPa).</b>	30 - 60	40 - 60	> 30
<b>Temperatura de transición vítrea. (Tg)</b>	25-160	75 - 160	n/a
<b>Absorción de agua (%)</b>	< 2%	<1,5	n/a

*Intervalos de rendimiento preferidos para revestimientos semiestructurales para tuberías*

Propiedades físicas	Propiedad preferida	Intervalo más preferido de la propiedad
<b>Espesor del revestimiento</b>	1 — 6 mm	3 - 4 mm
<b>Tiempo de fraguado de la película</b>	2 — 3 minutos	

<b>Resistencia a la tracción (MPa)</b>	10 — 30 MPa	15 — 25 MPa
<b>Elongación de rotura (%)</b>	30- 50% a 125 -150%	60-90%
<b>Resistencia a la flexión (MPa)</b>	10 a 20-30 MPa	15-25%
<b>Módulo de flexión (MPa)</b>	500-1000 MPa	600-800 MPa
<b>Dureza</b>	60-80 Shore D	65-75 Shore D
<b>Resistencia al impacto 3 mm (120 mil) de grosor de la película</b>	al menos 10 J	al menos 15 J
<b>Coefficiente de expansión térmica</b>	menor de 200 ppm	
<b>Absorción de agua</b>	< 2%	<1,5

Las composiciones de revestimiento descritas en la presente memoria proporcionan ventajosamente estas propiedades deseadas a la vez que cumplen la norma NSF/ANSI 61-2008 (es decir, la norma estadounidense) y también se cree que cumplen con la Regulación 31 de la Normativa de suministro de aguas (Water Quality) (es decir, la norma británica).

5 La composición de revestimiento se aplica típicamente directamente sobre las superficies internas de una tubería sin aplicar a la superficie una capa de imprimación. Esto se puede llevar a cabo usando diferentes técnicas de revestimiento por pulverización. Típicamente, el componente amina y el componente isocianato se aplican usando un aparato de pulverización que permite que los componentes se combinen inmediatamente antes de salir del equipo. Para llevar a cabo el método de la invención, las partes primera y segunda del sistema se alimentan independientemente, por ejemplo, mediante tuberías flexibles, a un equipo de pulverización que pueda impulsarse a través de una tubería existente a renovar. Por ejemplo, un vehículo de control remoto, como el descrito en US-2006/0112996, puede introducirse en la tubería para transportar el equipo de pulverización a lo largo de la tubería. El equipo preferentemente calienta las dos partes del sistema antes de aplicarlas al interior de la tubería y mezcla las dos partes inmediatamente antes de aplicar la mezcla a la superficie interna de la tubería. La mezcla de las dos partes cura sobre la superficie interior de la tubería para formar una capa impermeable al agua (por ejemplo monolítica). Este tipo de capas se pueden formar cuando la tubería se ha tendido inicialmente, o después de un periodo de uso a medida que la tubería comienza a deteriorarse. Notablemente, la composición descrita en la presente memoria se puede aplicar a un calibre de al menos 5 mm en un solo paso formando una capa continua curada.

20 Se puede emplear una variedad de sistemas de pulverización como se describe en la técnica. En algunas realizaciones se puede utilizar una variedad de equipos de pulverización calentados sin aire, tales como cabezales de giro centrífugo. Un sistema de pulverización con impulsión sin aire incluye por lo general los siguientes componentes: una sección de proporcionamiento que mide los dos componentes e incrementa la presión por encima de aproximadamente 10,34 MPa (1500 psi); una sección de calentamiento para aumentar la temperatura de los dos componentes (preferiblemente, independiente) para controlar la viscosidad; y una pistola pulverizadora con impulsión que combina los dos componentes y permite el mezclado justo antes de la atomización. En otras realizaciones se puede utilizar un equipo pulverizador con vórtice de aire para aplicar el revestimiento.

30 En algunas realizaciones, y especialmente cuando la mezcla líquida se aplica mediante pulverización, típicamente cada una de la primera y la segunda parte tienen una viscosidad (Brookfield) comprendida entre aproximadamente 5000 centipoise a aproximadamente 60.000 cps, usando el husillo 6 a la temperatura a la que se aplica la mezcla líquida. La temperatura a la que se aplica la mezcla líquida suele estar comprendida en el intervalo de aproximadamente 15 °C y 50 °C.

35 El comportamiento de viscosidad de los dos componentes es importante para los procesos de revestimiento por pulverización en dos partes. En la mezcla con impulsión, las dos partes deberán tener una viscosidad tan cercana como sea posible a elevada velocidad de cizalla para permitir un mezclado adecuado y un curado uniforme. El sistema de mezcla/pulverización estático de componente plural parece permitir mayores diferencias de viscosidad entre los dos componentes. La caracterización de las viscosidades en función de la velocidad de cizalladura y temperatura puede ayudar en las decisiones tales como el punto inicial de temperatura y presiones de los revestimientos en las líneas de equipo de pulverización en dos partes.

45 Las ventajas y realizaciones de la presente divulgación se ilustran además por los siguientes ejemplos, aunque los materiales y sus cantidades particulares citados en dichos ejemplos, así como otras condiciones y detalles, no deberán interpretarse como una limitación indebida de la presente invención. En estos ejemplos, todos los porcentajes, proporciones y relaciones son en peso salvo que se indique otra cosa.

50 Estas abreviaturas se utilizan en los siguientes ejemplos: s=segundos, min = minuto, ppb=partes por billón, h = hora, l= litro, ml = mililitro; pe = peso, gpm=galones por minuto, V=voltios, cP=centipoise, MPa=megapascales, RPM=revoluciones por minuto, HP=caballos de potencia.

Métodos de ensayo**1. Módulo de flexión y resistencia** ASTM D790-07

5 Se usó un equipo Instron con una célula de carga de 5 kN junto con el programa informático Bluehill para notificar ambos valores. Los especímenes de ensayo fueron barras moldeadas por inyección de 120 mm x 10 mm x 4 mm (moldes “Teflon”) La anchura del soporte fue de 64 mm y la velocidad de la cruceta fue de 1,7 mm/min.

**2. Resistencia a la tracción de rotura y elongación de rotura** ASTM D638-08

10 Se usó un equipo Instron con mordazas fijas y una célula de carga de 5 kN. Se usó un extensómetro de clase C de Tipo I para determinar la relación de Poisson. Se utilizó el programa informático Bluehill para notificar ambos valores. El espécimen de ensayo era de Tipo IV con un espesor de  $3,3 \pm 0,1$  mm, moldeado por inyección en una matriz de “Teflon”. La velocidad del ensayo fue 1 cm/min (2 pulgadas/min) y el acondicionamiento permitió la curación de muestras durante 7 días en un desecador.

**3. Dureza-Shore D** ASTM D2240-05

20 Se usó un durómetro analógico de estilo Ergo de Tipo D Modelo 409 con un indentador cónico. No se utilizó un soporte operativo. En su lugar, se sostuvo con la mano según la sección 9.2. No se usó una masa adicional, y el acondicionamiento permitió la curación de las muestras durante 7 días. El ensayo se llevó a cabo en condiciones ambiente.

**4. Temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>)** ASTM D7028-07

25 Los materiales compuestos se midieron mediante análisis mecánico dinámico en un equipo Seiko DMS 200 con una velocidad de calentamiento de 2 °C/Min. El acondicionamiento permitió la curación de muestras durante 7 días en un desecador.

**5. Resistencia al impacto** ASTM D2794-93

30 Se utilizó un ensayo de impacto BYK Heavy-Duty con un diámetro indentador de 1,588 cm (0,625 pulgadas), tubo de guiado de 102 cm (40 pulgadas), pesas de 1, 2, y 4 kg (2, 4, y 8 libras). El espécimen de ensayo era un acero laminado pulido con cuentas de 10 cm x 10 cm x 0,64 cm (4 pulg. x 4 pulg. x ¼ pulg.). Se trata de una desviación de la norma ASTM que establece paneles de acero calibre 24 con un revestimiento de conversión. Espesor del revestimiento como se indica en la Tabla 5. El acondicionamiento permitió la curación de muestras durante 7 días a 23 °C y una humedad relativa del 50%. Se determinó el fallo con ampliación. No se usaron detectores de perforaciones ni solución de sulfato de cobre.

**6. Absorción de agua** ASTM D570-98 Absorción de agua de plásticos

40 El espécimen de ensayo fue un espécimen normalizado según 5.2 ISO. Se utilizó el procedimiento 7.1 — inmersión durante 24 h en agua desionizada a  $23 \pm 1$  °C. El acondicionamiento permitió la curación de muestras durante 7 días en un desecador, y el reacondicionamiento se realizó durante 7 días más en un desecador. Se notificó el promedio del aumento de peso y la materia soluble perdida en 4 muestras.

**7. Resistencia a la abrasión** (mg perdidos/1000 ciclos) según la norma ASTM D4060-07 usando ruedas CS 17.

50 **8. La viscosidad** se midió a varias temperaturas, RPM y husillos tal como se indica en la Tabla 3 usando un viscosímetro Brookfield DV+II Pro comercializado por Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Middelboro, MA.

**9.** Se midió **la densidad** usando un picnómetro de gases Accupyc 1330 de Micromeritics Norcross, GA.

55 **10.** Se llevaron a cabo ensayos de cribado de **sabor y olor** usando una versión modificada de la norma británica BS6920-2.2.1:2000. Las modificaciones incluyeron un menor número de integrantes de los paneles y un cambio en el volumen de agua, como se describe a continuación.

60 Cuatro paneles de vidrio de 100 mm x 25 mm se revistieron por ambos lados con la Parte A: Las mezclas de la Parte B se dejaron curar durante 1 h y después se sumergieron en 400 ml de agua durante 24 h. 25 ml de esta agua se extrajeron a continuación y se diluyeron hasta 100 ml. Un panel de al menos 3 personas realizó ensayos de sabor sobre este extracto. Para obtener un “aprobado” es necesario que al menos 2 de los 3 no detectaran sabor comparado con un blanco. Los ensayos de olor se realizaron sobre el extracto, y para obtener un “aprobado” también se requirió que 2 de las 3 personas no detectaran olor.

65

## 11. Análisis Mesamoll

El material se describe como una mezcla de ésteres alquil sulfónicos C10-C18 de fenol. Aquí, el material es una mezcla de compuestos que tienen la siguiente estructura, en donde R es un grupo alquilo C10-C18

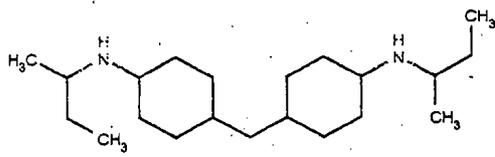


Se utilizó cromatografía de gases — espectrometría de masas (GC/MS) para analizar Mesamoll comercial. Fueron visibles muchos picos en el GC. Los iones moleculares que estaban en forma de iones amonio como amoniaco se utilizaron como gas reactivo para ionización química. Estos picos corresponden a los iones amonio de los ésteres alquilsulfónicos C14-C17 de fenol como componentes principales de Mesamoll. Se observaron múltiples picos en el GC para cada longitud de cadena, indicando que hay múltiples isómeros para cada uno de ellos. Al extraer el cromatograma de los iones (EIC), también se pudieron extraer las señales procedentes de los iones amonio de los ésteres alquilsulfónicos C13, C18, C19, con intensidades muy inferiores. No se observaron señales evidentes de las especies con longitudes de cadena <C13 o >C19. Todos los EIC de diferentes longitudes de cadena comparten una distribución similar de picos cromatográficos, lo que sugiere que tienen tipos similares de isómeros. Los resultados fueron los siguientes:

[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup> Masa (m/z)	Peso molecular (Da)	Grupo alquilo (R-)	Número de isómeros	Área de pico GC (incluyendo todos los isómeros)	Porcentaje de señal (%, incluyendo todos los isómeros)
358	340	C <sub>13</sub> H <sub>27</sub>	≥ 6	11505502	0,13
372	354	C <sub>14</sub> H <sub>29</sub>	≥ 7	2789823247	32,18
386	368	C <sub>15</sub> H <sub>31</sub>	≥ 7	3107690472	35,84
400	382	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub>	≥ 7	1751830719	20,21
414	396	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub>	≥ 8	902898853	10,41
428	410	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	≥ 8	83207271	0,96
442	424	C <sub>19</sub> H <sub>39</sub>	≥ 4	23141899	0,27

## Materiales

Nombre del material	Descripción
Desmodur N3400	Poliisocianato alifático exento de disolventes basado en el diisocianato de hexametileno (HDI). Contenido en NCO 21,8%. Viscosidad 140 mPa.s a 25 °C. Comercializado por Bayer Material Science LLC, Pittsburg, PA.
Desmodur NZ1	Poliisocianato alifático exento de disolventes basado en el diisocianato de hexametileno (HDI) y diisocianato de isoforona (IPDI). Contenido en NCO 20,0%. Viscosidad 3000 mPa.s a 23 °C. Comercializado por Bayer Material Science LLC, Pittsburg, PA.
Desmodur N3600	Poliisocianato polifuncional exento de disolventes basado en el diisocianato de hexametileno (HDI). Contenido en NCO 23,0%. Viscosidad 1200 mPa.s a 23 °C. Comercializado por Bayer Material Science LLC, Pittsburg, PA.
Desmodur XP2599	Prepolímero alifático que contiene grupos éter y basado en hexametileno-1,6-diisocianato (HDI). Comercializado por Bayer Material Science LLC, Pittsburg, PA.
DER 331	Resina epoxídica de diglicidiléter de Bisfenol A diglicidílico comercializado por Dow Chemicals, Midland, MI
Cab-O-Sil TS720	Sílice de pirólisis de superficie específica media modificada en la superficie con polidimetilsiloxano. Comercializada por Cabot Corporation, Bilerica, MA
Punnol 3ST	Polvo de tamices moleculares de aluminosilicato alcalino con un diámetro de poro de 3 Angstrom comercializado por Zeochem LLC., Louisville, KY.

TiPure R900	Pigmento de dióxido de titanio de rutilo fabricado mediante el proceso del cloruro para aplicaciones generales de revestimientos interiores. Comercializado por DuPont Titanium Technologies, Wilmington, DE.
Omycarb 5-FL	Un carbonato de calcio beneficiado con una distribución de tamaño de partícula intermedia y estrechamente dimensionada comercializada por Omya Inc., Proctor, VT.
Microdol H600	Carga de carbonato de calcio y magnesio comercializada por Bentley Chemicals, Kidderminster, Worcestershire, RU
Clearlink 1000	Diamina secundaria alifática cíclica estable a la luz comercializada por boil. Ketal Chemicals LLC, Stafford, TX. 
Bayferrox 318M	Pigmento de óxido de hierro negro sintético comercializado por Lanxess, Pittsburg; PA
Barytes Grade B50	Sulfato de bario, comercializado por Viaton, Derbyshire, UK
Tiona 595	Pigmento de dióxido de titanio comercializado por Cristal Global, Australind, -WA.
Mesamoll	Mezcla líquida de éster alquilsulfónico de fenilo comercializado por Lanxess, Pittsburg, PA
Edenol D81	Aceite de soja epoxidado comercializado por Emery Oleochemicals, Dusseldorf, Alemania. -
Cardolite Lite 2513HP	Anacardo epoxidado comercializado por Cardanol Chemicals, Bélgica
Cardolite NC513	Anacardo epoxidado comercializado por Cardanol Chemicals, Bélgica
Ethacure 100	Extensor de cadena diamina aromática comercializado por Albemarle Corporation, Baton Rouge, LA

Mezclado de la resina

5 Las formulaciones de resina se mezclaron en un mezclador de dispersión de alta velocidad Ross de 3 CV (Charles Ross and Son Company, St. Charles, IL) con conexión de vacío. Los componentes de la formulación se introdujeron en un recipiente de mezclado provisto de una pala de mezclado Cowles a 900 RPM durante 5 min. A continuación, se aplicó vacío al recipiente de mezclado, y la mezcla continuó durante 5 min más a 1000 RPM.

Dispersiones de pigmento

10 Las dispersiones de pigmento se mezclaron en un mezclador de dispersión de alta velocidad Ross de 3 CV. (Charles Ross and Son Company, St. Charles, IL). Los componentes de la formulación se introdujeron en un recipiente de mezclado provisto de una pala de mezclado Cowles a 900 RPM durante 5 min y se mezclaron durante 10 min más a 1000 RPM.

Producción de la muestra

15 El proceso general para producir una pieza de muestra para ensayo implicó a) carga de un cartucho de dos partes con las sustancias químicas de la Parte A y la Parte B; b) calentar el cartucho a 35-40 °C; c) dispensar el cartucho mediante un dispensador neumático para cartuchos o un sistema de dispensador de cartuchos mecánico a través de un elemento mezclador estático de 0,95 cm (3/8 pulg.), 64 fabricado a partir de elementos mezcladores comerciales tales como los que aparecen en Brandywine Materials; LLC Burlington, MA Statomix MC 10-32; y d) dispensar la resina mezclada desde el mezclador estático a un molde cerrado, molde de lado abierto, o a un cono en rotación donde se aplicó de manera centrífuga al interior de una tubería. Cuando la resina mezclada se aplicó a un cono en rotación, el cono en rotación se introdujo en una etapa de traslación que lo desplaza por el interior de una tubería a una velocidad fija. El caudal volumétrico de resina aplicada se determina para que coincida con la velocidad de traslación del cono en rotación con respecto al interior de la tubería, por lo que es posible alcanzar un determinado espesor del revestimiento. Las mediciones del revestimiento tras la aplicación de la capa se pueden tomar con un calibre tal como un calibre Mitutoyo Absolute IP 67 disponible de Mitutoyo Corp., Japón.

30

**Ejemplos 1-6**

Las resinas y aditivos de la Parte A y la Parte B se combinaron como se ha descrito en “Mezclado de resina” según las formulaciones de la Tabla 1 y 2, respectivamente.

Se preparó una dispersión de pigmento combinando las cantidades de Mesamoll, Tiona 595, y una porción de la Purmol 3ST, como se indica en la Tabla 1 según el procedimiento (“Combinación de la dispersión”). La relación en peso fue 53,4 (Mesamoll) a 33,3 (Tiona 595) a 13,3 (Purmol 3ST). Los componentes restantes de la Parte A se mezclaron entre sí y la dispersión de pigmento (mezcla de Mesamoll, Yiona 595, y Purmol 3ST) se añadió a dicha mezcla.

A continuación, la Parte A y la Parte B se mezclaron como se ha descrito en “Producción de la muestra”.

Tabla 1 - Parte A

MATERIAL	EJ1	EJ2	EJ3	EJ4	EJ5	EJ6
Desmodur NZ1	0	0	0	0	32,30	52,65
	48,00	52,18	48,65	51,90	0	0
Desmodur N3600						
Desmodur XP2599	16,00	17,3.9	16,22	12,97	15,30	22,57
Tiona 595	1,00	1,00	1,00	1,00	1,33	1,00
Cab-O-Sil TS720	1,70	1,80	1,50	1,50	0	1,90
Punnol 3ST	4,25	2,00	2,00	2,00	2,03	1,25
Omycarb 5-FL	0	25,00	30,00	30,00	48,30	20,00
Microdol H600	28,40	0	0	0	0	0
Mesamoll	0,65	0,63	0,63	0,63	0,83	0,63

Tabla 2 - Parte B

MATERIAL	EJ1	EJ2	EJ3	EJ4	EJ5	EJ6
Clearlink 1000	29,0	31,70	34,20	37,00	32,07	29,30
Cab-O-Sil TS720	3,20	3,30	3,30	3,30	3,30	3,30
Bayferrox 318M	0,10	0,13	0,13	0,13	0,13	0,13
Omycarb 5-FL	0	64,87	62,37	59,57	64,50	67,27
Microdol H600	67,70	0	0	0	0	0

Los ensayos de aroma y sabor se realizaron como en el Ejemplo 1. Cada uno de los tres panelistas encontraron que esta formulación no tenía ni olor ni sabor. Basándose en las similitudes de los componentes, se esperaba que los Ejemplos 2-6 tuvieran resultados similares en las pruebas de aroma y sabor del Ejemplo 1.

**Ejemplos comparativos (“EC”) A-F y Ejemplos 7-9**

*Dispersiones de pigmento*

Se prepararon cinco dispersiones de pigmento mediante la combinación de un 50% en peso de la resina indicada en la siguiente tabla, 40% en peso de dióxido de titanio (Tiona 595), y 10% en peso de polvo de tamices moleculares (Punnol3ST) según el procedimiento “Combinación de dispersión” anteriormente descrito.

	Dispersión de pigmento A	Pigmento Dispersión B	Pigmento Dispersión C	Dispersión de pigmento D	Pigmento Dispersión 1
Resina	DER 331	Edenol D81	Cardolite Lite 2513HP	Cardolite NC513	Mesamoll

El procedimiento general para producir una pieza de muestra para ensayo implicó enfriar tanto la Parte A como la Parte B aproximadamente 5 °C y después mezclar la Parte A con la Parte B a una relación en peso de 2.5:1 manualmente.

ES 2 556 787 T3

Parte A

MATERIAL	ECA	ECB	ECC	ECD	EJ7	ECE	EJ8	ECF	EJ9
Desmodur N3400	46,82	46,82	46,82	46,82	46,82	32,14	32,14	36,35	36,35
Desmodur XP2599	0	0	0	0	0	0	0	54,55	54,55
Cab-O-Si1 TS720	1,46	1,46	1,46	1,46	1,46	1,07	1,07	4,55	4,55
Punnol 3ST	2,38	2,38	2,38	2,38	2,38	1,64	1,64	0	0.
Microdol H600	29,73	29,73	29,73	29,73	29,73	0	0	0	0
Barytes B50	0	0	0	0	0	51,7	51,7	0	0
DER 331	11,67	0	0	0	0	8,0	0	0	0
Edenol D 81	0	11,67	0	0	0	0	0	0	0
Cardolite Lite 2513HP	0	0	11,67	0	0	0	0	0	0
Cardolite NC513	0	0	0	11,67	0	0	0	0	0
Mesamoll	0	0	0	0	11,67	0	8,0	0	0
Dispersión de pigmento A	7,94	0	0	0	0	5,45	0	4,55	0
Dispersión de pigmento B	0	7,94	0	0	0	0	0	0	0
Dispersión de pigmento C	0	0	7,94	0	0	0	0	0	0
Dispersión de pigmento D	0	0	0	7,94	0	0	0	0	0
Dispersión de pigmento 1	0	0	0	0	7,94	0	5,45	0	4,55

5 Parte B

MATERIAL	ECA	ECB	ECC	ECD	EJ7	ECE	EJ 8	ECF	EJ9
Ethacure 100	57,00	57,00	57,00	57,00	57,00	39,4	39,4	48,9	48,9
Cab-O-Sil TS720	1,45	1,45	1,45	1,45	1,45	1,5	1,5	1,96	1,96
Bayferrox 318M	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,23	0,23	0,23	0,23
Purmol 3ST	4,07	4,07	4,07	4,07	4,07	2,81	2,81	4,89	4,89
Microdol H600	37,15	37,15	37,15	37,15	37,15	0	0	44,02	44,02
Barytes B50	0	0	0	0	0	56,06	56,06	0	0

Los ensayos de aroma y sabor se realizaron en los Ejemplos comparativos ("EC") A-F y en los Ejemplos 7-9. Los resultados fueron los siguientes:

10

	Sabor	Olor
EC A - DER 331	Aprobado - sin sabor	Aprobado - sin aroma
EC B - Edenol D81	Suspenso - sabor fuerte	Suspenso - aroma
EC C - Cardolite Lite 2513HP	Suspenso - sabor fuerte	Suspenso - olor fuerte
EC D Cardolite NC513	Suspenso - sabor	Suspenso - aroma
EC E - DER 331	Aprobado - sin sabor	Aprobado - sin aroma
EC F - DER 331	Aprobado - sin sabor	Aprobado - sin aroma

ES 2 556 787 T3

Ejemplo 7 - Mesamoll	Aprobado - sin sabor	Aprobado - sin aroma
Ejemplo 8 - Mesamoll	Aprobado - sin sabor	Aprobado - sin aroma
Ejemplo 9 - Mesamoll	Aprobado - sin sabor	Aprobado - sin aroma

Otras propiedades físicas de los Ejemplos 1-9 medidas se notificaron de la siguiente forma:

*Viscosidad del Ejemplo 1 (husillo 6)*

5

RPM	Parte A (cP)		Parte B (cP)	
0,5	394000	324000	484000	322000
1	234000	166000	246000	134000
5	76800	53400	70000	42800
10	52300	32900	44000	25500
20	37600	22650	32000	17200
°C	23	40	23	41

*Viscosidad de los Ejemplos 2-6*

	EJ2	EJ3	EJ4	EJ5	EJ6
Parte A (cP)	28450	37350	28950	25500	32400
Parte B (cP)	29900	31300	15000	24950	32000

\* 23 °C, 20 RPM

10

*Propiedades físicas del producto de reacción del Ejemplo 1*

Densidad g/cm <sup>3</sup>	1,46
Tensión de tracción de rotura	40
Deformación de tracción de rotura	5%
Dureza Shore D	86
Resistencia al impacto (J)	16 a 1,5 mm; >36 a 6 mm
Resistencia a la abrasión (mg perdidos en 100 ciclos)	180
Tg °C (°F)	96 (205)
Absorción de agua, % en 24 h (21 días)	0,76 (1,16 a 28 días)

15

*Propiedades físicas del producto de reacción de los Ejemplos 1-6*

	EJ1	EJ2	EJ3	EJ4	EJ5	EJ6
Módulo flex MPa	3180	2393	2620	2299	2419	2131
Resistencia flexural MPa	56	51	59	50	48	45
<sup>1</sup> % Volumen total de "cargas"	27,6	25,9	26,1	24,8	24,8	25,8
> 5 mm calibre en un paso de revestimiento?	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
¿Cumple la norma <sup>2</sup> NSF/ANSI 61-2008?	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	NM

## ES 2 556 787 T3

% exceso isocianato	30	30	20	20	30	20
Relación de mezcla volumétrica A:B	1:1	1:1	1:1	1:1	3:2	1:1

*Propiedades físicas del producto de reacción de los Ejemplos 7-9 y de los Ejemplos comparativos*

	ECA	EJ7	ECE	EJ8	ECF	EJ9
Resistencia a la tracción de rotura MPa	27,4	25,9	31,2	24,6	19,2	19,0
Elongación a la tracción de rotura	11	17	5	15	30%	35%
Módulo flex MPa	NM	NM	2120	1135	770	750
Resistencia a la flexión MPa	NM	NM	39,9	28,5	25	25

NM = No medido

5

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para conformar un revestimiento sobre una superficie de una tubería, comprendiendo el método las etapas de:

- 5
- a) proporcionar una composición de revestimiento que comprende
- una primera parte que comprende al menos un poliisocianato alifático, y
- 10 una segunda parte que comprende al menos una diamina;
- en donde la composición de revestimiento comprende uno o más compuestos de alquil fenil éster en donde el grupo alquilo comprende al menos 8 átomos de carbono;
- 15 b) combinar la primera parte y la segunda parte para formar una mezcla líquida;
- c) aplicar la mezcla líquida a las superficies internas de la tubería; y
- d) permitir que la mezcla fragüe para formar un revestimiento curado.
- 20

2. El método de la reivindicación 1 en donde el compuesto de alquil fenil éster tiene la fórmula general



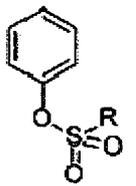
25 en donde R es un grupo alquilo que comprende al menos 8 átomos de carbono,

L es un grupo enlazador divalente; y

Ph es fenilo.

30

3. El método de las reivindicaciones 1-2 en donde el compuesto de alquil fenil éster tiene la fórmula general



35 en donde R es un grupo alquilo que comprende al menos 8 átomos de carbono.

4. El método de las reivindicaciones 1-3 en donde el grupo alquilo comprende al menos 10 o 12 átomos de carbono.

40 5. El método de las reivindicaciones 1-4 en donde el compuesto de alquil fenil éster comprende una mezcla de compuestos que tienen grupos alquilo comprendidos de 12 a 20 átomos de carbono.

6. El método de las reivindicaciones anteriores en donde la composición de revestimiento está exenta de compuestos funcionalizados con hidroxilo.

45 7. El método de las reivindicaciones anteriores en donde la composición de revestimiento comprende además un pigmento.

8. El método de las reivindicaciones anteriores en donde los compuestos de alquil fenil éster están presentes en una cantidad comprendida de 0,2 a 5% en peso de la composición de revestimiento total.

50 9. El método de las reivindicaciones 1-8 en donde la mezcla de compuestos de alquil fenil éster está presente en una cantidad comprendida de 5 a 20% en peso de la composición de revestimiento total.

55 10. El método de las reivindicaciones anteriores en donde la tubería es una tubería de agua potable y el revestimiento curado entra en contacto con el agua potable.

11. El método de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la segunda parte comprende una o más de las diamina(s) secundaria(s) cíclica(s) alifática(s) en una cantidad comprendida de 25% en peso a 100% en peso de la segunda parte.

60

12. El método de las reivindicaciones anteriores en donde la composición total comprende de aproximadamente 15% a aproximadamente 45% en volumen de carga inorgánica en forma de partículas.
- 5 13. El método de las reivindicaciones anteriores en donde la primera parte comprende un poliisocianato alifático que está sustancialmente exento de monómero de isocianato.
14. El método de las reivindicaciones anteriores en donde la primera parte se combina con la segunda parte en una relación en volumen de aproximadamente 1:1 a 2,5:1.
- 10 15. Una tubería que comprende una superficie interna que comprende el producto de reacción de la composición de revestimiento descrita en las reivindicaciones 1-14.