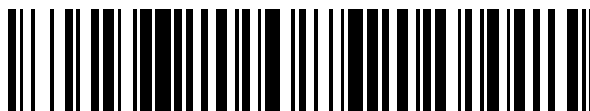


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 596 102**

51 Int. Cl.:

C08J 3/205 (2006.01)

C08J 7/04 (2006.01)

E04D 1/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.11.2011 E 11190331 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.08.2016 EP 2468803**

54 Título: **Tejas de caucho compuesto polimérico con alta reflectancia solar**

30 Prioridad:

22.12.2010 US 425903 P

15.09.2011 US 535016 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.01.2017

73 Titular/es:

**ROHM AND HAAS COMPANY (100.0%)
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US**

72 Inventor/es:

**HEULINGS, HARRY R. IV;
ROKOWSKI, JOSEPH M. y
LAU, WILLIE**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 596 102 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

Tejas de caucho compuesto polimérico con alta reflectancia solar

La presente invención se refiere a artículos conformados reflectantes solares que comprenden polímero termoplástico y vulcanizados, tales como caucho de neumático molido, y a métodos para prepararlos. Más específicamente, la presente invención se refiere a películas y artículos multicapas reflectantes que comprenden vulcanizados encapsulados en polímeros termoplásticos de una corriente de desecho o de reciclado, y a métodos para formarlos a partir de partículas fluidizables, estables en almacenamiento.

El caucho o vulcanizado de desecho, tal como el caucho de neumático molido, puede retener muchas de las propiedades mecánicas del caucho nuevo; sin embargo, los medios eficaces para reutilizar tal desecho han estado limitados a cargas para pavimentos y cubiertas de suelos para uso en parques infantiles o en materiales de decoración. Sigue habiendo una necesidad de convertir tal vulcanizado de desecho en usos superiores que capturen más del valor de los materiales en el vulcanizado.

Las tejas de asfalto se basan en gránulos encastrados para proporcionar Reflectancia Solar; sin embargo, la Reflectancia Solar en las tejas convencionales es baja (~20%), debido principalmente al color negro expuesto en el fondo del sustrato de asfalto expuesto entre los gránulos, y la rugosidad de la teja contribuye a una múltiple dispersión de la luz. Cambiar el color del sustrato de asfalto ha demostrado no ser práctico, debido a restricciones de fabricación y material; por ejemplo, es difícil hacer el color del asfalto más claro añadiendo pigmentos blancos tales como dióxido de titanio, porque se requieren grandes cantidades del pigmento para vencer el color negro del asfalto, aumentando de este modo el coste. La adición de pigmentos a asfalto fundido también contribuye a una alta viscosidad cuando se procesa el asfalto. Además, los gránulos convencionales para tejas para tejados están hechos generalmente de cerámica; los gránulos no se adhieren bien a la teja o el sustrato, y los elementos desprenderán tales gránulos con el tiempo.

La patente de EE.UU. N° 7670668B2, de Greaves et al., describe cubiertas multicapas para tejados preparadas sin gránulos para tejados, en donde una alfombra para tejados revestida comprende una alfombra para tejados revestida con un material de revestimiento orgánico, una capa reflectante que comprende una capa de un material reflectante que cubre y está en contacto continuo con la superficie superior de la alfombra para tejados, y una capa resistente a la intemperie que comprende una capa de un material resistente a la intemperie que cubre una superficie superior de la capa reflectante. La capa resistente a la intemperie y la capa reflectante pueden ser una y la misma, y pueden comprender un polímero, pigmentos reflectantes y agentes de opacificación. Las cubiertas descritas reciben sus propiedades mecánicas de la alfombra para tejados, y no de la capa resistente a la intemperie o la capa reflectante. Por consiguiente, las cubiertas de Greaves necesitan al menos dos capas, y las propiedades mecánicas de las partes resistentes a la intemperie y reflectantes de las cubiertas de Greaves están limitadas a las propiedades mecánicas de un material de revestimiento.

Los presentes inventores se han esforzado en solucionar el problema de proporcionar artículos conformados reflectantes solares que tengan una parte reflectante duradera y que puedan ser proporcionados en un procedimiento sencillo usando un equipo de procesamiento convencional en el mínimo número posible de capas compuestas.

La presente invención, en sus diversos aspectos, es como se expone en las reivindicaciones acompañantes.

Según la presente invención, los artículos conformados reflectantes o coloreados comprenden una o más capas compuestas de (i) un vulcanizado, preferiblemente, un vulcanizado de desecho, tal como caucho de neumático molido (GTR), encapsulado en una matriz polimérica termoplástica coloreada o no coloreada que contiene uno o más agentes de pasivación, (ii) un material reflectante elegido de partículas fluidizables coloreadas de un vulcanizado encapsulado en colorante reflectante termoplástico, preferiblemente, un vulcanizado de desecho, tal como caucho de neumático molido (GTR), gránulos para tejados, gránulos para tejados encapsulados con termoplástico, la matriz de polímero termoplástico coloreado, y combinaciones de los mismos, y, (iii) opcionalmente, incluyendo un refuerzo de gasa o fibra revestido con la matriz polimérica termoplástica.

En los artículos conformados de la presente invención, las partículas fluidizables coloreadas pueden ser dispersadas dentro de la superficie de una capa compuesta coloreada o, preferiblemente, no coloreada, o bien las partículas fluidizables coloreadas y/o otros materiales reflectantes se dispersan en la superficie de la capa compuesta o se adhieren a la misma con una resina termoplástica.

Asimismo, en los artículos conformados de la presente invención, los gránulos para tejados pueden ser dispersados sobre la superficie de una capa compuesta coloreada o, preferiblemente, no coloreada adheridos a la misma con una resina termoplástica, o encapsulados en una resina termoplástica que comprende un agente de pasivación para preparar gránulos para tejados encapsulados en termoplástico que pueden ser dispersados sobre la superficie de la capa compuesta o sobre una teja convencional. Los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico pueden comprender además aditivos tales como pigmentos reflectantes al IR, colorantes o tintes orgánicos, antimicrobianos, tales como, por ejemplo, biocidas orgánicos antialgas, partículas de Cu o Ag.

Los artículos conformados de la presente invención pueden comprender un laminado de una o más capas negras que tienen una capa reflectante por encima.

5 Las capas o artículos conformados pueden prepararse a partir de 100% de vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico coloreado, es decir, a partir de 100% de partículas fluidizables coloreadas o una mezcla húmeda en donde los sólidos en la mezcla húmeda son vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico coloreado; la mezcla húmeda es partículas húmedas.

Las capas o artículos conformados pueden prepararse a partir de vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico negro no coloreado/no coloreado, es decir, a partir de 100% de vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico o una mezcla húmeda que contiene el mismo.

10 Los artículos conformados de la presente invención pueden usarse como tejas para tejados o como una cubierta para tejados.

Los artículos conformados de la presente invención están exentos al menos sustancialmente de plastificante, o no contienen plastificante añadido.

15 Los artículos conformados de la presente invención, o cualquier capa de los mismos, pueden comprender hasta 89,95% en peso, en base a los sólidos totales, de un material vulcanizado, o vulcanizado de desecho o de restos, o, preferiblemente, 50% en peso o más, preferiblemente, hasta 79,95% en peso, o tan bajo como 35% en peso.

20 Las capas coloreadas o artículos conformados de la presente invención pueden comprender hasta 89,95% en peso, en base a los sólidos totales, de un material vulcanizado, o vulcanizado de desecho o de restos, o, preferiblemente, 60% en peso o más, preferiblemente, hasta 79,95% en peso, o tan bajo como 35% en peso. Por consiguiente, las capas o artículos conformados pueden comprender 100% de partículas fluidizables coloreadas o una mezcla húmeda para preparar tales partículas fluidizables coloreadas, siempre y cuando la cantidad de polímero termoplástico en la capa o artículo comprenda 10% en peso o más, en base a los sólidos totales en la capa o artículo.

25 Los artículos conformados de la presente invención, o cualquier capa de los mismos, pueden comprender de 0,05 a 3,0% en peso, en base a los sólidos totales, de uno o más agentes de pasivación, o, preferiblemente, 0,1% en peso o más, preferiblemente, hasta 1% en peso.

30 La Reflectancia Solar (SR) inicial de los artículos conformados de la presente invención es 30% o superior, preferiblemente, 40% o superior, o hasta 90%, y la emisividad térmica (TE) inicial es 70% o superior, preferiblemente, 80% o superior, o hasta 95. En contraste, la reflectividad solar inicial de una teja granulada puede ser tan baja como 9%. Se pueden obtener valores de SR más altos usando partículas de vulcanizado más grandes en una mezcla húmeda coloreada o partículas fluidizables coloreadas más grandes, usando más de tales partículas, usando menos vulcanizado y más colorante, e incluyendo gránulos altamente reflectantes solares en el artículo conformado compuesto. Tales gránulos están encapsulados en polímero termoplástico que comprende un agente de pasivación.

35 Además, según la presente invención, una partícula fluidizable coloreada o cada partícula en una pluralidad de la misma comprende una partícula estable en almacenamiento encapsulada en una mezcla de i) un polímero termoplástico, ii) un pigmento reflectante al infrarrojo (IR), un pigmento reflectante al visible que tiene un índice de refracción en el aire de 1,7 o más, o un agente de opacificación, y iii) un agente de pasivación, tal como un metal o compuesto multivalente, p.ej., una sal u óxido metálico. El agente de pasivación puede usarse en cantidades de 0,1 a 3,0% en peso, en base a los sólidos en partículas totales, preferiblemente, 1,0% en peso o menos.

40 Los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico de la presente invención comprenden gránulos para tejados encapsulados en una mezcla de i) un polímero termoplástico, y ii) un agente de pasivación. El agente de pasivación puede usarse en cantidades de 0,1 a 3,0% en peso, en base a los sólidos granulados encapsulados totales, preferiblemente, 1,0% en peso o menos. Las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención están al menos sustancialmente exentas de plastificante, o no contienen plastificante añadido.

Los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico de la presente invención pueden contener o no plastificante añadido.

45 Las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención pueden comprender de 5 a 65% en peso, en base a los sólidos totales en las partículas fluidizables coloreadas, o 49,95% en peso o menos, o, preferiblemente, 10% en peso o más, o, preferiblemente, hasta 30% en peso de resina termoplástica para asegurar la solidez del color.

Las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención pueden comprender de 5 a 94,85% en peso, en base a los sólidos totales en las partículas fluidizables coloreadas de las partículas de vulcanizado, o, preferiblemente, 35% en peso o más, o, preferiblemente, 50% en peso o más, o, más preferiblemente, hasta 89,95% en peso.

Las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención pueden comprender de 0,05 a 3,0% en peso, en base

a los sólidos totales, de uno o más agentes de pasivación, o, preferiblemente, 0,1% en peso o más, preferiblemente, hasta 1% en peso.

5 Los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico de la presente invención comprenden además de 10 a 95% en peso, o, preferiblemente, hasta 90% en peso, o, preferiblemente, 50% en peso o más de gránulos para tejados, en base a los sólidos totales de los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico. Los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico también pueden ser coloreados y comprender un pigmento o colorante reflectante al infrarrojo (IR), o un agente de opacificación.

10 Para asegurar que son compatibles con la capa compuesta de la presente invención, los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico pueden comprender un polímero termoplástico que comprende grupos funcionales reactivos, p.ej., pueden incorporarse grupos reticulables tales como, por ejemplo, grupos alilo o acetoacetoxi, en el polímero termoplástico.

En aún otro aspecto, la presente invención comprende tejas, tales como tejas que comprenden alfombra de vidrio revestida con asfalto, que tienen dispersados sobre las mismas gránulos para tejados encapsulados en termoplástico.

15 Los artículos conformados de la presente invención pueden formarse por métodos de mezcla en fase sólida (SPM) que comprenden mezclar i) una o más emulsiones de un polímero termoplástico, ii) partículas de uno o más vulcanizados que tienen un tamaño de partícula de tamiz de 10 a 800 μm , preferiblemente, 400 μm o menos, o preferiblemente, 60 μm o más, iii) de 0,05 a 3,0% en peso, preferiblemente, hasta 1,0% en peso, en base a los sólidos totales, de un agente de pasivación, por ejemplo, un metal o compuesto multivalente, y, opcionalmente, iv) un colorante o dispersión de colorantes, para formar una mezcla húmeda que incluye vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico, opcionalmente, secar la mezcla húmeda para formar una partícula de vulcanizado encapsulado fluidizable, y procesar con termoplástico la mezcla húmeda o partícula de vulcanizado encapsulado fluidizable para formar una capa compuesta, tal como una lámina.

20 Alternativamente, la mezcla húmeda que incluye vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico o partículas de vulcanizado encapsulado fluidizable puede ser procesada termoplásticamente para formar una lámina, y gránulos, tales como partículas fluidizables coloreadas, pueden ser adheridos a la misma prensando bajo calor, o con un adhesivo termoplástico transparente, tal como cualquier fundido o emulsión polimérico termoplástico.

25 Las partículas fluidizables coloreadas para uso en la capa compuesta o como gránulos para tejados pueden formarse por métodos SPM. Sin embargo, el vulcanizado usado para preparar las partículas fluidizables coloreadas tiene un tamaño de partícula de tamiz de 40 μm a 3.000 μm , preferiblemente 200 μm o más, o 1.200 μm o menos. Las partículas fluidizables coloreadas resultantes pueden tener un tamaño de partícula de tamiz de 50 μm a 4.000 μm .

30 A menos que se indique otra cosa, cualquier término que contenga un paréntesis se refiere, alternativamente, al término entero como si no estuvieran presentes paréntesis, y el término sin ellos (es decir, que excluye el contenido del paréntesis), y combinaciones de cada alternativa. Así, el término "(met)acrílico" se refiere a cualquiera de acrílico, metacrílico, y mezclas de los mismos.

35 Todos los intervalos son inclusivos y combinables. Por ejemplo, una proporción de 35 a 90% en peso, en base a los sólidos totales, o, preferiblemente, 50% en peso o más, o, preferiblemente, hasta 70% en peso, incluye intervalos de 35 a 90% en peso, de 35 a 50% en peso, de 35 a 70% en peso, de 50 a 70% en peso, de 50 a 90% en peso, y de 70 a 90% en peso.

40 Como se emplea en la presente memoria, el término "acrílico" se refiere a materiales preparados a partir de una proporción mayoritaria de acrilato, metacrilato, ácido acrílico o metacrílico o monómeros, polímeros o resinas de (met)acroleína.

45 Como se emplea en la presente memoria, el término "acuoso" incluye agua y mezclas que comprenden 50% en peso o más de agua en una mezcla de agua con disolventes miscibles en agua.

Como se emplea en la presente memoria, la frase "colorante" significa un colorante, pigmento o tinte.

50 Como se emplea en la presente memoria, la frase "emulsión de un polímero termoplástico" se refiere a cualquier fluido de dos fases en el que la fase continua es acuosa y la fase dispersa es un polímero termoplástico, incluyendo productos de polimerización en emulsión y polímeros emulsionados en agua. Las frases "emulsión" y "dispersión" pueden usarse de manera intercambiable.

Como se emplea en la presente memoria, la frase "partículas fluidizables" se refiere a cualquier composición de partículas, independientemente de su contenido de humedad, que puede ser fluidizada como partículas individuales en un lecho fluido a temperatura y presión ambiente sin secar adicionalmente las partículas usando el lecho fluido o cualquier otro método de secado.

Como se emplea en la presente memoria, el término “proporción mayoritaria” significa 50% en peso o más de un material o composición dados.

Como se emplea en la presente memoria, el término “multivalente” incluye restos divalentes o de valencia más alta.

5 Como se emplea en la presente memoria, el término “poliéster” significa un producto de condensación de lactonas polimerizantes, o reaccionantes carboxílicos difuncionales o con funcionalidad superior con dioles o polioles.

Como se emplea en la presente memoria, a menos que se indique otra cosa, la palabra “polímero” incluye, independientemente, homopolímeros, copolímeros, terpolímeros, copolímeros de bloques, copolímeros segmentados, copolímeros de injerto, y cualquier mezcla o combinación de los mismos.

10 Como se emplea en la presente memoria, el término “tamaño de partícula de tamiz” se refiere al tamaño de partícula de un material que pasaría completamente (~100% en peso) a través de un tamiz de malla del tamaño de partícula dado. Por ejemplo, una muestra de partículas de vulcanizado de desecho o GTP que pase completamente a través de un tamiz de 250 µm de tamaño (malla 60) se dice que tiene un tamaño de partícula de tamiz de 250 µm. Para un material dado, un tamaño de partícula de tamiz será más grande que el tamaño de partícula medio ponderal del mismo material.

15 Como se emplea en la presente memoria, el término “Reflectancia Solar (SR)” significa la reflectancia de energía solar por superficies, p.ej., tejados altamente reflectantes (de alto albedo), lejos de la superficie exterior del edificio y lejos del aire ambiental alrededor del edificio. La SR se expresa como una fracción decimal o bien como un porcentaje. La SR se mide usando ASTM C1549-09 (2009), Método de Ensayo Estándar para la Determinación de la Reflectancia Solar Cerca de la Temperatura Ambiente Usando un Reflectómetro Solar Portátil, como la proporción
20 de energía solar reflejada en una escala de 0,0 (sin energía reflejada) a 1,0 (100% de energía reflejada).

Como se emplea en la presente memoria, el término “Emitancia Térmica (TE)” significa la emisividad térmica de energía solar de una superficie, es decir, de una superficie de un artículo conformado, expresada como la relación de flujo de calor radiante emitido por un material al emitido por un cuerpo negro radiador a la misma temperatura. TE se mide usando ASTM C1371 -Método de Ensayo Estándar para la Determinación de la Emitancia de Materiales
25 Cerca de la Temperatura Ambiente Usando Emisómetros Portátiles (2004) bajo condiciones de laboratorio controladas de temperatura ambiente y 50% de Humedad Relativa como la proporción relativa de energía que es radiada de vuelta a la atmósfera, y se expresa en una escala de 0,0 a 1,0. Los valores de emisividad pueden expresarse como una fracción decimal o bien como un porcentaje. Los números más altos indican una transferencia de calor más rápida.

30 Como se emplea en la presente memoria, el término “sustancialmente exenta de plastificante” se refiere a una composición que no tiene plastificante añadido o que comprende menos que 0,5% en peso o, preferiblemente, menos que 1.000 ppm de cualquier éster, ftalato, benzoato u otro plastificante para polímeros conocido.

Como se emplea en la presente memoria, a menos que se indique otra cosa, el término “temperatura de transición vítrea” o “Tg” se refiere a la temperatura de transición vítrea de un material determinada por Calorimetría de barrido Diferencial (Instrumento TA modelo Q-1000) entre -90°C y 150°C a una velocidad de 20°C/min. La Tg es el punto de inflexión de la curva.
35

Como se emplea en la presente memoria, a menos que se indique otra cosa, el término “temperatura de transición vítrea calculada” o “Tg calculada” se refiere a la temperatura de transición vítrea de un material determinada por la Ecuación de Fox como describe Fox en Bulletin of the American Physical Society, 1, 3, página 123 (1956).

40 Como se emplea en la presente memoria, el término “sólidos totales” excluye líquidos de cualquier material o ingrediente distinto al ingrediente para el que se indica el contenido que puede ser parte líquida. Así, una mezcla de 50 partes en peso de partículas de vulcanizado (a 100% de sólidos), 0,75 partes en peso de agente de pasivación (a 100% de sólidos), y 50 partes en peso de emulsión de un polímero termoplástico (a 50% de sólidos) comprende aproximadamente 66%, en base a los sólidos totales, de vulcanizado, 1%, en base a los sólidos totales, de agente de pasivación y 33%, en base a los sólidos totales, de polímero termoplástico, si bien la misma mezcla comprende
45 aproximadamente 49% en peso de emulsión de polímero termoplástico, en base a los sólidos totales.

Como se emplea en la presente memoria, a menos que se indique otra cosa, el término “tamaño de partícula medio ponderal” se refiere al tamaño de partícula medio ponderal de un material determinado usando una técnica de dispersión de la luz con un Analizador de Tamaños de Partícula Malvern Mastersizer 2000™ (Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, UK). Los materiales pueden incluir partículas que son polímeros coagulados o floculados y aglomerados de polímero.
50

Los artículos conformados a partir de partículas de vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico preparados por Mezcla en Fase Sólida (SPM) y que incluyen partículas fluidizables coloreadas de vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico tienen una Reflectancia Solar (RS) superior a 40%, y pueden ser mejorados adicionalmente
55 encastrando gránulos reflectantes en la superficie. Los materiales, tales como látex acrílico y GTR, son resistentes a la intemperie y duraderos al ultravioleta (UV), con lo que se necesita añadir menos, si alguno, gránulos para tejados

- a tejas o cubiertas para tejados según la presente invención. Al mismo tiempo, los artículos conformados de la presente invención proporcionan estética, como un color y patrón similares a las tejas granuladas, y permiten una reflectancia solar inicial mucho más alta que su análogo que contiene gránulos. Además, como las tejas son termoplásticas (sin gasa), podrían ser potencialmente re-recicladas. Además, los métodos de la presente invención permiten la preparación de partículas fluidizables coloreadas y artículos conformados que tienen una amplia gama de colores para una apariencia deseable, por ejemplo, para imitar la estética de color visual de las tejas sin usar los gránulos inorgánicos convencionales. Los métodos SPM para preparar los artículos conformados permiten el uso de un equipo de mezcla convencional, tal como un mezclador de cizallamiento y un secador de lecho fluido, y tienen una amplia tolerancia de procesamiento.
- Las partículas de vulcanizado encapsulado fluidizables, los gránulos para tejados encapsulados en termoplástico, y las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención comprenden un agente de pasivación, que las permite, como partículas, fluidizarse en el secador sin pegarse al equipo; y permanecen en un estado granular después del secado y durante el almacenamiento.
- Debido a que los gránulos para tejados encapsulados termoplásticos no requieren un revestimiento de silicato, pueden incluir aditivos de bajo coste tales como un opacificador, que no puede usarse en los procedimientos de alta temperatura usados para preparar gránulos para tejados convencionales. Esto disminuye el coste de fabricación de los gránulos para tejados, disminuyendo el consumo de energía. Por ejemplo, los gránulos pueden prepararse a partir de roca o cerámica molida o pulverizada sin ningún revestimiento de silicato o procedimiento para el mismo.
- Según la presente invención, los artículos conformados que comprenden vulcanizado reutilizado o de restos proporcionan excelentes propiedades mecánicas, incluso a pesar de los sencillos métodos SPM usados para preparar los artículos conformados.
- Los vulcanizados adecuados pueden comprender, por ejemplo, caucho de neumático molido (GTR), caucho de estireno butadieno (SBR), caucho de etileno propileno-dieno (EPDM), caucho de butadieno, caucho natural, mezclas de los mismos, y combinaciones de los mismos, incluyendo vulcanizados de desecho. Los vulcanizados de desecho adecuados pueden obtenerse, por ejemplo, en forma triturada o molida, o como caucho de desecho molido criogénicamente. El vulcanizado de caucho de desecho puede comprender cargas e impurezas, tales como finos de malla metálicos.
- Cada capa del artículo conformado puede prepararse a partir de 0 a 100% en peso, en base a los sólidos en la capa, de vulcanizado termoplástico encapsulado en polímero termoplástico, tal como 10% en peso o más o 90% en peso o menos, con de 0 a 100% en peso, tal como 10% en peso o más o 90% en peso o menos, de partículas fluidizables coloreadas o mezcla húmeda coloreada que incluye vulcanizado termoplástico encapsulado en polímero termoplástico.
- Los artículos conformados de la presente invención pueden comprender 100% en peso de partículas fluidizables coloreadas o mezcla húmeda coloreada que incluye vulcanizado termoplástico encapsulado en polímero termoplástico en una única capa o artículo, o como una capa reflectante de un laminado.
- Preferiblemente, las partículas fluidizables coloreadas o vulcanizado termoplástico encapsulado en polímero termoplástico, es decir, como mezcla húmeda, comprenden dos o más capas de polímero termoplástico coloreado, en las que una o más capas comprende pigmento reflectante al infrarrojo (IR), por ejemplo, los pigmentos reflectantes de IR Cool Color™ o Eclipse™ de Ferro (Cleveland, OH); pigmentos reflectantes al visible, que tienen un índice de refracción en el aire de 1,7 o superior, p.ej., óxido de hierro rojo; agente de opacificación, por ejemplo, TiO_2 ; o mezclas de los mismos. Los agentes de opacificación pueden incluir cualquier pigmento o colorante que sea blanco al visible en una película seca y tenga un índice de refracción en el aire de 1,7 o más; los pigmentos reflectantes al IR incluyen cualquier pigmento o colorante que tenga un índice de refracción en el aire de 1,7 o más que refleje la luz en las regiones de longitud de onda infrarroja de 0,7 a 2,5 micrómetros. Preferiblemente, la primera capa de polímero termoplástico contiene un agente de opacificación para potenciar la reflectancia de color.
- Los agentes de pasivación útiles en la presente invención se seleccionan de metales o compuestos multivalentes, tales como, por ejemplo, hidróxido de calcio, cloruro de hierro (férrico), es decir FeCl_3 , sulfato de hierro (ferroso), es decir $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, alumbre, es decir, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, sulfato de magnesio, aluminato de sodio, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el agente de pasivación es hidróxido de calcio o alumbre, o contiene calcio, hierro o aluminio.
- En la presente invención, los agentes de pasivación deben usarse en cantidades que no coloreen o blanqueen los artículos conformados o composiciones preparadas a partir de los mismos ni dañen la fluidez y el procesamiento en estado fundido; sin embargo, deben usarse en cantidades tales que ayuden a la coalescencia del polímero termoplástico alrededor del vulcanizado y proporcionen un efecto de pasivación, antiaglomeración. Los agentes de pasivación pueden combinarse con una emulsión de un polímero termoplástico, con partículas de vulcanizado durante la mezcla en fase sólida, o, preferiblemente, con una mezcla húmeda de vulcanizado y polímero termoplástico para completar la formación de la mezcla húmeda. Las cantidades adecuadas oscilan de 0,05 a 3,0% en peso, en base a los sólidos totales, independientemente, en el vulcanizado encapsulado o las partículas fluidizables coloreadas, preferiblemente, 0,1% en peso o más, o, preferiblemente, 1,0% en peso o menos o, más

preferiblemente, 0,8% en peso o menos.

Para asegurar su eficacia, los agentes de pasivación pueden estar finamente divididos, para tener un tamaño de partícula medio ponderal (determinado por dispersión de la luz) de 600 μm o menos, o, preferiblemente, 400 μm o menos. Pueden machacarse o molerse materiales más bastos, tales como alumbre, hasta un tamaño de partícula adecuado; o pueden disolverse en agua o un disolvente acuoso.

Para ocluir el color del vulcanizado encapsulado, que es habitualmente negro, en artículos compuestos conformados, el artículo conformado comprende partículas fluidizables coloreadas procesadas termoplásticamente o una mezcla húmeda coloreada que incluye vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico. Las partículas fluidizables coloreadas comprenden vulcanizado encapsulado en un polímero termoplástico coloreado que puede ser de cualquier color, siempre y cuando el colorante opacifique eficazmente al vulcanizado encapsulado. Por consiguiente, el colorante puede elegirse de pigmentos y colorantes que tienen un índice de refracción en el aire de 1,7 o superior, tales como óxido de cromo (verde); agentes de opacificación que tienen un índice de refracción en el aire de 1,7 o superior, tales como TiO_2 (blanco); pigmentos reflectantes al infrarrojo (IR), tales como Ferro Green 24-10204 (Ferro, Cleveland, OH); pigmentos reflectantes al visible que tiene un índice de refracción en el aire de 1,7 o superior, p.ej. óxido de hierro rojo u óxidos metálicos que tienen un índice de refracción en el aire de 1,7 o superior; y dispersiones orgánicas de color combinadas con agentes de opacificación, tales como dispersión de color ftalo verde con TiO_2 .

Los agentes de opacificación adecuados pueden incluir, por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de cinc, litofona, óxido de antimonio, y pigmentos poliméricos que contienen esferas huecas o poros.

En general, la cantidad de colorantes en un artículo conformado o capa reflectante o coloreada puede oscilar de 0,1 a 40% en peso, en base a los sólidos totales usados para preparar las partículas fluidizables coloreadas, preferiblemente, 1% en peso o más, o, preferiblemente, 5% en peso o más, o, preferiblemente, hasta 25% en peso.

En la presente invención, los polímeros termoplásticos adecuados pueden comprender uretanos, poliésteres, polímeros que contienen silicio, o, preferiblemente, cualquier polímero acrílico o vinílico, tales como polímeros de acrílico-estireno o polímeros de estireno. Los polímeros acrílicos o vinílicos preferidos pueden elegirse de cualquier polímero que comprende el producto de reacción de 25% en peso o más de un monómero acrílico. Más preferiblemente, el polímero acrílico o vinílico puede elegirse de un copolímero en suspensión, un polímero que comprende el producto de copolimerización de un primer monómero acrílico o vinílico que tiene una temperatura de transición vítrea (T_g) medida de 20°C o menos con un monómero copolimerizable que tiene una T_g al menos 20°C mayor que la T_g del primer monómero acrílico o vinílico, y un polímero en emulsión metaestable, y mezclas de los mismos.

El polímero termoplástico usado para preparar el vulcanizado encapsulado y las partículas fluidizables coloreadas o gránulos encapsulados puede ser el mismo o diferente, y es, preferiblemente, el mismo.

Para conseguir un equilibrio de dureza y propiedades de tracción en artículos conformados preparados a partir de los mismos, tales como tejas y películas para recubrimiento inferior de tejados, con flexibilidad y propiedades de resistencia al tiempo frío, los polímeros termoplásticos para el vulcanizado encapsulado pueden comprender el producto de copolimerización de un primer monómero acrílico o vinílico que tiene una temperatura de transición vítrea (T_g) medida de 20°C o menos, tal como acrilato de butilo (BA) o acrilato de etilhexilo (EHA), con un monómero copolimerizable que tiene una T_g al menos 20°C mayor que la T_g del primer monómero acrílico o vinílico, tal como metacrilato de metilo (MMA) o estireno.

Para preparar artículos conformados que tienen alta resistencia a la tracción, el vulcanizado encapsulado y, si se desea, las partículas fluidizables coloreadas, pueden comprender un polímero termoplástico que tiene una T_g de 20°C (puede quererse restar esto como valor T_g más bajo que 20°C o como una T_g media ponderal para abarcar polímeros de núcleo-corteza) o superior, o reforzarse con gasa o fibra.

Los artículos conformados de la presente invención pueden tomar la forma de una capa compuesta de una composición de vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico reflectante que comprende partículas fluidizables coloreadas para hacer a los artículos conformados reflectantes. Las partículas fluidizables coloreadas se empaquetan y forman un aspecto granular moteado, estéticamente similar a tejas asfálticas, mientras que al mismo tiempo aumentan significativamente la Reflectancia Solar.

Tal capa compuesta puede incluir opcionalmente gasa de refuerzo, tal como poliéster, fibra de vidrio, nailon u hojas tejidas o no tejidas de fibras metálicas.

Los artículos conformados de la presente invención son termoplásticos; así, los artículos pueden ser soldados por calor o laminados junto con otros artículos similares u otras capas no tejidas y tejidas de plástico o metal. En un ejemplo, los artículos conformados pueden comprender una capa superior que comprende partículas fluidizables coloreadas procesadas termoplásticas y vulcanizado encapsulado para preparar una capa compuesta reflectante encima con una capa inferior que comprende vulcanizado encapsulado negro.

Con los gránulos, los artículos conformados de la presente invención pueden incluir una capa que comprende vulcanizado encapsulado negro, laminados del mismo o vulcanizado encapsulado revestido o gasa que tiene partículas fluidizables coloreadas como gránulos prensados sobre la parte superior de la capa negra o prensados en la capa negra para formar película, creando de este modo un artículo conformado exento de gránulos que tiene una apariencia moteada como si tuviera gránulos en él.

Donde los artículos conformados tienen gránulos o partículas fluidizables coloreadas prensadas sobre ellos, los gránulos adecuados para uso en la preparación de los artículos conformados de la presente invención pueden comprender partículas fluidizables coloreadas, gránulos inorgánicos convencionales, gránulos para tejados encapsulados termoplásticos, o mezclas de los mismos.

Los gránulos deben usarse para proporcionar una cobertura superficial para ocluir el sustrato de debajo, por ejemplo, que oscila de $0,04 \text{ g/cm}^2$ a $0,16 \text{ g/cm}^2$. Los gránulos más pequeños, menores que $800 \text{ }\mu\text{m}$ de tamaño de partícula de tamiz, cubren más eficazmente y pueden usarse en cantidades de hasta $0,1 \text{ g/cm}^2$. Los gránulos de un tamaño de partícula de tamiz mayor pueden usarse en cantidades de hasta $0,16 \text{ g/cm}^2$.

Preferiblemente, para obtener mejor cobertura de gránulos, pueden usarse gránulos de dos tamaños de partícula diferentes, por ejemplo, una mezcla de gránulos que tienen una relación de tamaño de partícula de tamiz de 1,5:1 o superior, y hasta 15,0:1. Tal mezcla puede comprender de 1 a 99 partes en peso, en base al peso total de los gránulos, de los gránulos más grandes, o, preferiblemente, de 30 a 70 partes en peso, y de 1 a 99 partes en peso, en base al peso total de los gránulos, de los gránulos más pequeños, o, preferiblemente, de 30 a 70 partes en peso.

Las cantidades adecuadas de colorantes dependen del tamaño de partícula del vulcanizado, y del efecto de color deseado, y del coste. Los colorantes orgánicos pueden usarse en cantidades menores que 5% en peso, o tan poco como 0,1% en peso, en base a los sólidos totales en las partículas fluidizables coloreadas; sin embargo, para preparar una capa encapsulante opaca, los colorantes orgánicos de al menos una capa de la partícula fluidizable coloreada de la presente invención se combinan con agentes de opacificación, pigmentos reflectantes al IR u otros colorantes inorgánicos que tienen un índice de refracción de 1,7 o superior, habitualmente en una dispersión de colorantes, para hacer a los colorantes orgánicos opacificantes. La relación de colorante orgánico a los agentes de opacificación, pigmentos reflectantes al IR o colorantes inorgánicos puede oscilar de 0,1:1 a 2:1, en base al peso total de colorante o pigmento sólidos.

En la mezcla en fase sólida, pueden añadirse colorantes en forma de polvo directamente a una emulsión de polímero termoplástico en las cantidades de sólidos indicadas.

En la mezcla en fase sólida, cuando se usa en la forma de una dispersión de colorantes, tal como donde se usan colorantes orgánicos, la mezcla húmeda usada para formar partículas fluidizables coloreadas puede comprender tales dispersiones en la cantidad de 0,3 a 50% en peso, en base a los sólidos totales en la mezcla húmeda, preferiblemente, 1% en peso o más, o, preferiblemente, hasta 35% en peso, o, preferiblemente, 5% en peso o más.

Los tensioactivos no iónicos y dispersantes de poli(sales de ácido (met)acrílico), p.ej., dispersantes Tamol™ (Dow Chemical Co., Midland, MI) que son poliácidos de ácido (met)acrílico (AA o MAA) neutralizados con sodio, potasio o amonio o ácido/copolímeros, ayudan a distribuir los colorantes uniformemente en una emulsión o dispersión.

Las partículas fluidizables coloreadas o la mezcla húmeda que incluye vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico útiles para prepararlas pueden tener una única capa de polímero termoplástico que incluye algún agente de opacificación u óxido inorgánico reflectante al IR, opcionalmente, combinado con otro colorante, tal como un pigmento o tinte.

Para potenciar el color y la reflectancia solar, las partículas fluidizables coloreadas o la mezcla húmeda para su preparación tienen preferiblemente dos o más capas de polímero termoplástico, de tal modo que comprenden además uno o más agentes de opacificación en una o mas capas de polímero termoplástico intermedias. En partículas fluidizables coloreadas que tienen múltiples capas de polímero termoplástico, cada una de tales capas comprende un agente de opacificación, pigmento reflectante al IR u otro pigmento que tiene un índice de refracción de 1,7 o superior.

Los ejemplos de partículas fluidizables coloreadas que tienen dos o más capas de polímero termoplástico son partículas fluidizables coloreadas que tienen una o más primera o intermedia capa de polímero termoplástico opaco y una capa de polímero termoplástico coloreada exterior; y partículas fluidizables reflectantes solares y al IR que comprenden una o más capas de polímero termoplástico que comprenden pigmento reflectante infrarrojo.

Las partículas fluidizables coloreadas usadas para preparar los artículos conformados pueden tener un tamaño de partícula de tamiz de 50 a $4.000 \text{ }\mu\text{m}$.

En los vulcanizados usados para preparar las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención, los tamaños de partícula de vulcanizado más grandes aumentan la cantidad de color superficial, lo que aumenta la reflectividad y disminuye el coste de materia prima en comparación con tamaños de partícula de vulcanizado más pequeños, que pueden requerir criomolienda. Por consiguiente, el tamaño de partícula de tamiz de vulcanizado

preferido para el uso en partículas fluidizables coloreadas oscila de 200 a 1.200 μm .

Además, el tamaño de partícula de tamiz preferido de las partículas fluidizables coloreadas, de 200 a 1.200 μm , permite artículos conformados más gruesos para tejados y una reflectividad potenciada en función de la cobertura o concentración de área de superficie.

- 5 Las partículas de vulcanizado más pequeñas aumentan la tracción de las tejas, el alargamiento y la resistencia al desgarro. Por consiguiente, el tamaño de partícula de tamiz preferido para las partículas de vulcanizado usadas para preparar los vulcanizados encapsulados con polímeros termoplásticos de la presente invención, es decir, los que no contienen colorantes, oscila de 45 a 800 μm .

- 10 Los artículos conformados pueden formarse por métodos de mezcla en fase sólida (SPM) que comprenden mezclar las partículas de uno o más vulcanizados, preferiblemente, un vulcanizado de desecho, tal como caucho de neumático molido, y una o más emulsiones de un polímero termoplástico en presencia de uno o más agentes de pasivación para formar una mezcla húmeda, opcionalmente, secar la mezcla húmeda para formar partículas fluidizables, y procesar termoplásticamente la mezcla húmeda o bien las partículas fluidizables.

Las partículas fluidizables pueden ser partículas fluidizables coloreadas o bien vulcanizado encapsulado.

- 15 Después de la formación de las partículas fluidizables, el procedimiento comprende procesar termoplásticamente una mezcla húmeda de partículas de vulcanizado encapsulado o las partículas fluidizables secadas a partir del mismo con, si se desea, partículas fluidizables coloreadas para formar una capa compuesta.

- 20 La mezcla puede comprender mezcla simple a temperatura ambiente. Para evitar la aglomeración de las partículas de vulcanizado o partículas de vulcanizado parcialmente o totalmente encapsulado, pueden usarse p.ej., mezcladores Hobart, mezcladores Banbury, y amasadores de bajo cizallamiento tales como extrusores con poco o ningún calentamiento. Preferiblemente, para permitir la mezcla y secado, p.ej., bajo desvolatilización o vacío, a la vez, los métodos comprenden mezclar en un mezclador de cintas.

- 25 La mezcla húmeda puede ser secada rápidamente a temperatura ambiente, preferiblemente, en un secador de lecho fluido. Por ejemplo, el secado puede llevarse a cabo en un secador de lecho fluido o en una estufa de vacío, o por secado a vacío y calor con agitación, tal como en un mezclador de cintas.

Para prepararlas para el uso en los métodos de la presente invención, las partículas de vulcanizado pueden haber sido sometidas a molienda antes de mezclarlas con una emulsión de polímero termoplástico.

- 30 En los métodos de mezcla en fase sólida de la presente invención, la mezcla húmeda puede comprender tan poco como 5% en peso de líquido, p.ej. agua, en base al peso total de la mezcla húmeda. En toda la mezcla en fase sólida de la presente invención, los sólidos totales de la mezcla húmeda deben ser 60% en peso o más, o, preferiblemente, 70% en peso o más, o, más preferiblemente, 75% en peso o más. Se necesita menos tiempo de secado para menos humedad.

- 35 Para preparar partículas fluidizables (vulcanizado encapsulado no coloreado o partículas fluidizables coloreadas) o mezclas húmedas para prepararlas que tienen un porcentaje más alto de partículas primarias, pueden depositarse dos o más capas de material polimérico termoplástico sobre una partícula de vulcanizado. Tales métodos comprenden mezclar partículas fluidizables que tienen una capa de polímero termoplástico con una o más emulsiones de un polímero termoplástico que comprenden uno o más pigmentos o agentes de opacificación en presencia de agente de pasivación, para formar una mezcla húmeda, seguido de secado. Opcionalmente, de la misma manera de formar una mezcla húmeda y secar, puede añadirse una tercera o cuarta capa a la partícula
- 40 fluidizable resultante que tiene, respectivamente, dos o tres capas de polímero termoplástico, por ejemplo, son deseables dos o más capas de opacificador coloreado o polímero termoplástico reflectante al IR donde se deseen partículas fluidizables coloreadas o reflectantes solares y al IR.

- 45 Los tamaños de las partículas de vulcanizado pueden oscilar de tan bajos como la molienda y cribado lo hagan practicable a tan altos como permita al procesamiento termoplástico preparar artículos conformados, tales como películas, con alta resistencia en estado fundido y márgenes dimensionalmente consistentes. La molienda mecánica es suficiente para reducir el vulcanizado a un tamaño de partícula de tamiz de 300 a 800 μm . Para preparar partículas fluidizables que tengan tamaños de partícula de tamiz de 200 μm o menos, es deseable premoler el vulcanizado o usar partículas de vulcanizado premolidas, p.ej. criomolidas. La criomolienda es deseable para reducir el vulcanizado a un tamaño de partícula de tamiz más pequeño. Para conseguir tamaños de partícula de tamiz más
- 50 pequeños, una muestra molida o criomolida puede ser cribada para eliminar fracciones de partículas más grandes.

Para vulcanizados encapsulados, se prefieren tamaños de partícula más pequeños (800 μm de tamaño de partícula de tamiz o menos), ya que proporcionan más área de superficie para la coalescencia del polímero termoplástico alrededor del vulcanizado y, de este modo, el polímero termoplástico parece humedecerlas más eficazmente que los tamaños grandes.

- 55 En una realización, los métodos para preparar artículos conformados comprenden premezclar la emulsión del

polímero termoplástico, el dispersante y el colorante, añadir la cantidad total de vulcanizado y látex premezclado en un recipiente de mezcla, y mezclar durante 2 a 30 minutos. El látex premezclado y el vulcanizado se mezclan suficientemente bien después de 5 minutos de mezcla para formar una mezcla húmeda. A la mezcla húmeda, se añade una sal de metal multivalente y se mezcla durante 2 a 30 minutos adicionales, después se transfiere a un secador de lecho fluido y se seca. El vulcanizado encapsulado así formado está en una forma que permite el procesamiento termoplástico.

Para formar un artículo conformado reflectante de la presente invención que tiene gránulos, los métodos comprenden prensar gránulos en la capa compuesta mientras está aún en estado fundido, de manera similar a la manera en que se aplican y prensan gránulos en tejas asfálticas. Alternativamente, los gránulos pueden ser adheridos a la capa compuesta reflectante o no reflectante usando un polímero termoplástico.

Para combinar mezcla en fase sólida y procesamiento termoplástico en una sola etapa, puede usarse extrusión para formar partículas fluidizables coloreadas y vulcanizados encapsulados, así como artículos conformados, tal como extruyendo en un extrusor desvolatilizador equipado con una fase desvolatilizadora corriente debajo de al menos una fase amasadora.

La superficie del vulcanizado encapsulado, las partículas fluidizables coloreadas, o los artículos conformados a partir de las mismas, p.ej., como láminas, exhiben buena adhesión a diversos sustratos que incluyen, pero no se limitan a, gasa de poliéster, película acrílica, soporte de poliéster, papel de aluminio, fibra de vidrio, tejidos y hojas de poliéster para uso en la preparación de tejas y alfombras de tejas.

La superficie de los artículos conformados de la presente invención exhibe buenas características de adhesión a revestimientos y adhesivos a base de agua. Tales propiedades de adhesión permiten la formación sencilla de laminados, tal como por coextrusión o capas de contacto, o soldadura por calor de láminas, gasas, hojas y películas de otros materiales en las que una o más de las capas comprenden el material compuesto conformable de la presente invención. Por consiguiente, en la presente invención, pueden prepararse artículos multicapas formando láminas o películas y laminando las láminas o películas con otras láminas o películas, en donde una o más capas comprenden un producto procesado termoplásticamente a partir del vulcanizado encapsulado y las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención. Además, los materiales compuestos conformables preparados como artículos pueden ser reconformados y reprocesados termoplásticamente.

Las composiciones para uso en el procesamiento termoplástico pueden comprender adicionalmente diversos aditivos según se desee o se requiera, según su uso final, tales como, por ejemplo, uno o más de un agente de vulcanización, antioxidante, estabilizador al UV, retardante de fuego polimérico, orgánico o inorgánico, colorante, carga orgánica o inorgánica, p.ej. polímero o resina termoendurecido (curado), en la forma de, por ejemplo, polvos, fibras, trozos o astillas; material de refuerzo, tal como no tejidos o gasas; pigmento; resina o polímero termoendurecible (curable); auxiliar de procesamiento, tal como agentes de liberación de moldes; y pequeñas cantidades de un tensioactivo. Los aditivos pueden añadirse antes o durante el procesamiento termoplástico.

Para retener su naturaleza termoplástica durante el procesamiento, las composiciones de la presente invención pueden omitir agentes de reticulación o de curado, y resinas o polímeros termoendurecibles o curables. Esto no significa que las composiciones no puedan comprender grupos funcionales que puedan hacerse reaccionar con un polímero de matriz o resina o polímero en emulsión independiente.

Los artículos conformados de la presente invención pueden encontrar uso como membranas o capas inferiores para tejados, tejas para tejados, alfombras para tejados o fieltro para tejados; membranas para tejados de EPDM modificado, y artículos reflectante multicapas para usos en automóviles y exteriores, tales como cubiertas para parques infantiles.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención.

En los Ejemplos a continuación, se usaron los siguientes materiales:

Látex A: Polímero en emulsión de estireno-acrilato de butilo que tiene 43,5% de sólidos y una Tg medida de ~5°C.

Dispersante A: Sal de sodio de poli(ácido acrílico), Tamol™ 851 (Dow, Midland, MI);

TiO₂: Titania de rutilo Dupont R-902, DuPont, Wilmington, DE);

Caucho de neumático molido (GTR) A (tamaño de partícula 500 µm; malla 34): (Edge Rubber, Chambersburg, PA); y,

Hidróxido de calcio, 98% (Fisher Scientific, Pittsburgh, PA).

En los siguientes ejemplos, se usaron los siguientes métodos de ensayo para medir la reflectancia solar y la emitancia térmica:

ASTM C1549-09 (2009), Método de Ensayo Estándar para la Determinación de la Reflectancia Solar Cerca de la Temperatura Ambiente Usando un Reflectómetro Solar Portátil, usando un Reflectómetro Solar Portátil de Devices and Services, Dallas, TX (calibrado antes de cada uso con patrón de reflectancia, calibración anual por D&S, Dallas, TX).

- 5 ASTM C1371 - 04a (2004) Método de Ensayo Estándar para la Determinación de la Emitancia de Materiales Cerca de la Temperatura Ambiente Usando Emisómetros portátiles, usando un Emisómetro Portátil de Devices and Services, Dallas, TX (calibrado antes de cada uso con patrones de emisividad).

Ejemplo 1

- 10 Se hizo una comparación entre una lámina negra preparada a partir de vulcanizado encapsulado (Reflectancia Solar o SR inicial 5%) y una lámina inventiva reflectante preparada a partir de 100% en peso de vulcanizado termoplástico coloreado/coloreado de blanco (SR inicial 51%). A cada una de la lámina negra y la lámina inventiva reflectante se adhirió la misma proporción, 0,23 g/cm², de gránulos grises estándar para tejados. Las láminas inventivas se prepararon depositando los gránulos grises para tejados sobre cada lámina y presionando los gránulos en una lámina calentada para hacer una teja. La SR de la teja de vulcanizado termoplástico coloreado/coloreado de blanco fue 28%, lo que fue más alto que el análogo que llevaba gránulos prensados en el vulcanizado encapsulado, 25%.
15 Adicionalmente, reducir la cantidad de gránulos depositados sobre la superficie de una lámina preparada a partir de vulcanizado encapsulado reduce la reflectividad SR para la teja de la lámina negra y causa un aumento en SR para la teja de la lámina reflectante preparada con vulcanizado termoplástico coloreado/coloreado de blanco.

Ejemplo 2: Síntesis de material compuesto reflectante

- 20 25% de látex A (43,55 de sólidos) / 24% de TiO₂ / 50% de GTR A / 0,7% de Hidróxido de calcio, 98% / 0,3% de Dispersante A (todos en base a peso y todos son 100% de sólidos, a menos que se indique otra cosa)

- 25 Se premezclaron el látex A, el Dispersante y el TiO₂. Se cargó la cantidad total de GTR A y látex premezclado en un cuenco de mezcla de acero inoxidable de 4,73 litros (5 cuartos de galón) y se mezclaron durante 5 minutos usando un mezclador Hobart (Hobart Corp, Troy, OH). Después de que el látex premezclado y el caucho de neumático molido estuvieron mezclados suficientemente bien (aproximadamente 5 minutos de mezcla), se añadió el Hidróxido de calcio a la mezcla de látex/colorante/ caucho de neumático molido y se mezcló durante 5 minutos adicionales. La mezcla húmeda de alto contenido en sólidos resultante se transfirió después a un secador rápido Retsch TG 200 (Retsch GmbH, Rheinische Str. 36, Alemania) (secador de lecho fluido a escala de laboratorio) y se secó a 60°C durante 10 minutos. Las partículas fluidizables coloreadas completamente secas estaban en una forma física que
30 permite el procesamiento termoplástico.

Ejemplo 3: Síntesis de material compuesto no reflectante

25% de látex A / 74,3% de GTR (A) / 0,7% de Hidróxido de calcio, 98% (todos en base a peso y todos son 100% de sólidos, a menos que se indique otra cosa)

- 35 Se cargó la cantidad total de caucho de neumático molido A y el látex A en el cuenco de mezcla de acero inoxidable de 4,73 litros (5 cuartos de galón) y se mezclaron durante 5 minutos usando un mezclador Hobart (Hobart Corp, Troy, OH). Después de que el látex y el caucho de neumático molido estuvieron mezclados suficientemente, se añadió el Hidróxido de calcio, 98%, a la mezcla de látex/caucho de neumático molido y se mezcló durante 5 minutos adicionales. La mezcla húmeda resultante se transfirió después a un secador rápido Retsch TG 200 (Retsch GmbH, Rheinische Str. 36, Alemania) (secador de lecho fluido a escala de laboratorio) y se secó a 60°C durante 10 minutos.
40 El vulcanizado encapsulado resultante estaba en una forma física que permite el procesamiento termoplástico.

Ejemplo 4: Procesamiento termoplástico

- 45 Para procesar, las partículas fluidizables coloreadas del Ejemplo 2 y el vulcanizado encapsulado del Ejemplo 3 se prensaron en una placa de teja usando moldeo por compresión en las siguientes condiciones: 4 minutos a 180°C (356F) y 68,947 Megapascals (10.000 psi). Las capas compuestas resultantes de cada uno de los Ejemplos 2 y 3 se prepararon como (i) placas de tejas exentas de gránulos; (ii) placas de tejas tratadas aplicando látex A a la superficie superior de cada placa y espolvoreando gránulos grises claros estándar para tejas por encima, seguido de colocar cada placa en una estufa a 60°C durante 30 minutos para secar el látex y adherir los gránulos a la placa; y (iii) calentar la superficie superior de cada placa poniéndola en una prensa carver (Carver Laboratory Hydraulic Press, Moldeo C, Menomonee Falls, WI) durante 2 minutos con las placas calentadas a 180°C (356F) y sin presión para ablandar la superficie y prensando después los gránulos grises claros estándar para tejas en la superficie con la prensa carver a una presión de 6,895 Megapascals (1.000 psi) durante 30 segundos.
50

La reflectancia solar y la emitancia térmica de las tejas resultantes son:

Tabla 1: Datos del ensayo de Reflectancia de las tejas

Ejemplo de síntesis / Ejemplo de procesamiento termoplástico	Aplicación de gránulos	Látex	GTR	TiO ₂	% de SR	% de TE
3*/ 4(i)	ninguno	25	74	0	4	83
3*/ 4(iii)	prensados	25	74	0	25	93
3/ 4(ii)	adheridos	25	74	0	27	93
2/ 4(i)	ninguno	25	50	24	51	86
2/ 4(iii)	prensados	25	50	24	28	92
2/ 4(ii)	adheridos	25	50	24	29	93

* - Control

Como se muestra en la Tabla 1 anterior, las tejas inventivas exhibieron una lectura de Reflectancia Solar mucho más alta, especialmente en la teja compuesta exenta de gránulos del Ejemplo 2/ 4(i). Aunque pueden usarse gránulos para proporcionar algo de reflectancia solar, Ejemplos 3/ 4(iii) y 3/4(ii) y 2/4(iii) y 2/4(ii), los gránulos aplicados y adheridos a una capa compuesta causan una mejora más sustancial en emitancia térmica.

Ejemplos 5-8: Efecto del tamaño de partícula de tamiz del vulcanizado

En el Ejemplo 5, se usaron los materiales del Ejemplo 2 y se procesaron como en el Ejemplo 4(i) excepto que el GTR usado tenía un tamaño de partícula de tamiz de 177 µm (malla 80).

En el Ejemplo 6, se usaron los materiales del Ejemplo 2 y se procesaron como en el Ejemplo 4(i).

En el Ejemplo 7, se usaron los materiales del Ejemplo 3 y se procesaron como en el Ejemplo 4(i).

En el Ejemplo 8, se usaron los materiales del Ejemplo 2 y se procesaron como en el Ejemplo 4(i), excepto que el GTR usado tenía un tamaño de partícula de tamiz de 2.380 µm (malla 8).

Como se muestra en la Tabla 2, a continuación, en los Ejemplos 6 y 8 comparados con el Ejemplo 5, cuanto más grande es el tamaño de partícula del vulcanizado, más alta es la reflectancia solar. Las tejas no reflectantes en el ejemplo 7 proporcionaron poca reflectancia solar.

Tabla 2: Comparación del % de SR y % de TE de tamaño de malla del vulcanizado en láminas compuestas reflectantes (sin gránulos)

Ejemplo	Método de preparación usado de los anteriores	Tamaño de partícula de tamiz del GTR (µm)	% de SR	% de TE
5	A	177	30	84
6	A	500	51	86
7*	B	500	4	83
8	A	2.380	66	85

* - Control

En el Ejemplo 9, a continuación, se usaron los materiales del Ejemplo 3 y se procesaron como en el ejemplo 4(ii) (pegado del látex) excepto que los gránulos eran partículas fluidizables coloreadas de GTR que tenían un tamaño de partícula de tamiz de 2.380 µm (malla 8) encapsuladas en látex A por mezcla en fase sólida, en donde la cantidad de GTR es 50 partes en peso como sólidos, la cantidad de látex es 24,6 partes en peso como sólidos, el colorante es 24,6 partes en peso como sólidos, y el agente de pasivación es 0,8 partes en peso como sólidos. Los gránulos de GTR se usaron directamente del secador rápido Retsch.

Tabla 3: % de SR y % de TE de compuesto no reflectante con partículas fluidizables coloreadas de GTR encapsulado con polímero y TiO₂

Ejemplo 9	Tamaño de partícula de tamiz del GTR	% de SR	% de TE
GTR coloreado con TiO_2	2.380 μm	56	88

Como se muestra en la Tabla 3 anterior, las partículas de vulcanizado grandes en las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención proporcionan gránulos que permiten una reflectancia solar muy alta cuando se adhieren a tejas de capas compuestas de la presente invención.

5 Ejemplos 10-16:

En los siguientes Ejemplos, E80 es caucho de neumático molido de Edge Rubber (Chabersburg, PA), tamaño de partícula de tamiz 177 μm ; E34 es caucho de neumático molido de Edge Rubber (Chabersburg, PA), tamaño de partícula de tamiz 500 μm (malla 34); E8 es caucho de neumático molido de Edge Rubber (Chabersburg, PA), tamaño de partícula de tamiz 2.380 μm ; el colorante ftalo verde es una dispersión de color en planta (Aquatrend II disp. 878-5512, Degussa Corp, Piscataway, NJ); TiO_2 es pigmento de rutilo con 100% de sólidos; y pigmento verde Cr_2O_3 es pigmento con 100% de sólidos.

En los Ejemplos 11, 12, 13 y 15, todo de los GTR enumerados en la Tabla 4, a continuación, se añadió a un cuenco de mezcla; en una segunda etapa, se añadió aproximadamente 1/3 del látex y se mezcló, seguido de añadir 1/3 del pigmento (TiO_2 o Cr_2O_3) y mezclar, añadir después 1/3 del agente de pasivación ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) y mezclar para formar una mezcla húmeda; después se repitió la segunda etapa dos veces más para formar una mezcla húmeda de partículas fluidizables coloreadas aumentadas, que se secaron después en un secador rápido Retsch TG 200 (Retsch GmbH, Rheinische Str. 36, Alemania) (secador de lecho fluido a escala de laboratorio) y se secó a 60°C durante 10 minutos.

En el Ejemplo 14, todo de los GTR enumerados en la Tabla 4, a continuación, se añadió a un cuenco de mezcla; en una segunda etapa, se añadió aproximadamente 1/3 del látex y se mezcló, seguido de añadir 1/2 del pigmento (TiO_2) y mezclar, añadir después 1/3 del agente de pasivación ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) y mezclar para formar una mezcla húmeda; después se repitió la segunda etapa una vez más para formar una mezcla húmeda de partículas fluidizables coloreadas aumentadas; a esto se añadió 1/3 del látex, seguido de mezclar, seguido de añadir el colorante ftalo verde y mezclar, y, finalmente, añadir 1/3 de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y mezclar para formar una mezcla húmeda de partículas fluidizables coloreadas aumentadas que se secaron después en un secador rápido Retsch TG 200 (Retsch GmbH, Rheinische Str. 36, Alemania) (secador de lecho fluido a escala de laboratorio) y se secó a 60°C durante 10 minutos.

El espacio de color de estas partículas fluidizables coloreadas se midió y se comparó con polvos de los materiales de control. Como se muestra en la Tabla 4, a continuación, las partículas fluidizables coloreadas de la presente invención reproducen el color del polímero termoplástico coloreado en la corteza de las partículas y no el color del vulcanizado de debajo.

Tabla 4: Valores² de espacio de color L.A.B. para partículas fluidizables coloreadas

Ejemplo	Composición	L	A	B
10*	100 GTR (tamaño de partícula de tamiz 200 μm , malla 80)	"Demasiado oscuro" para la medida		
11	24,5 látex A / 25 TiO_2 / 50 E80 / 0,5 $\text{Ca}(\text{OH})_2$	64,10	-1,12	-3,85
12	24,5 látex A / 25 TiO_2 / 50 E34 / 0,5 $\text{Ca}(\text{OH})_2$	78,01	-1,31	-0,11
13	24,5 látex A / 25 TiO_2 / 50 E8 / 0,5 $\text{Ca}(\text{OH})_2$	84,52	-1,22	4,29
14	24,5 látex A / 23 TiO_2 / 2 colorante ftalo verde / 50 E80 / 0,5 $\text{Ca}(\text{OH})_2$	48,41	-23,89	-5,56
15	24,5 látex A / 25 pigmento verde Cr_2O_3 / 50 E80 / 0,5 $\text{Ca}(\text{OH})_2$	37,39	-19,33	17,42
	Verde espuma de mar, fino	51,45	-13,76	-1,24

* Control; 1. Arena blanda; 2. Medidor Minolta Chroma CR-231 (Minolta Corp, Ramsey, NJ)

REIVINDICACIONES

1. Un artículo conformado que comprende una o más capas compuestas de (i) un vulcanizado encapsulado en una matriz de polímero termoplástico coloreado o no coloreado que contiene uno o más agentes de pasivación, y (ii) un material reflectante elegido de: partículas fluidizables coloreadas de un vulcanizado encapsulado con colorante reflectante termoplástico que comprende de 0,05 a 3% en peso, en base a los sólidos totales, de uno o más agentes de pasivación; gránulos para tejados; gránulos para tejados encapsulados termoplásticos; la matriz de polímero termoplástico coloreado; y combinaciones de los mismos,
5 en donde dicho agente de pasivación se selecciona de metales y compuestos multivalentes;
10 en donde las partículas fluidizables coloreadas están dispersadas dentro de la superficie de la capa compuesta, o cualquiera de las partículas fluidizables coloreadas o los gránulos están dispersados sobre la superficie de la capa compuesta o están adheridos a la misma con una resina termoplástica;
y en donde, cuando el material reflectante (ii) es la matriz de polímero termoplástico coloreado, el artículo conformado está preparado a partir de 100% del vulcanizado encapsulado con polímero termoplástico coloreado.
- 15 2. El artículo conformado según la reivindicación 1, en donde las partículas fluidizables coloreadas o la matriz de polímero termoplástico coloreado comprenden uno o más colorantes que tienen un índice de refracción en el aire de 1,7 o superior.
3. El artículo conformado según la reivindicación 2, en donde las partículas fluidizables coloreadas comprenden dos o más capas de polímero termoplástico coloreado, en las que una o más capas comprenden un pigmento reflectante al infrarrojo (IR), agente de opacificación o pigmento reflectante al visible que tiene un índice de refracción en el aire de 1,7 o más.
20
4. El artículo conformado según la reivindicación 1, en donde el agente de pasivación está presente en la cantidad de 0,05 a 3,0% en peso, en base a los sólidos totales.
5. El artículo conformado según la reivindicación 1, en donde el vulcanizado encapsulado en polímero termoplástico es un vulcanizado de desecho.
25
6. El artículo conformado según la reivindicación 5, en donde el vulcanizado es caucho de neumático molido.
7. El artículo conformado según la reivindicación 1, que es una teja para tejados o una cubierta para tejados.
8. El artículo conformado según la reivindicación 7, en donde la Reflectancia Solar (SR) inicial del artículo conformado es 30% o superior y la emisividad térmica (TE) inicial es 70% o superior.
9. El artículo conformado según la reivindicación 1, que comprende menos que 0,5% en peso de plastificante, o no contiene plastificante añadido.
30
10. Una partícula fluidizable coloreada o pluralidad de la misma, comprendiendo cada partícula una partícula estable en almacenamiento de un vulcanizado encapsulado en una mezcla de i) un polímero termoplástico, ii) uno o más colorantes elegidos de un pigmento reflectante al infrarrojo (IR), un pigmento reflectante al visible y un pigmento de opacificación, y iii) un agente de pasivación seleccionado de metales y compuestos multivalentes, presente en una cantidad de 0,05 a 3,0% en peso, en base a los sólidos en partículas totales, en donde la partícula fluidizable coloreada comprende menos que 0,5% en peso de plastificante, o no contiene plastificante añadido.
35