

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 605 557**

51 Int. Cl.:

C08L 27/18 (2006.01)

C09D 127/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.12.2010 PCT/US2010/059368**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2011 WO11075351**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.12.2010 E 10793383 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.10.2016 EP 2513221**

54 Título: **Composiciones de polímeros fluorados mezclados que tienen múltiples polímeros fluorados procesables en estado fundido**

30 Prioridad:

18.12.2009 US 287929 P
20.01.2010 US 296553 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.03.2017

73 Titular/es:

WHITFORD CORPORATION (100.0%)
47 Park Avenue
Elverson, PA 19520, US

72 Inventor/es:

HARVEY, LEONARD W.;
BRAIN, HELEN L.;
BATE, THOMAS J.;
PEACOCK, ANITA K. y
ROBERTS-BLEMING, SUSAN J.

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 605 557 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

Composiciones de polímeros fluorados mezclados que tienen múltiples polímeros fluorados procesables en estado fundido

5 Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención.

10 La presente invención se refiere a polímeros fluorados y, en particular, se refiere a composiciones de polímeros fluorados que tienen propiedades mejoradas, tales como recubrimientos del tipo que se pueden aplicar a cualquiera de sustratos rígidos o flexibles en los que se desea una superficie antiadherente y/o resistente a la abrasión. En particular, la presente invención se refiere a composiciones de polímeros fluorados que incluyen múltiples componentes de polímero fluorado y se pueden usar para formar recubrimientos que tienen mejores características antiadherentes o de liberación y/o mejor resistencia a la abrasión, así como películas y/o composiciones en polvo mezclados.

2. Descripción de la técnica relacionada.

20 Los polímeros fluorados son polímeros de cadena larga que comprenden unidades de repetición lineales principalmente etilénicas en las que algunos o todos los átomos de hidrógeno son reemplazados con flúor. Los ejemplos incluyen el politetrafluoroetileno (PTFE), metilfluoroalcoxi (MFA), etileno propileno fluorados (FEP), perfluoroalcoxi (PFA), poli (clorotrifluoroetileno) y poli (fluoruro de vinilo).

25 Los sistemas de recubrimiento antiadherentes que incluyen polímeros fluorados se aplican en capas simples o múltiples a la superficie de un sustrato para proporcionar un sustrato revestido que tiene un recubrimiento antiadherente al que no se adhieren materiales extraños. En un sistema de recubrimiento de múltiples capas, la capa antiadherente en general incluye una imprimación y una capa de acabado y, opcionalmente, una o más capas intermedias.

30 El uso de sistemas de recubrimiento antiadherentes que se aplican a un sustrato en múltiples capas se conoce desde hace muchos años. Las imprimaciones para tales sistemas normalmente contienen una resina aglutinante orgánica resistente al calor y una o más resinas de polímero fluorado, junto con diversos pigmentos opacos y cargas. Las capas intermedias contienen principalmente polímeros fluorados con algunas cantidades de pigmentos opacos, cargas y coadyuvantes de coalescencia, mientras que las capas de acabado están casi enteramente compuestas de polímeros fluorados, tales como enteramente de politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE), o HPTFE con una pequeña cantidad de un polímero fluorado procesable en estado fundido.

40 El tejido de vidrio es un ejemplo de un sustrato flexible que se puede recubrir con un recubrimiento de polímero fluorado. El recubrimiento normalmente incluye un politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE), por sí mismo o con pequeñas cantidades de polímeros y/o cargas adicionales. Una técnica de recubrimiento implica alimentar una banda de tejido de vidrio a través de un tanque de inmersión que contiene una dispersión de polímero fluorado y, a continuación la alimentación hacia arriba de la banda revestida a través de una torre de horno de secado y sinterizado para curar o fijar el recubrimiento. Este proceso generalmente se repite un número de veces, por lo que se pueden aplicar hasta 10 o más capas de recubrimiento.

Lo que se necesita son mejores composiciones de polímeros fluorados para aplicaciones tales como recubrimientos para sustratos rígidos y/o flexibles que demuestren características mejoradas, tales como la mejora de la liberación y/o resistencia a la abrasión.

50 El documento WO 2007/056350 A1 desvela mezclas de (A) PFA, (B) un primer PTFE de bajo peso molecular, y (C) un segundo PTFE que también es un PTFE de bajo peso molecular. El documento EP 1 840 165 A1 desvela diversos grados de PTFE y/o mezclas de PTFE. El documento WO 2009/146277 describe una composición de polímeros fluorados, por ejemplo, de un PTFE de bajo peso molecular y un polímero fluorado procesable en estado fundido.

Sumario de la invención

60 La presente divulgación proporciona composiciones de polímeros fluorados que incluyen múltiples componentes de polímero fluorado y, en aplicaciones de ejemplo, se pueden aplicar como recubrimientos a cualquiera de sustratos rígidos o flexibles. Las composiciones se pueden aplicar ellas mismas como capas de base o cubiertas, o se pueden combinar con otros componentes para la formulación de capas de base o cubiertas. En una forma de realización, las composiciones incluyen al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE) y al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido químicamente diferentes (MPF), según la reivindicación 1. En otra forma de realización, las composiciones incluyen al menos un politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE), al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE), y al menos dos polímeros fluorados procesables en estado

fundido químicamente diferentes (MPF). Después de aplicarse a un sustrato, opcionalmente sobre una capa de base y/o una capa intermedia y a continuación curarse, las presentes composiciones forman recubrimientos que demuestran características mejoradas, tales como características mejoradas de liberación, de resistencia a la abrasión, de translucidez/transparencia y de permeabilidad, por ejemplo.

5 En una de sus formas, la presente divulgación proporciona una composición de polímeros fluorados, que incluye al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE) que tiene una primera temperatura de fusión (T_m) de 335 °C o inferior; y al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido, que incluyen: un primer polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF); y un segundo polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF), el segundo polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF) que es químicamente diferente del primer polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF).

10 En una forma de realización, la composición de polímeros fluorados carece de politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) que tiene un peso molecular promedio en número (M_n) de al menos 500.000. El al menos un LPTFE puede estar presente en una cantidad de entre el 10 % en peso y el 70 % en peso, y los al menos dos MPF pueden estar juntos presentes en una cantidad de entre el 30 % en peso y el 90 % en peso, basándose en el peso total de sólidos del al menos un LPTFE y los al menos dos MPF, o el al menos un LPTFE puede estar presente en una cantidad de entre el 40 % en peso y el 60 % en peso, y los al menos dos MPF pueden estar juntos presentes en una cantidad de entre el 40 % en peso y el 60 % en peso, basándose en el peso total de sólidos del al menos un LPTFE y los al menos dos MPF.

15 En otra forma de realización, la composición además puede incluir al menos un politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) que tiene un peso molecular promedio en número (M_n) de al menos 500.000. El al menos un HPTFE puede estar presente en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 89 % en peso, basándose en el peso total de sólidos del al menos un HPTFE, el al menos un LPTFE, y los al menos dos MPF, o el al menos un LPTFE puede estar presente en una cantidad de entre el 16 % en peso y el 60 % en peso, el HPTFE puede estar presente en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 60 % en peso, y los al menos dos MPF pueden estar juntos presentes en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 60 % en peso, basándose en el peso total de sólidos del al menos un HPTFE, el al menos un LPTFE, y los al menos dos MPF. Los al menos dos MPF pueden estar presentes cada uno en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 30 % en peso, basándose en peso total de sólidos del al menos un HPTFE, el al menos un LPTFE, y los al menos dos MPF.

20 El al menos un LPTFE puede tener una primera temperatura de fusión (T_m) seleccionada del grupo que consiste en 332 °C o inferior, 330 °C o inferior, 329 °C o inferior, 328 °C o inferior, 327 °C o inferior, 326 °C o inferior, y 325 °C o inferior y/o se puede obtener a través de polimerización en emulsión sin someterse a aglomeración, degradación térmica, o irradiación.

La composición puede estar en forma de dispersión acuosa, y se puede aplicar a un sustrato como un recubrimiento.

40 En otra de sus formas, la presente divulgación proporciona un método para recubrir un sustrato, el método que incluye las etapas de: proporcionar un sustrato; aplicar una composición de recubrimiento al sustrato, la composición de recubrimiento que incluye: al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE) que tiene una primera temperatura de fusión (T_m) de 335 °C o inferior; y al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido, que incluyen: un primer polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF); y un segundo polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF), el segundo polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF) que es químicamente diferente del primer polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF); y curar la composición para formar un recubrimiento.

45 El método puede incluir las etapas adicionales, antes de la aplicación de una etapa de composición de recubrimiento, de: aplicar una imprimación al sustrato, la imprimación que comprende al menos un polímero fluorado; y, opcionalmente, curar al menos parcialmente la imprimación. El método además puede incluir las etapas adicionales, después de la aplicación de una etapa de imprimación y antes de la aplicación de una etapa de composición de recubrimiento, de: aplicar una capa intermedia al sustrato, la capa intermedia que incluye al menos un polímero fluorado; y, opcionalmente, curar al menos parcialmente la capa intermedia. El sustrato se puede seleccionar del grupo que consiste en un sustrato rígido y un sustrato flexible.

Breve descripción de los dibujos

50 Las características y ventajas anteriormente mencionadas de esta invención, y otras, y la manera de conseguirlas, se harán más evidentes y la propia invención se entenderá mejor por referencia a la siguiente descripción de formas de realización de la descripción tomada junto con los dibujos adjuntos, en los que:

Las Figs. 1-18 corresponden al ejemplo 2, en el que:

60 La Fig. 1 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 31 del Ejemplo 2;

La Fig. 2 es un gráfico de DSC del pico de refusión del Experimento 31 del Ejemplo 2;

- La Fig. 3 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 23 del Ejemplo 2;
- La Fig. 4 es un gráfico de DSC del primer pico de refusión del Experimento 23 del Ejemplo 2;
- 5 La Fig. 5 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 30 del Ejemplo 2;
- La Fig. 6 es un gráfico de DSC del pico de refusión del Experimento 30 del Ejemplo 2;
- La Fig. 7 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y de los picos de fusión del Experimento 22 del Ejemplo 2;
- 10 La Fig. 8 es un gráfico de DSC de los picos de refusión del Experimento 22 del Ejemplo 2;
- La Fig. 9 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y de los picos de fusión del Experimento 3 del Ejemplo 2;
- La Fig. 10 es un gráfico de DSC de los picos de refusión del Experimento 3 del Ejemplo 2;
- La Fig. 11 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y de los picos de fusión del Experimento 41 del Ejemplo 2;
- 15 La Fig. 12 es un gráfico de DSC de los picos de refusión del Experimento 41 del Ejemplo 2;
- La Fig. 13 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y de los picos de fusión del Experimento 29 del Ejemplo 2;
- La Fig. 14 es un gráfico de DSC de los picos de refusión del Experimento 29 del Ejemplo 2;
- 20 La Fig. 15 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y de los picos de fusión del Experimento 38 del Ejemplo 2;
- La Fig. 16 es un gráfico de DSC de los picos de refusión del Experimento 38 del Ejemplo 2;
- La Fig. 17 es un gráfico de DSC de los primeros picos de fusión y de los picos de fusión del Experimento 39 del Ejemplo 2;
- La Fig. 18 es un gráfico de DSC de los picos de refusión del Experimento 39 del Ejemplo 2;
- 25 Las Figs. 19-30 corresponden al Ejemplo 1, en el que:
- La Fig. 19 es un gráfico de ejemplo que muestra las posiciones de los valores de PFA (MPF), SFN-D (LPTFE), TE3887N (LPTFE) y FEP (MPF) para los gráficos de contorno de las Figuras 20-30;
- La Fig. 20 es un gráfico de contorno que muestra el brillo del recubrimiento en función de la composición;
- 30 La Fig. 21 es un gráfico de contorno que muestra el ángulo de contacto en función de la composición;
- La Fig. 22 es un gráfico de contorno que muestra la dureza del lápiz de recubrimiento en función de la composición;
- La Fig. 23 es un gráfico de contorno que muestra la media normalizada del ángulo de contacto, el brillo, y los ensayos de dureza del lápiz;
- 35 La Fig. 24 es un gráfico de contorno que muestra la media normalizada de la temperatura mínima de refusión, el ángulo de contacto, el brillo, y los ensayos de dureza del lápiz;
- La Fig. 25a es un gráfico de contorno que muestra el número de picos de DSC observados durante la primera fusión;
- La Fig. 25b es un gráfico de contorno que muestra el número de picos de DSC observados durante la fusión;
- 40 La Fig. 25c es un gráfico de contorno que muestra el número de picos de DSC observados durante la segunda fusión;
- La Fig. 26 es un gráfico de contorno que muestra la diferencia entre la entalpía de fusión total y la entalpía total de la primera fusión;
- La Fig. 27 es un gráfico de contorno que muestra la diferencia entre la entalpía total de refusión y la entalpía total de la primera fusión;
- 45 La Fig. 28 es un gráfico de contorno que muestra la temperatura mínima de la primera fusión;
- La Fig. 29 es un gráfico de contorno que muestra la temperatura mínima de fusión; y
- La Fig. 30 es un gráfico de contorno que muestra la temperatura mínima de refusión.

50 Los caracteres de referencia correspondientes indican partes correspondientes en las diversas vistas. Las ejemplificaciones establecidas en el presente documento ilustran formas de realización de la descripción, y tales ejemplificaciones no se han de interpretar de ninguna manera como limitantes del alcance de la descripción.

Descripción detallada

55 La presente invención proporciona composiciones de polímeros fluorados que incluyen múltiples componentes de polímero fluorado y, en aplicaciones de ejemplo, se pueden aplicar como recubrimientos a cualquiera de sustratos rígidos o flexibles. Las composiciones se pueden aplicar ellas mismas como capas de base o cubiertas, o se pueden combinar con otros componentes para la formulación de capas de base o cubiertas. En una forma de realización, las composiciones incluyen al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE) y al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido químicamente diferentes (MPF). En otra forma de realización, las composiciones incluyen al menos un politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE), al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE), y al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido químicamente diferentes (MPF). Después de aplicarse a un sustrato, opcionalmente sobre una capa de base y/o una capa intermedia y a continuación curarse, las presentes composiciones forman recubrimientos que demuestran características mejoradas, tales como características mejoradas de liberación, de resistencia a la abrasión, de translucidez/transparencia y de permeabilidad, por ejemplo.

65

Los sustratos adecuados a los que se pueden aplicar las presentes composiciones de polímeros fluorados, así como los tipos de recubrimiento, se describen más adelante en la Sección I; los componentes de politetrafluoroetileno de alto peso molecular adecuados (HPTFE) se describen a continuación en la Sección II; los componentes de politetrafluoroetileno de bajo peso molecular adecuados (LPTFE) se describen a continuación en la Sección III; los componentes de polímero fluorado procesable en estado fundido adecuados (MPF) se describen a continuación en la Sección IV; los polímeros de ingeniería adecuados se describen más adelante en la Sección V; los procedimientos y formulaciones de aplicación adecuados se describen más adelante en la Sección VI; las propiedades físicas y los procedimientos de caracterización se describen más adelante en la Sección VII; y los ejemplos siguientes.

Mezclas de polímeros fluorados que incluyen LPTFE y un solo tipo de MPF se describen en detalle en el documento US2009/317553 A1, titulado BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS; mezclas de polímeros fluorados que incluyen politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE), LPTFE, y un solo tipo de MPF se describen en detalle en el documento US2010/080955 A1 titulado BLENDED FLUOROPOLYMER COATINGS FOR RIGID SUBSTRATES y en el documento US2010/080959 A1, titulado BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS AND COATINGS FOR FLEXIBLE SUBSTRATES; cada uno se asigna al cesionario de la presente invención, y las descripciones de cada uno de ellos se incorpora expresamente en el presente documento por referencia.

En una primera forma de realización, las presentes composiciones de polímeros fluorados mezcladas incluyen al menos un LPTFE y al menos dos MPF químicamente diferentes, pero no incluyen politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE). A este respecto, las composiciones de polímeros fluorados mezcladas de la primera forma de realización se puede considerar que son MPF mezclados con un aditivo en forma de al menos un LPTFE.

En una segunda forma de realización, las presentes composiciones de polímero fluorado mezcladas incluyen al menos un HPTFE, al menos un LPTFE, y al menos dos MPF químicamente diferentes. A este respecto, las composiciones de polímeros fluorados mezcladas de la segunda forma de realización se puede considerar que incluye las composiciones de polímero fluorado de la primera forma de realización que se utiliza como aditivo para un sistema de recubrimiento que incluye HPTFE.

En cada una de la primera y segunda formas de realización, las composiciones de polímeros fluorados mezcladas incluyen al menos dos MPF químicamente diferentes, como se define en el presente documento.

Las composiciones pueden estar en forma de dispersión acuosa o polvos, por ejemplo, y se puede utilizar en los tipos de aplicaciones particulares descritas en este documento, así como en aplicaciones tradicionales en las que se sabe que se utilizan MPF. Además, las presentes composiciones de polímeros fluorados mezcladas se pueden usar solas, o se pueden formular con otros tipos de polímeros fluorados o no fluorados, opcionalmente junto con aditivos adecuados, tales como cargas, pigmentos, tensioactivos, etc.

I. Sustratos y tipos de recubrimientos

a. Sustratos rígidos.

Los sustratos rígidos adecuados a los que se pueden aplicar las presentes composiciones incluyen metales, aleaciones metálicas, cerámicas, y/o materiales de plástico rígido. Los ejemplos incluyen utensilios de cocina, utensilios para hornear, componentes industriales tales como rodillos, o cualquier otro sustrato rígido sobre el que se desea formar un recubrimiento de las presentes composiciones.

El sustrato rígido puede estar opcionalmente recubierto con una imprimación (o capa de base) y/o una capa intermedia antes de la aplicación de las presentes composiciones de recubrimiento. La imprimación y la capa intermedia pueden ser cualquier tipo de recubrimiento a base de polímero fluorado, y están ampliamente disponibles recubrimientos comerciales a base de PTFE de alto peso molecular y/u otros polímeros fluorados. Las composiciones particulares de imprimación y/o capa intermedia pueden variar ampliamente, y no se cree que sea crítico con respecto a las propiedades mejoradas demostradas por los recubrimientos descritos en este documento.

b. Sustratos flexibles.

Los sustratos flexibles adecuados a los que se pueden aplicar las presentes composiciones incluyen tejido de vidrio del tipo usado habitualmente en aplicaciones tales como bandas transportadoras de alimentos para hornos continuos, telas de arquitectura del tipo utilizado en cubiertas de estadios y cúpulas de radar, así como correas de sellado térmico, placas de circuitos, hojas de cocina y tejidos de lona, por ejemplo. El "tejido de vidrio" o la "tejido de vidrio" es un material textil fabricado de fibras tejidas, tales como, por ejemplo, lino, vidrio, o algodón.

Otros sustratos flexibles que se pueden recubrir con las presentes composiciones incluyen cualquier material que incluya fibras o filamentos naturales o sintéticos, que incluyen fibra cortada, fibra de relleno, hebra, hilo, textiles, tela no tejida, tela de alambre, cuerdas, correajes, cuerdas, y correas, para ejemplo. Ejemplos de materiales fibrosos que se pueden revestir con las presentes composiciones de recubrimiento incluyen fibras naturales, tales como fibras vegetales, animales, y minerales, que incluyen algodón, denim de algodón, lana, seda, fibras cerámicas, y fibras de

metal, así como fibras sintéticas, tales como telas de carbono de punto, fibras de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE), poli (tereftalato de etileno) (PET), fibras de para-aramida, que incluyen tereftalamida de polifenileno o Kevlar[®], y fibras de meta-aramida, tales como Nomex[®], cada una disponible en E.I. du Pont de Nemours and Company, fibras de sulfuro de polifenileno, tales como Ryton[®], disponible en Chevron Phillips Chemical Co, fibras de polipropileno, fibras poliacrílicas, fibras de poliacrilonitrilo (PAN), como Zoltek[®], disponibles en Zoltek Corporation, fibras de poliamida (nylon), y fibras de nylon y poliéster, tales como Dacron[®], disponible en Invista North America.

El sustrato flexible puede estar opcionalmente recubierto con una imprimación (o capa de base) y/o una capa intermedia antes de la aplicación de las presentes composiciones de recubrimiento. La imprimación y la capa intermedia pueden ser cualquier tipo de recubrimiento a base de polímero fluorado, y están ampliamente disponibles recubrimientos comerciales a base de PTFE de alto peso molecular y/u otros polímeros fluorados. Las composiciones particulares de imprimación y/o capa intermedia pueden variar ampliamente, y no se cree que sea crítico con respecto a las propiedades mejoradas demostradas por los recubrimientos descritos en este documento.

c. Tipos de recubrimiento.

En una forma de realización, las presentes composiciones se aplican sobre una capa subyacente, o capa interna, capa interna que puede estar curada, parcialmente curada o no curada antes de la aplicación de las presentes composiciones. La capa interna puede ser una capa de base, que es el recubrimiento que se aplica directamente a un sustrato subyacente (a veces conocido como imprimación), opcionalmente junto con una o más capas intermedias. En estas formas de realización, el presente recubrimiento se puede denominar en la presente memoria como "cubierta" o "capa de acabado", y estos términos generalmente son intercambiables. En otras formas de realización, las presentes composiciones se pueden aplicar directamente a un sustrato para formar un recubrimiento en contacto directo con el sustrato por lo que el recubrimiento no se aplica sobre cualquier capa interna. En formas de realización adicionales, el presente sistema de recubrimiento también puede ser en sí una capa interna.

II. Politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE)

En algunas formas de realización, las presentes composiciones incluyen al menos un tipo de PTFE politetrafluoroetileno de alto peso molecular tradicional (HPTFE).

El peso molecular promedio en número (M_n) del HPTFE normalmente es de al menos 500.000, y puede ser de al menos 1.000.000, y están disponibles HPTFE adecuados en forma de dispersiones líquidas y/o polvos en muchas fuentes comerciales. Las dispersiones de HPTFE líquidas normalmente incluyen tensioactivos para la estabilidad, aunque también están disponibles dispersiones de HPTFE "estabilizadas", que normalmente tienen menos del 1,0 % en peso de tensioactivo, y también se pueden utilizar. Cuando se utiliza un polvo, el polvo normalmente se dispersa en un líquido para preparar la composición de recubrimiento.

En algunas formas de realización, el HPTFE puede incluir una pequeña cantidad de co-monómero de modificación, en cuyo caso el HPTFE es un co-polímero conocido en la técnica como "PTFE modificado" o "PTFE modificado traza". Los ejemplos del co-monómero de modificación incluyen perfluoropropilviniléter (PPVE), otros modificadores, tales como hexafluoropropileno (HFP), clorotrifluoroetileno (CTFE), perfluorobutiletileno (PFBE), u otros perfluoroalquilviniléteres, tales como perfluorometilviniléter (PMVE) o perfluoroetilviniléter (PEVE). El co-monómero de modificación normalmente estará presente en una cantidad de menos del 1 % en peso, por ejemplo, basándose en el peso del HPTFE.

El HPTFE normalmente es del tipo producido por un proceso de polimerización que es bien conocido en la técnica como polimerización en dispersión o polimerización en emulsión. En algunas formas de realización, sin embargo, el HPTFE puede ser del tipo producido por el proceso de polimerización conocido en la técnica como polimerización granular o en suspensión, que da PTFE conocido en la técnica como resina de PTFE granular o polvo de moldeo de PTFE granular.

III. Politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE)

Las presentes composiciones incluyen al menos un tipo de politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE).

El LPTFE normalmente se proporciona en forma de dispersión líquida y, en la mayoría de las formas de realización será una dispersión acuosa, aunque el LPTFE se puede dispersar en otros disolventes y/o el LPTFE originalmente en una fase acuosa se puede someter a transferencia de fase a otro disolvente, tal como disolventes orgánicos que incluyen hexano, acetona, o un alcohol.

El LPTFE normalmente tendrá un tamaño medio de partículas de 1,0 micrómetros (μm) o inferior, de 0,9 micrómetros (μm) o inferior, de 0,75 micrómetros (μm) o inferior, de 0,5 micrómetros (μm) o inferior, de 0,4 micrómetros (μm) o inferior, de 0,3 micrómetros (μm) o inferior, o de 0,2 micrómetros (μm) o inferior, medido de una manera adecuada, tal como mediante difracción de luz láser por la norma ISO 13320. En algunas formas de

realización, el LPTFE puede tener un tamaño medio de partícula de tan solo 30, 50, 100, o 150 nm, o de hasta 200, 250, o 350 nm, por ejemplo.

5 El peso molecular promedio en número (M_n) del LPTFE normalmente será de menos de 500.000 y, en la mayoría de formas de realización, puede ser de tan solo 10.000 o superior, 20.000 o superior, o 25.000 o superior, o puede ser de hasta 200.000 o inferior, 100.000 o inferior, o 70.000 o inferior, 60.000 o inferior, o 50.000 o inferior, por ejemplo.

10 Una manera alternativa de caracterizar el peso molecular del LPTFE es por su primera temperatura de fusión (T_m), como se determina por un método adecuado tal como calorimetría diferencial de barrido (DSC), primera temperatura de fusión (T_m) para el LPTFE que puede ser igual o inferior a 335 °C. En otras formas de realización, la primera temperatura de fusión del LPTFE puede ser igual o inferior a 332 °C, igual o inferior a 330 °C, igual o inferior a 329 °C, igual o inferior a 328 °C, igual o inferior a 327 °C, igual o inferior a 326 °C, o igual o inferior a 325 °C.

15 El LPTFE se puede proporcionar en forma de dispersión acuosa que está estabilizada, sin estabilizar, o mínimamente estabilizada. Como se usa en este documento, "estabilizada" o "mínimamente estabilizada" se refiere a una dispersión acuosa que incluye menos del 1,0 % en peso de un tensioactivo tradicional, tal como un tensioactivo no iónico o un tensioactivo aniónico, basándose en el peso de la dispersión acuosa de LPTFE. En algunas formas de realización, la dispersión de LPTFE se puede proporcionar en forma de dispersión acuosa que tiene menos del 1,0 % en peso de tensioactivo, menos del 0,8 % en peso de tensioactivo, menos del 0,6 % en peso de tensioactivo, o incluso menos del 0,5 % en peso de tensioactivo. En otras formas de realización, la dispersión de LPTFE se puede proporcionar en forma de dispersión acuosa que está "estabilizada", que normalmente tiene el 1-12 % en peso de tensioactivo. Sin embargo, la naturaleza del paquete de estabilización empleado no es una característica crítica de esta invención.

25 Además, como se describe más adelante, el LPTFE se puede proporcionar en forma de micropolvo de sólido.

El LPTFE normalmente estará en forma de homopolímero de PTFE de bajo peso molecular. Sin embargo, en otras formas de realización, el LPTFE puede incluir una pequeña cantidad de co-monómero de modificación, en cuyo caso el PTFE es un co-polímero conocido en la técnica como "PTFE modificado" o "PTFE modificado traza". Los ejemplos del co-monómero de modificación incluyen perfluoropropilviniléter (PPVE), otros modificadores, tales como hexafluoropropileno (HFP), clorotrifluoroetileno (CTFE), perfluorobutilileno (PFBE), u otros perfluoroalquilviniléteres, como perfluorometilviniléter (PMVE) o perfluoroetilviniléter (PEVE). El co-monómero de modificación normalmente estará presente en una cantidad de menos del 1 % en peso, por ejemplo, con respecto al PTFE.

35 Las dispersiones de LPTFE adecuadas incluyen SFN-D, disponible en Chenguang RICI, Chengdu, 610036, R.P. de China, así como TE3887N, disponible en DuPont. Otros micropolvos de LPTFE ejemplares incluyen Dyneon TF-9207, disponible en Dyneon LLC, LDW-410, disponible en Daikin Industries, Inc, y MP-25, MP-55, MP-8T y UF 8TA, cada uno disponible en Laurel Products.

40 Estos polímeros fluorados tienen las características expuestas en la siguiente tabla:

Características de los politetrafluoroetileno de bajo peso molecular a modo de ejemplo (LPTFE)

LPTFE	Contenido de sólidos (% en peso)	Peso molecular (M_n) (estimado)	Tamaño medio de partícula (μm)	Tensioactivo (% en peso, basándose en el peso de LPTFE) (tipo)	Primera temperatura de fusión (DSC) (°C)
SFN-D	50	10.000 - 20.000	0,19	5 %	324,5 - 326
TE3887N	60	65.000 - 70.000	0,2	6 % (no iónico)	327,6
LDW-410	40	80.000 - 90.000	0,2	5 %	329,4
TF-9207	100	65.000 - 70.000	13,27	N/D	327,6
MP-8T	100	aprox. 25.000	1,32	N/D	323,1
MP-10	100	100.000	0,84	N/D	330
MP-55	100	40.000 - 50.000	11,06	N/D	324,3
MP-25	100	aprox. 130.000	0,28	N/D	332
UF-8TA	100	aprox. 95.000	1,22	N/D	331,5

45 Los tipos ejemplares de LPTFE se describen a continuación.

a. LPTFE producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que posteriormente no se aglomera, se irradia, o se degrada térmicamente.

5 En algunas formas de realización, el LPTFE se produce por un proceso de polimerización que es bien conocido en la técnica como polimerización en dispersión o polimerización en emulsión. Estos procesos de polimerización se pueden llevar a cabo con agentes de transferencia de cadena, que reducen el peso molecular medio de los polímeros fluorados producidos, y/o a través de otros métodos por los cuales el proceso de polimerización se controla para formar una dispersión líquida de partículas directamente polimerizadas de PTFE que tienen bajo peso molecular (LPTFE).

10 En estas formas de realización, el LPTFE, después de haber sido producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión, posteriormente no se aglomera, se irradia, o se degrada térmicamente. En particular, el LPTFE no se ha sometido a ninguna etapa de aglomeración durante su fabricación, y por lo tanto retiene un tamaño medio de partícula pequeño. Además, el LPTFE no se ha sometido a degradación térmica para reducir su peso molecular. Aún más, el LPTFE tampoco se ha sometido a irradiación, tal como por haces de electrones de alta energía, para reducir su peso molecular. En estas formas de realización, las dispersiones de LPTFE no demuestran un espectro y/o estarán por debajo del límite de detección cuando se someten a espectroscopia de resonancia electrónica paramagnética (EPR) o resonancia de espín electrónico (ESR), a diferencia del PTFE irradiado, que demostrará dicho espectro y/o tendrá radicales libres detectables de otra manera.

20 Estos tipos de dispersiones de LPTFE se proporcionan en forma de dispersiones acuosas que se obtienen a través de un proceso de polimerización en dispersión o en emulsión controlada para producir LPTFE directamente polimerizado que no se somete posteriormente a aglomeración, degradación térmica, o irradiación. Los expertos en la técnica apreciarán que estos tipos de dispersiones de LPTFE son distintas de otros materiales de PTFE que están disponibles en el mercado.

30 En primer lugar, este tipo de dispersiones de LPTFE son distintas del PTFE que se produce por el proceso de polimerización conocido en la técnica como polimerización granular o en suspensión, que da el PTFE conocido en la técnica como resina de PTFE granular o polvo de moldeo de PTFE granular. Las resinas de PTFE granular normalmente tendrán un alto peso molecular, tal como un peso molecular promedio en número (M_n) de al menos 1.000.000 o superior y una primera temperatura de fusión (T_m) superior a 335 °C, por lo general mucho mayor que 335 °C. La resina de PTFE granular normalmente se proporciona en forma sólida, forma de polvo que incluye partículas que tienen un tamaño medio de partícula de varios micrómetros, normalmente de 10 a 700 micrómetros (μm). Estas resinas también se pueden proporcionar como resinas de corte fino que tiene un tamaño medio de partícula de 20 a 40 micrómetros (μm), por ejemplo.

40 Además, estos tipos de dispersiones de LPTFE pueden ser distintas de materiales de peso molecular más bajo preparados a partir de resinas de PTFE granulares de alto peso molecular que han sido degradadas por irradiación o degradación térmica para formar materiales de bajo peso molecular conocidos como micropolvos de PTFE granular, que normalmente tienen un tamaño de partícula que oscilan entre 0,2 y 20 micrómetros (μm). Ejemplos de micropolvos de PTFE granular incluyen resinas Zonyl[®] MP1200, MP1300, y MP1400, disponibles en DuPont (Zonyl[®] es una marca registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.).

45 En segundo lugar, este tipo de dispersiones de LPTFE también son distintas de las dispersiones de PTFE de alto peso molecular preparadas por polimerización en dispersión o en emulsión realizada sin agentes de transferencia de cadena para polimerizar de este modo un PTFE de alto peso molecular que tiene un peso molecular promedio en número (M_n) de al menos 1.000.000 o superior, y una primera temperatura de fusión (T_m) mayor que 335 °C, por lo general mucho mayor que 335 °C. Estas dispersiones de PTFE de alto peso molecular normalmente se estabilizan con un agente tensioactivo tradicional presente en una cantidad superior al 1,0 % en peso, Por lo general muy superior al 1,0 % en peso.

50 Además, estos tipos de dispersiones de LPTFE también son distintas de las dispersiones de PTFE de alto peso molecular que se producen a través de la polimerización en dispersión o en emulsión y, posteriormente, se coagulan o se aglomeran.

55 Aún más, estos tipos de dispersiones de LPTFE son distintas de las dispersiones de PTFE de alto peso molecular que se producen a través de la polimerización en dispersión o en emulsión y, posteriormente, se coagulan o se aglomeran, y a continuación se someten a degradación térmica o irradiación para formar polvos de PTFE de bajo peso molecular, conocidos en la técnica como micropolvos de PTFE, que se proporcionan en forma de polvos sólidos que tienen un tamaño de partícula de entre 0,2 y 20 micrómetros (μm), tal como para el uso en extrusión y otras aplicaciones. Ejemplos de micropolvos de PTFE incluyen resinas Zonyl[®] MP1000, MP1100, MP1500 y MP1600, disponibles en DuPont (Zonyl[®] es una marca registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.). Sin embargo, como se describe más adelante, estos tipos de micropolvos de LPTFE también se pueden usar en la presente invención.

En tercer lugar, este tipo de dispersiones de LPTFE son distintas de los micropolvos de LPTFE que se polimerizan a través de polimerización en dispersión o en emulsión en presencia de agentes de transferencia de cadena, y después se aglomeran para formar micropolvos de PTFE que tienen un tamaño medio de partícula de entre 0,2 y 20 micrómetros (μm), por ejemplo.

5

b. Micropolvos de LPTFE.

En una segunda forma de realización, el LPTFE puede estar en forma de micropolvo de LPTFE.

10 Un primer tipo de micropolvos de LPTFE se obtiene a partir de dispersiones de PTFE de alto peso molecular que se producen a través de la polimerización en dispersión o en emulsión y, posteriormente, se coagulan o se aglomeran, y a continuación se someten a degradación térmica o irradiación para formar polvos de PTFE de bajo peso molecular, conocidos en la técnica como micropolvos de PTFE y que se denominan en el presente documento micropolvos de LPTFE, que normalmente se proporcionan en forma de polvos sólidos que normalmente tienen un tamaño de partícula de entre 0,2 y 20 micrómetros (μm).

15

Ejemplos de estos tipos de micropolvos de LPTFE incluyen resinas Zonyl[®] MP1000, MP1100, MP1500 y MP1600, disponibles en DuPont (Zonyl[®] es una marca comercial registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.); y MP-25, MP-55, y UF 8TA, cada uno disponible en Laurel Products.

20

Un segundo tipo de micropolvos de LPTFE se obtiene de resinas de PTFE granulares de alto peso molecular que se han degradado por irradiación o degradación térmica para formar materiales de bajo peso molecular conocidos como micropolvos de PTFE granular, que normalmente tienen un tamaño de partícula que normalmente oscila entre 2 y 20 micrómetros (μm).

25

Ejemplos de estos tipos de micropolvos de LPTFE incluyen resinas Zonyl[®] MP1200, MP1300, y MP1400, disponibles en DuPont (Zonyl[®] es una marca comercial registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.) y MP-8T y MP-10, disponibles en Laurel Products.

30 Un tercer tipo de estos tipos de micropolvos de LPTFE se polimeriza a través de la polimerización en dispersión o en emulsión o en suspensión en presencia de agentes de transferencia de cadena, y a continuación se puede aglomerar para formar micropolvos de LPTFE que tienen un tamaño de partícula medio normalmente de entre 0,2 y 20 micrómetros (μm), por ejemplo.

35 IV. Fluoropolímeros procesables en estado fundido (MPF)

En algunas formas de realización, las presentes composiciones también incluyen un componente en forma de al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido químicamente diferentes (MPF), tales como perfluoroalcoxi (PFA) (copolímeros de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluoroalquilvinil éteres), generalmente que incluyen metilfluoroalcoxi (MFA) (un copolímero de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluorometilvinil éter (PMVE)), etilfluoroalcoxi (EFA) (un copolímero de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluoroetilvinil éter (PEVE)), y perfluoroalcoxi (PFA) (copolímeros de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluoropropilvinil éter (EPVP)); y copolímeros de tetrafluoroetileno (TFE) y hexafluoropropileno (HFP), conocidos como etileno propileno fluorado (FEP), por ejemplo.

40

45 Cada uno de los MPF anteriores, así como el HPTFE y el LPTFE que se desvelan en el presente documento, son conocidos en la técnica como polímeros fluorados "perfluorados", lo que significa que los átomos de hidrógeno de sus análogos de alcano y/o alcoxi han sido completamente sustituidos con átomos de flúor, entendiéndose que los polímeros fluorados perfluorados se consideran inertes o no reactivos.

50 Como se usa en este documento, "químicamente diferentes", cuando se usa en relación con los MPF descritos en este documento, se refiere a MPF de tipo diferente, a diferencia del grado. Por ejemplo, un tipo de PFA y un tipo de FEP serían químicamente diferentes, mientras que dos PFAs de diferentes grados no lo serían. Sin embargo, dos MPF que tienen diferentes comonómeros de modificación también serían "químicamente diferentes", aunque nominalmente se hace referencia al mismo tipo de polímero. Además, para los fines de esta divulgación, MFA, EFA, PFA, y FEP son cada uno químicamente diferentes entre sí.

55

El MPF se puede producir por un proceso de polimerización que es bien conocido en la técnica como polimerización en dispersión o polimerización en emulsión. Estos procesos de polimerización se pueden llevar a cabo con agentes de transferencia de cadena, que reducen el peso molecular medio de los polímeros fluorados producidos, y/o a través de otros métodos por los cuales el proceso de polimerización se controla para formar una dispersión líquida de partículas directamente polimerizadas de MPF.

60

En la mayoría de formas de realización, el MPF, después de haber sido producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión, posteriormente no se aglomera, se irradia, o se degrada térmicamente. En particular, el MPF no se ha sometido a ninguna etapa de aglomeración durante su fabricación, y por lo tanto retiene un tamaño medio de partícula pequeño, como se describe a continuación.

65

La dispersión líquida de MPF en la mayoría de formas de realización será una dispersión acuosa, aunque el MPF se puede dispersar en otros disolventes y/o el MPF originalmente en una fase acuosa se puede someter a transferencia de fase a otro disolvente, tal como disolventes orgánicos, que incluyen hexano, acetona, o un alcohol.

5 El MPF, cuando se produce como se ha descrito anteriormente, normalmente tendrá un tamaño medio de partícula de 1,0 micrómetros (μm) o inferior, de 0,9 micrómetros (μm) o inferior, de 0,75 micrómetros (μm) o inferior, de 0,5 micrómetros (μm) o inferior, de 0,4 micrómetros (μm) o inferior, de 0,3 micrómetros (μm) o inferior, o de 0,2 micrómetros (μm) o inferior. En particular, el MPF puede tener un tamaño medio de partícula de tan solo 30, 50, 100, o 150 nm, o de hasta 200, 250, o 350 nm, por ejemplo.

10

En otras formas de realización, también se podrían utilizar polvos de MPF.

15 El MPF se puede proporcionar en forma de dispersión acuosa que está estabilizada, sin estabilizar, o mínimamente estabilizada. Como se usa en este documento, "estabilizada" o "mínimamente estabilizada" se refiere a una dispersión acuosa que incluye menos del 1,0 % en peso de un tensioactivo tradicional, tal como un agente tensioactivo no iónico o un tensioactivo aniónico, basándose en el peso de la dispersión acuosa de MPF. En algunas formas de realización, la dispersión de MPF se puede proporcionar en forma de dispersión acuosa que tiene menos del 1,0 % en peso de tensioactivo, menos del 0,8 % en peso de tensioactivo, menos del 0,6 % en peso de tensioactivo, o incluso menos del 0,5 % en peso de tensioactivo. En otras formas de realización, la dispersión de MPF se puede proporcionar en forma de dispersión acuosa que está "estabilizada", que normalmente tiene el 1-12 % en peso de tensioactivo.

20

Normalmente, el índice de fluidez (MFR) del MPF será superior a 0,5 g/10 min y, en una forma de realización, puede ser de aproximadamente 2 g/10 min o superior, según lo determinado por la norma ASTM D1238.

25

Además, el MPF normalmente tendrá un contenido de co-monómero, es decir, un contenido de uno o más monómeros distintos del tetrafluoroetileno (TFE), de aproximadamente el 3,0 % en peso o superior, tal como el 4,0 % en peso o superior, el 4,5 % en peso o superior, el 5,0 % en peso o superior, el 5,5 % en peso o superior, o el 6,0 % en peso o superior.

30

Las dispersiones de MPF adecuadas incluyen TE7224 (PFA), disponible en DuPont, 6900Z (PFA), disponible en Dyneon LLC, TE9568 (FEP), disponible en DuPont, Neoflon ND-110 (FEP), disponible en Daikin, y Hyflon XPH 6202-1 (MFA), disponible en Solvay. Estas dispersiones de MPF tienen las características expuestas a continuación:

35

Características ejemplares de polímeros fluorados procesables en estado fundido (MPF)

MPF (tipo)	Contenido de sólidos (% en peso)	Tamaño medio de partícula (μm)	Índice de fluidez (MFR) (g/10 min)	Primera temperatura de fusión (DSC) ($^{\circ}\text{C}$)
DuPont TE7224 (PFA)	58,6	0,26	2,4	313,0 (hombro a 321,2)
Dyneon 6900Z (PFA)	49,4	0,31	19,4	310,25
DuPont TE9568 (FEP)	55,6	0,17	11,9	257,84
Daikin Neoflon ND-110 (FEP)	56,5	0,16	-	232,83
Solvay Hyflon XPH 6202-1 (AMF)	27,2	0,28	4,5	306,31 (hombro a 287,29)

V. Polímeros de ingeniería

40 En algunas formas de realización, las mezclas de composición de polímeros fluorados de la primera y segunda formas de realización que se desvelan en el presente documento se pueden añadir a al menos un polímero de ingeniería que no es un polímero fluorado, con el fin de formar una composición de recubrimiento de polímero de ingeniería modificado. Un "polímero de ingeniería" como se usa en el presente documento es un polímero que no es un polímero fluorado, y que presenta unas propiedades mecánicas y térmicas superiores sobre un amplio intervalo de condiciones.

45

Los polímeros de ingeniería adecuados incluyen poliéter-éter-cetona (PEEK), polietersulfona (PES), sulfuro de polifenileno (PPS), poliamida imida (PAI), polímeros epoxi (inc. BPA, BPF, Phenolic, Novolac, BIS A Free), poliéster, poliuretano (PU), acrílico, policarbonato (PC).

50 Las descripciones de las propiedades típicas de estos polímeros de ingeniería se exponen a continuación.

Poliéter-éter-cetona (PEEK). El PEEK se puede fabricar mediante polimerización por crecimiento en etapas. Es un

termoplástico semi-cristalino que presenta excelentes propiedades mecánicas y resistencia química, que se mantienen a temperaturas más altas debido a que es altamente resistente a la degradación térmica. El PEEK tiene una temperatura de transición vítrea de aproximadamente ~143 °C y un punto de fusión de aproximadamente ~343 °C.

Poliéter sulfona (PES). La PES se puede fabricar por sustitución aromática nucleófila. Es un material no cristalino resistente a altas temperaturas que tiene una buena temperatura de funcionamiento continuo (aproximadamente ~200 °C). Muestra una buena resistencia a entornos orgánicos y acuosos. Dependiendo del grado, la PES tiene una temperatura de transición vítrea de aproximadamente ~193 °C y un punto de fusión de aproximadamente 255 °C.

Sulfuro de polifenileno (PPS). El PPS tiene resistencia al calor, a condiciones ácidas y alcalinas y tiene buena resistencia a la abrasión. Tiene una temperatura de transición vítrea de aproximadamente 85 °C y un punto de fusión de aproximadamente ~285 °C. El PPS es semicristalino y tiene un excelente rendimiento disolvente y térmico.

Poliamida-imida (PAI). La PAI es un polímero amorfo termoplástico que tiene excepcionales propiedades de resistencia térmica y química. Ejemplos de los cuales son los producidos por Solvay con el nombre comercial "Torlon". La PAI es capaz de funcionar a temperaturas continuas de aproximadamente ~260 °C y tiene una temperatura de transición vítrea de aproximadamente 280 °C.

Polímeros epoxi. Los polímeros epoxi se fabrican de diversas maneras, la más conocida que es mediante la reacción de epiclorhidrina y bisfenol A para dar lugar a una resina epoxi bisfenol A. Las resinas epoxi más comunes son las basadas en bisfenol-A y F o basadas en novolaca que se fabrican a partir de una materia prima de base fenólica. Los polímeros epoxi tienen una resistencia química excepcional y, dependiendo del tipo, una buena resistencia térmica continua. La temperatura de transición vítrea y el punto de fusión varían dependiendo de la cadena principal del polímero.

Polímeros de poliéster. Los poliésteres se encuentran más habitualmente en forma termoplástica, sin embargo, también están disponibles polímeros termoendurecibles. Tienen transiciones vítreas en la región de (pero no limitado a) 70 °C y puntos de fusión de ~265 °C.

Poliuretanos (PU). Los PU normalmente se fabrican mediante la reacción de adición de poliisocianatos con polialcoholes. Las transiciones vítreas y los puntos de fusión dependen de la matriz de polímero y de la aplicación.

Las mezclas de polímeros fluorados que se pueden añadir a al menos un polímero de ingeniería de acuerdo con la presente divulgación incluyen: (1) una mezcla de al menos un LPTFE y al menos un MPF, (2) una mezcla de al menos un HPTFE, al menos un LPTFE, y al menos un MPF, y (3) cualquiera de las múltiples mezclas de componentes de polímero fluorado descritas en este documento.

VI. Procedimientos de aplicación y formulaciones de recubrimiento

Para formar las presentes composiciones de polímeros fluorados mezcladas, se mezclan juntas dispersiones líquidas de los diversos componentes. Cuando uno o más de los componentes inicialmente se proporcionan en forma sólida, es decir, en forma de polvo, el polvo normalmente se dispersa en un medio líquido para formar una dispersión líquida antes de la mezcla con otros componentes. El orden de mezcla se considera que no es importante, y el experto en la técnica reconocerá que los pesos en mojado de las dispersiones líquidas de los componentes descritos en el presente documento se pueden seleccionar basándose en el contenido de sólidos de las dispersiones y las relaciones del porcentaje en peso relativo deseadas de los componentes que se deseen.

Las relaciones, fracciones o porcentajes en peso relativos de los componentes descritos a continuación se basan en el peso total de sólidos de los componentes, con la exclusión de los componentes no de polímero fluorado que puedan estar presentes, tales como el agua u otros disolventes, tensioactivos, pigmentos, cargas, y otras composiciones.

Las composiciones descritas en este documento también pueden incluir aditivos adecuados, tales como agentes tensioactivos, cargas, aditivos de refuerzo, y pigmentos, si se desea, o, como se realiza en los Ejemplos en el presente documento en relación con algunos de estos componentes, se pueden formular para que específicamente carezcan de algunos o todos estos componentes. Además, en algunas formas de realización, las composiciones pueden incluir solo polímeros fluorados, o pueden incluir solo polímeros fluorados perfluorados, y pueden carecer de otros tipos de polímeros.

Las composiciones se pueden preparar mediante cualquier técnica de formulación convencional, tal como simple adición y mezcla de bajo cizallamiento. Las composiciones se pueden aplicar sobre una imprimación y/o capa intermedia mediante cualquier técnica conocida. Aunque la imprimación y la capa intermedia, si están presentes, normalmente cada una incluye al menos un polímero fluorado, las composiciones particulares de la imprimación y/o la capa intermedia pueden variar ampliamente, y no se cree que sean críticas con respecto a las propiedades mejoradas demostradas por los recubrimientos descritos en este documento.

Los recubrimientos se pueden aplicar a un espesor de película seca (DFT) de entre 4 y 100 µm, dependiendo de la aplicación, y se pueden curar a una temperatura por encima de aproximadamente 140 °C durante entre 1 y 30 minutos, dependiendo del espesor aplicado. Dependiendo de la aplicación y el grado de espesor deseado, los recubrimientos se pueden aplicar en varias capas.

Se ha encontrado que la mezcla de las dispersiones facilita la interacción del LPTFE y el MPF(s), y del HPTFE, el LPTFE y el MPF(s), a nivel submicrométrico para facilitar la mezcla íntima de tal manera que, cuando se seca la composición de polímeros fluorados mezclada, se forma una estructura cristalina que representa una verdadera aleación de los polímeros fluorados, que tiene características de fusión que difieren de las de los polímeros fluorados individuales. La composición de polímeros fluorados mezclada se puede utilizar para proporcionar un recubrimiento que tiene una mejor resistencia a la abrasión, brillo, adhesión, y ángulos de contacto superiores.

Además, cuando se utiliza con los polímeros de ingeniería descritos en la Sección V en el presente documento, las dispersiones de polímero fluorado mezcladas que se desvelan en este documento proporcionan recubrimientos que son capaces de proporcionar icefobicidad.

a. Composiciones que no incluyen polímeros de ingeniería.

Para la primera forma de realización, en la que las composiciones mezcladas incluyen al menos un LPTFE y al menos dos MPF químicamente diferentes (pero que no incluyen HPTFE), las proporciones de los componentes pueden ser las siguientes, basándose en el peso total de sólidos del al menos un LPTFE y los al menos dos MPF en las composiciones de polímeros fluorados mezcladas:

(i) El LPTFE(s) puede comprender tan solo el 2 %, 5 % en peso, 10 % en peso, o 15 % en peso, o hasta el 85 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso, o 98 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, y puede estar presente dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores y/o por los valores de los Ejemplos de este documento. En una forma de realización, el LPTFE puede comprender entre el 10 % en peso y el 70 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, tal como entre el 30 % en peso y el 90 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada. En otra forma de realización, el LPTFE puede comprender entre el 20 % en peso y el 60 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada. En otra forma de realización, el LPTFE puede comprender entre el 40 % en peso y el 60 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada.

(ii) Los MPF combinados pueden comprender tan solo el 2 % en peso, 10 % en peso, o 15 % en peso, o hasta el 85 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso, o 98 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, y puede estar presente dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores y/o por los valores de los Ejemplos de este documento. En una forma de realización, los MPF combinados pueden comprender entre el 40 % en peso y el 80 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada. En otra forma de realización, los MPF combinados pueden comprender entre el 40 % en peso y el 60 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada. En otra forma de realización, los MPF combinados pueden comprender entre el 36 % en peso y el 64 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada.

A partir del Ejemplo 1 a continuación, las formas de realización particulares incluyen: (1) 10-64 % en peso de FEP, 16-64 % en peso de PFA, y 20-60 % en peso de LPTFE; (2) 12-24 % en peso de FEP, 24-64 % en peso de PFA, y 20-60 % en peso de LPTFE, y (3) 12-16 % en peso de FEP, 24-48 % en peso de PFA y 40-60 % en peso de LPTFE.

Para la segunda forma de realización, en la que las composiciones mezcladas incluyen al menos un HPTFE, al menos un LPTFE, y al menos dos MPF químicamente diferentes, las proporciones de los componentes pueden ser las siguientes, basándose en el peso total de sólidos del al menos un HPTFE, el al menos un LPTFE, y los al menos dos MPFs en las composiciones de polímeros fluorados mezcladas:

(i) El LPTFE(s) puede comprender tan solo el 2 % en peso, 5 % en peso, 10 % en peso, o 15 % en peso, o hasta el 85 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso, o 98 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, y puede estar presente dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores y/o por los valores de los Ejemplos de este documento. En una forma de realización, el LPTFE puede comprender entre el 10 % en peso y el 90 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, tal como el 24 % en peso de la composición mezclada. En otra forma de realización, el LPTFE puede comprender entre el 16 % en peso y el 60 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada.

(ii) Los MPF combinados pueden comprender tan solo el 2 % en peso, 10 % en peso, o 15 % en peso, o hasta el 85 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso, o 98 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, y puede estar presente dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores y/o por los valores de los Ejemplos de este documento. En una forma de realización, los MPF combinados pueden comprender entre el 10 % en peso y el 90 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, tal como el 24 % en peso de la composición mezclada. En otra forma de realización, los MPF combinados pueden comprender entre el 1 % en peso y el 60 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada.

(iii) El HPTFE(s) puede comprender entre el 1 % en peso y el 89 % en peso o el 90 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada, tal como el 60 % en peso de la composición de polímeros

fluorados mezclada. En otra forma de realización, el HPTFE puede comprender entre el 1 % en peso y el 60 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada.

5 A partir del Ejemplo 2 a continuación, las formas de realización particulares incluyen: (1) 16-60 % en peso de LPTFE, 1-30 % en peso de FEP, 1-30 % en peso de PFA y 1-60 % en peso de HPTFE o, más en particular, 16-60 % en peso de LPTFE, 8-18 % de FEP, 8-18 % de PFA y 40-60 % de HPTFE.

10 A partir del Ejemplo 3 a continuación, las formas de realización particulares incluyen: (1) 60-84 % en peso de HPTFE, 4-12 % en peso de PFA, 2-18 % en peso de FEP y 4-30 % en peso de LPTFE.

b. Composiciones que incluyen polímeros de ingeniería.

15 El contenido total en peso de polímero de ingeniería, basándose en el peso de sólidos de todos los polímeros en la composición, puede ser de tan solo el 15 % en peso hasta el 85 % en peso para ambas aplicaciones de pulverización y aplicaciones de bobina. En las composiciones que incluyen polímeros de ingeniería, el LPTFE puede comprender tan solo el 5 % en peso, el 10 % en peso, el 11 % en peso, o el 16 % en peso, o hasta el 24 % en peso, el 36 % en peso, o el 95 % en peso en peso de la composición, y puede estar presente dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores o por los valores de los Ejemplos de este documento. Los MPF combinados pueden comprender tan solo el 5 % en peso, el 10 % en peso, el 12 % en peso o el 16 % en peso, o hasta el 24 % en peso, el 36 % en peso, o el 95 % en peso de la composición, y puede estar presente dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores o por los valores de los Ejemplos de este documento.

20 En una forma de realización, los MPF combinados pueden comprender entre el 5 % en peso y el 36 % en peso de la composición, tal como el 23 % en peso de la composición, y el LPTFE puede comprender entre el 10 % en peso y el 36 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada tal como el 16 % en peso de la composición de polímeros fluorados mezclada.

25 El HPTFE puede comprender entre el 40 % en peso y el 90 % en peso de la composición, tal como el 60 % en peso de la composición o cualquier intervalo delimitado por los valores de los Ejemplos de este documento.

30 VII. Propiedades físicas y procedimientos de caracterización

a. Primera temperatura de fusión, temperatura de fusión, y segunda temperatura de fusión (refusión).

35 Las presentes composiciones, cuando se aplican a un sustrato, ya sea directamente al sustrato o sobre una capa subyacente, o se forman en una película, presentan una primera temperatura de fusión, una temperatura de fusión, y una segunda temperatura de fusión (refusión) que se describen en los Ejemplos a continuación, medidas por calorimetría diferencial de barrido (DSC).

40 Para el análisis de DSC, las composiciones de polímeros fluorados mezcladas se prepararon como sigue. Las cantidades dadas de dispersiones acuosas de polímero fluorado se mezclaron al aire en un mezclador durante 30 minutos para asegurar la mezcla homogénea de las dispersiones. La mezcla se mezcló de bajo cizallamiento a cizallamiento medio para evitar la coagulación de la dispersión mezclada. Se utilizó un cuentagotas de plástico para poner un peso conocido de la dispersión mixta mezclada en una placa de secado pesada previamente. La dispersión se calentó súbitamente a 100 °C en un horno durante 30 minutos, y el polvo residual se secó a 200 °C durante 30 minutos. Después de que el polvo seco se hubo enfriado a temperatura ambiente, el polvo se pesó y se calculó el porcentaje de sólidos en la dispersión mezclada. El polvo de polímero fluorado mezclado estaba entonces listo para el análisis de DSC.

50 Para el análisis de DSC, se pusieron 10 mg (+/- 1 mg) del polvo seco en un platillo de muestras de DSC de aluminio, y el platillo se sella con una tapa convencional. Los ciclos de calentamiento y enfriamiento de la DSC fueron los siguientes: (1) gradiente de 15,0 °C/min a 400 °C; (2) isotérmica durante 1,00 min; (3) gradiente de 15,0 °C/min hasta 135 °C; (4) isotérmica durante 1,00 min; (5) gradiente de 15,0 °C/min a 400 °C; y (6) enfriamiento al aire.

55 Se obtuvieron los picos de fusión durante el (1) el proceso de calentamiento gradual. Se obtuvieron los picos de cristalización en el (3) proceso de enfriamiento. Se obtuvieron los segundos picos de fusión en el (5) proceso de calentamiento.

60 b. Ángulo de contacto.

65 Las presentes composiciones, cuando se aplican a un sustrato, ya sea directamente al sustrato o sobre una capa subyacente, o se forman en una película, presentan un ángulo de contacto de al menos 100 ° en agua, y pueden tener un ángulo de contacto de al menos 110 °, 120 °, 125 °, 130 ° o 135 °, y pueden tener un ángulo de contacto dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores y/o por los valores en los ejemplos del presente documento, tal como se mide por una gotita de agua de acuerdo con la Relación de Young. El ángulo de contacto se puede medir de acuerdo con la norma ASTM D7334-08 con cualquier instrumento adecuado disponible en el

mercado, tal como el sistema "Drop Shape Analysis" (DSA10), disponible en Kruss GmbH de Hamburgo, Alemania.

c. Brillo.

5 Las presentes composiciones, cuando se aplican a un sustrato, ya sea directamente al sustrato o sobre una capa subyacente, o se forman en una película, presenta un brillo medido, en % de reflectancia, de al menos 10, y pueden tener un brillo medido de al menos 15, 25, 30, 35, 40, o 45, y pueden tener un brillo medido dentro de cualquier intervalo delimitado por estos valores y/o por los valores en los ejemplos del presente documento, según se mide a 60 ° con cualquier instrumento adecuado disponible en el mercado, tal como el medidor de brillo Microgloss 60 °, disponible en Byk-Gardner, de acuerdo con las siguientes normas: BS3900/D5, DIN EN ISO 2813, DIN 67530, EN ISO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064, TAPPIT 480. Las unidades de medida se expresan como % de reflectancia.

d. Ensayo del lápiz.

15 El protocolo de ensayo del lápiz es el siguiente.

1. Equipos y Materiales.

- 20 1.1 Un conjunto de lápices de dureza que varían en dureza de 4B (más blando) a 8H (más duro). También se pueden utilizar minas en soportes mecánicos.
- 1.2 Lija extra fina (grano 400).
- 1.3 Sacapuntas, preferentemente del tipo para dibujo que elimina solamente la madera, y produce una mina roma.

25 2. Procedimiento.

30 2.1 Ordenar los lápices del más blando al más duro. El orden de los lápices se expone en la siguiente tabla, cada uno correlacionado con un número que se puede utilizar para el análisis estadístico de los resultados como en el Ejemplo 1, en el que 4B es el más blando y 8H es el más duro:

4B	3B	2B	B	HB	F	H	1H	2H	3H	4H	5H	6H	7H	8H
-5	-4	-3	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9

- 35 2.2 Afilar los lápices. Si es posible, eliminar únicamente la madera y no afilar la mina. Esto no es necesario si se utilizan minas en soportes mecánicos.
- 2.3 Colocar el papel de lija en una superficie plana y lisa. Sosteniendo el lápiz lo más vertical posible sobre el papel de lija, pulir el extremo de la mina para producir una punta perfectamente redonda y plana. Los bordes de la punta deben ser afilados y formar un ángulo de 90 ° con los lados de la mina. Tocar la punta ligeramente con la yema del dedo o un tejido suave para eliminar el exceso de polvo de la mina.
- 40 2.4 Mantener firmemente el objeto de ensayo recubierto sobre una superficie plana. Seleccionar un lápiz que es más difícil de recubrir de lo que espera. Mantener el lápiz de la manera para la escritura normal y colocar la punta contra el objeto revestido para formar un ángulo de 45 ° con el plano del recubrimiento.
- 2.5 Empujar el lápiz firmemente y con un trazo suave de 5 cm en el recubrimiento en un ángulo de 45 °. El objetivo es penetrar en el recubrimiento, y empujarlo fuera del sustrato. Si la mina se deshace, detener los ensayos.
- 45 2.6 Examinar el recubrimiento. Si el lápiz tiene el recubrimiento mellado o arrancado, seleccionar el siguiente lápiz más blando y repetir 2,4 y 2,5 hasta que se llegue a un lápiz que no penetre el recubrimiento.

3. Evaluación.

50 3.1 El grado de la dureza del recubrimiento es igual al del primer lápiz que no penetra e indenta el recubrimiento.

4. Precauciones.

- 55 4.1 Desbastar la punta de la mina para cada ensayo. Con la práctica, será posible utilizar dos veces la mina para cada desbaste girándola 180 ° y usando el borde opuesto. Para su reproducibilidad, es buena idea realizar dos ensayos para cada lápiz en la evaluación de la dureza de un recubrimiento.
- 4.2 Especificar el sustrato sobre el que se realiza el ensayo. Los recubrimientos tendrán una dureza del lápiz ligeramente inferior en sustratos blandos como aluminio que sobre sustratos de acero duro.
- 60 4.3 Asegurarse de que el recubrimiento se ha aplicado al espesor de película adecuado. Los recubrimientos tendrán una dureza aparente ligeramente mayor si se aplican a un bajo espesor de la película, especialmente si el sustrato es de acero.
- 4.4 Especificar la temperatura a la que se realiza el ensayo. Los recubrimientos se vuelven más blandos a temperatura elevada.

5. Referencias.

- 5.1 ASTM-3363
- 5.2 BS Au 148 Parte 6

Ejemplos

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran varios rasgos y características de la presente invención. A lo largo de los Ejemplos y en otras partes del presente documento, los porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

Primera forma de realización

Mezclas de fluoropolímero con múltiples MPF (LPTFE/MPF1/MPF2)

Propiedades básicas y térmicas

En este ejemplo, se prepararon mezclas que contienen los siguientes componentes como se ha descrito anteriormente: al menos un LPTFE, y al menos dos MPF químicamente diferentes, pero que no incluyen HPTFE. En este ejemplo, los dos MPF empleados fueron FEP y PFA. Las mezclas de este Ejemplo se prepararon mezclando dispersiones acuosas de los componentes, y las mezclas resultantes se extrajeron como películas para el brillo, el ángulo de contacto, y el ensayo de caracterización del lápiz y, para el análisis térmico, se coaguló y se secó para la medición por DSC, como se describe en la Sección VII, más arriba.

Los paneles se prepararon para el brillo, el ángulo de contacto y el ensayo de dureza del lápiz de la siguiente manera. En la Mezcla A y Mezcla B, el valor de agua desionizada (DIW) aparece más de una vez puesto que puede proceder de más de uno de los componentes en las mezclas.

1. Preparar la mezcla líquida de MPF y HPTFE en las proporciones deseadas.
2. Añadir la formulación a la mezcla creada en la etapa 1. Utilizar la siguiente formulación y porcentajes que se muestran en la tabla a continuación para preparar las mezclas para la extracción usando el siguiente procedimiento.
 - a. Preparar una mezcla de dispersiones. Calcular el % de sólidos de la mezcla.
 - b. Dividir el % de sólidos por 35
 - c. Restar 1,15. El resultado es que el % en volumen de agua a añadir a la mezcla de dispersión.
 - d. Añadir el 15 % en volumen de la Solución de dispersión que se muestra en la siguiente tabla
 - e. Añadir la cantidad de agua calculada en la etapa 3.
 - f. Añadir el 0,4 % de trietanolamina por volumen general
3. Homogeneizar la mezcla con cuidado para evitar burbujas de aire.
4. Usar una pipeta de aplicar una pequeña cantidad de un panel de aluminio desengrasado.
5. Extraer el recubrimiento del panel con un movimiento suave usando un aplicador de película Bird de trayectoria en mojado de 3 mil (76 µm).
6. Calentar súbitamente el panel durante aproximadamente 5-10 minutos a 93 °C (200 °F).
7. Llevar el panel a 204 °C (400 °F) y calentar súbitamente 3-5 minutos más. * 204 °C (400 °F)
8. Curar el panel durante 10 minutos a 398 °C (750 °F).

Solución de dispersión

Carbowax PE glicol 1450 al 50 % en DIW	55,00
Glicerina	30,00
Carbopol EP-1	5,00
DIW	10,00

La Tabla 1 a continuación es un resumen de las mezclas examinadas en este Ejemplo. En la Tabla 1, "MPF Total" designa la cantidad total de MPF, que era FEP, PFA, o una combinación de lo anterior, en el que el FEP utilizado fue TE 9568 FEP (55,6 % de sólidos), disponible en DuPont y el PFA utilizado fue TE 7224 PFA (58,6 % de sólidos), cada uno descrito anteriormente en la Sección IV. "LPTFE" designa la cantidad total de LPTFE, en el que los LPTFE utilizados fueron SFN-D, disponible en Chenguang RICI, Chengdu, 610036 R.P. de China y TE3887N, disponible en DuPont, cada uno descrito anteriormente en la Sección II. "Coord. LPTFE" y "Coord. MPF" representan las coordenadas de las composiciones en los gráficos de composición XX-YY de las Figs. 19-30.

ES 2 605 557 T3

Tabla 1
Mezclas de polímero fluorado

Exp. n.º	SFN-D	TE3887N	FEP	PFA	LPTFE total	MPF total	Coord. MPF	Coord. LPTFE
1	0	0	0	1	0	1	0	0
2	0	0	0,05	0,95	0	1	0,05	0
3	0	0	0,2	0,8	0	1	0,2	0
4	0	0	0,4	0,6	0	1	0,4	0
5	0	0	0,5	0,5	0	1	0,5	0
6	0	0	0,6	0,4	0	1	0,6	0
7	0	0	0,8	0,2	0	1	0,8	0
8	0	0	1	0	0	1	1	0
9	0	0,1	0	0,9	0,1	0,9	0	-0,1
10	0	0,1	0,9	0	0,1	0,9	0,9	-0,1
11	0	0,2	0	0,8	0,2	0,8	0	-0,2
12	0	0,2	0,8	0	0,2	0,8	0,8	-0,2
13	0	0,2	0,16	0,64	0,2	0,8	0,16	-0,2
14	0	0,2	0,32	0,48	0,2	0,8	0,32	-0,2
15	0	0,2	0,4	0,4	0,2	0,8	0,4	-0,2
16	0	0,2	0,48	0,32	0,2	0,8	0,48	-0,2
17	0	0,2	0,64	0,16	0,2	0,8	0,64	-0,2
18	0	0,25	0,75	0	0,25	0,75	0,75	-0,25
19	0	0,3	0	0,7	0,3	0,7	0	-0,3
20	0	0,4	0	0,6	0,4	0,6	0	-0,4
21	0	0,4	0,12	0,48	0,4	0,6	0,12	-0,4
22	0	0,4	0,24	0,36	0,4	0,6	0,24	-0,4
23	0	0,4	0,3	0,3	0,4	0,6	0,3	-0,4
24	0	0,4	0,36	0,24	0,4	0,6	0,36	-0,4
25	0	0,4	0,48	0,12	0,4	0,6	0,48	-0,4
26	0	0,4	0,6	0	0,4	0,6	0,6	-0,4
27	0	0,45	0	0,55	0,45	0,55	0	-0,45
28	0	0,45	0,55	0	0,45	0,55	0,55	-0,45
29	0	0,5	0	0,5	0,5	0,5	0	-0,5
30	0	0,5	0,1	0,4	0,5	0,5	0,1	-0,5
31	0	0,5	0,2	0,3	0,5	0,5	0,2	-0,5
32	0	0,5	0,25	0,25	0,5	0,5	0,25	-0,5
33	0	0,5	0,3	0,2	0,5	0,5	0,3	-0,5
34	0	0,5	0,4	0,1	0,5	0,5	0,4	-0,5
35	0	0,5	0,5	0	0,5	0,5	0,5	-0,5
36	0	0,55	0	0,45	0,55	0,45	0	-0,55
37	0	0,55	0,45	0	0,55	0,45	0,45	-0,55
38	0	0,6	0	0,4	0,6	0,4	0	-0,6
39	0	0,6	0,08	0,32	0,6	0,4	0,08	-0,6
40	0	0,6	0,16	0,24	0,6	0,4	0,16	-0,6
41	0	0,6	0,2	0,2	0,6	0,4	0,2	-0,6
42	0	0,6	0,24	0,16	0,6	0,4	0,24	-0,6
43	0	0,6	0,32	0,08	0,6	0,4	0,32	-0,6
44	0	0,6	0,4	0	0,6	0,4	0,4	-0,6
45	0	0,7	0	0,3	0,7	0,3	0	-0,7
46	0	0,75	0,25	0	0,75	0,25	0,25	-0,75
47	0	0,8	0	0,2	0,8	0,2	0	-0,8
48	0	0,8	0,04	0,16	0,8	0,2	0,04	-0,8
49	0	0,8	0,08	0,12	0,8	0,2	0,08	-0,8
50	0	0,8	0,1	0,1	0,8	0,2	0,1	-0,8
51	0	0,8	0,12	0,08	0,8	0,2	0,12	-0,8
52	0	0,8	0,16	0,04	0,8	0,2	0,16	-0,8
53	0	0,8	0,2	0	0,8	0,2	0,2	-0,8
54	0	0,9	0	0,1	0,9	0,1	0	-0,9
55	0	0,9	0,1	0	0,9	0,1	0,1	-0,9
56	0	1	0	0	1	0	0	-1
57	0,05	0	0,05	0,9	0,05	0,95	0,05	0,05
58	0,05	0	0,35	0,6	0,05	0,95	0,35	0,05
59	0,06	0	0,0244	0,9146	0,061	0,939	0,0244	0,061
60	0,08	0	0,05	0,875	0,075	0,925	0,05	0,075

ES 2 605 557 T3

Mezclas de polímero fluorado								
Exp. n.º	SFN-D	TE3887N	FEP	PFA	LPTFE total	MPF total	Coord. MPF	Coord. LPTFE
61	0,08	0	0,2	0,725	0,075	0,925	0,2	0,075
62	0,08	0	0,35	0,572	0,078	0,922	0,35	0,078
63	0,09	0	0,3182	0,5909	0,0909	0,9091	0,3182	0,0909
64	0,1	0	0	0,9	0,1	0,9	0	0,1
65	0,1	0	0,9	0	0,1	0,9	0,9	0,1
66	0,1	0	0,05	0,85	0,1	0,9	0,05	0,1
67	0,1	0	0,215	0,685	0,1	0,9	0,215	0,1
68	0,2	0	0	0,8	0,2	0,8	0	0,2
69	0,2	0	0,8	0	0,2	0,8	0,8	0,2
70	0,2	0	0,16	0,64	0,2	0,8	0,16	0,2
71	0,2	0	0,32	0,48	0,2	0,8	0,32	0,2
72	0,2	0	0,4	0,4	0,2	0,8	0,4	0,2
73	0,2	0	0,48	0,32	0,2	0,8	0,48	0,2
74	0,2	0	0,64	0,16	0,2	0,8	0,64	0,2
75	0,25	0	0	0,75	0,25	0,75	0	0,25
76	0,25	0	0,75	0	0,25	0,75	0,75	0,25
77	0,3	0	0	0,7	0,3	0,7	0	0,3
78	0,3	0	0,7	0	0,3	0,7	0,7	0,3
79	0,4	0	0	0,6	0,4	0,6	0	0,4
80	0,4	0	0,12	0,48	0,4	0,6	0,12	0,4
81	0,4	0	0,24	0,36	0,4	0,6	0,24	0,4
82	0,4	0	0,3	0,3	0,4	0,6	0,3	0,4
83	0,4	0	0,36	0,24	0,4	0,6	0,36	0,4
84	0,4	0	0,48	0,12	0,4	0,6	0,48	0,4
85	0,4	0	0,6	0	0,4	0,6	0,6	0,4
86	0,45	0	0	0,55	0,45	0,55	0	0,45
87	0,45	0	0,55	0	0,45	0,55	0,55	0,45
88	0,47	0	0	0,53	0,47	0,53	0	0,47
89	0,5	0	0	0,5	0,5	0,5	0	0,5
90	0,5	0	0,1	0,4	0,5	0,5	0,1	0,5
91	0,5	0	0,2	0,3	0,5	0,5	0,2	0,5
92	0,5	0	0,25	0,25	0,5	0,5	0,25	0,5
93	0,5	0	0,3	0,2	0,5	0,5	0,3	0,5
94	0,5	0	0,4	0,1	0,5	0,5	0,4	0,5
95	0,5	0	0,5	0	0,5	0,5	0,5	0,5
96	0,55	0	0	0,45	0,55	0,45	0	0,55
97	0,55	0	0,45	0	0,55	0,45	0,45	0,55
98	0,6	0	0	0,4	0,6	0,4	0	0,6
99	0,6	0	0,08	0,32	0,6	0,4	0,08	0,6
100	0,6	0	0,16	0,24	0,6	0,4	0,16	0,6
101	0,6	0	0,2	0,2	0,6	0,4	0,2	0,6
102	0,6	0	0,24	0,16	0,6	0,4	0,24	0,6
103	0,6	0	0,32	0,08	0,6	0,4	0,32	0,6
104	0,6	0	0,4	0	0,6	0,4	0,4	0,6
105	0,65	0	0,35	0	0,65	0,35	0,35	0,65
106	0,7	0	0	0,3	0,7	0,3	0	0,7
107	0,7	0	0,3	0	0,7	0,3	0,3	0,7
108	0,75	0	0,25	0	0,75	0,25	0,25	0,75
109	0,8	0	0	0,2	0,8	0,2	0	0,8
110	0,8	0	0,04	0,16	0,8	0,2	0,04	0,8
111	0,8	0	0,08	0,12	0,8	0,2	0,08	0,8
112	0,8	0	0,1	0,1	0,8	0,2	0,1	0,8
113	0,8	0	0,12	0,08	0,8	0,2	0,12	0,8
114	0,8	0	0,16	0,04	0,8	0,2	0,16	0,8
115	0,8	0	0,2	0	0,8	0,2	0,2	0,8
116	0,85	0	0	0,15	0,85	0,15	0	0,85
117	0,85	0	0,15	0	0,85	0,15	0,15	0,85
118	0,9	0	0,1	0	0,9	0,1	0,1	0,9
119	1	0	0	0	1	0	0	1

Los datos observados se exponen en la Tabla 2 a continuación, en la que:

ES 2 605 557 T3

BRILLO = brillo medido, según la Sección VII, más arriba;

BRILLO NORM = brillo normalizado, calculado como: $[\text{Brillo} - \text{Mínimo (Brillo)}]/[\text{Máximo (Brillo)} - \text{Mínimo (Brillo)}]$;

ÁNGULO DE CONTACTO (AC) = ángulo de contacto, según la Sección V anterior;

5 AC NORM = ángulo de contacto normalizado, calculado como: $[\text{Ángulo de contacto} - \text{Mínimo (ángulo de contacto)}]/[\text{Máximo (ángulo de contacto)} - \text{Mínimo (ángulo de contacto)}]$;

LÁPIZ = ensayo de medición del lápiz, según la Sección VII, más arriba, en el que el valor en la Tabla 2 a continuación es la media del número de resultados medidos, como se indica por "n.º de datos" en la Tabla 1 anterior;

LÁPIZ NORM = ensayo de medición del lápiz normalizado, calculado como: $[\text{LÁPIZ} - \text{Mínimo (LÁPIZ)}]/[\text{Máximo (LÁPIZ)} - \text{Mínimo (LÁPIZ)}]$;

10 Refusión min NORM = "refusión min" normalizada, calculada como: $[\text{refusión min} - \text{Mínimo (refusión min)}]/[\text{Máximo (refusión min)} - \text{Mínimo (refusión min)}]$, en la que "refusión min" es la temperatura del pico de refusión más bajo para una muestra dada;

(AC, Brillo, Dureza) Norm = la media de (AC NORM, LÁPIZ NORM, y BRILLO NORM); y

15 (Refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm = la media de (AC NORM, LÁPIZ NORM, BRILLO NORM, y refusión min NORM).

Tabla 2

Exp. n.º	Datos observados										Refusión, AC, brillo, dureza
	BRILLO NORM	Angulo de contacto	AC NORM	Lápiz	LÁPIZ NORM	Refusión min norm	AC, BRILLO, DUREZA	Refusión, AC, brillo, dureza			
1	50,2	122,81	0,33	0	0,38	0,70	0,45	0,51			
2	71	122,66	0,32	-2	0,13	0,76	0,48	0,55			
3	67,1	118,61	0,13	-2	0,13	0,33	0,39	0,38			
4	67,7	116,43	0,03	4	0,88	0,10	0,61	0,48			
5	51,8	116,23	0,02	3	0,75	0,10	0,48	0,38			
6	67,7	116,90	0,05	4	0,88	0,12	0,62	0,49			
7	41,5	115,97	0,01	4	0,88	0,12	0,45	0,37			
8	68,7	118,63	0,13	5	1,00	0,15	0,69	0,56			
9	51,1	119,26	0,16	0	0,38	0,62	0,40	0,45			
10	50,5	117,35	0,07	4	0,88	0,13	0,53	0,43			
11	51,1	125,83	0,47	-2	0,13	0,61	0,41	0,46			
12	69	119,17	0,16	4	0,88	0,14	0,66	0,53			
13	41,1	124,89	0,42	5	1,00	0,63	0,63	0,63			
14	40,2	124,63	0,41	4	0,88	0,12	0,58	0,47			
15	37,8	123,89	0,38	5	1,00	0,12	0,60	0,48			
16	38,7	124,72	0,41	5	1,00	0,09	0,62	0,49			
17	69	122,42	0,31	5	1,00	0,12	0,75	0,60			
18	57,4	120,55	0,22	4	0,88	0,12	0,62	0,49			
19	48,1	118,87	0,14	-3	0,00	0,62	0,25	0,34			
20	70	128,48	0,53	-3	0,00	0,61	0,52	0,54			
21	64,8	133,79	0,84	3	0,75	0,63	0,82	0,77			
22	60,6	131,62	0,74	3	0,75	0,18	0,77	0,62			
23	66,7	129,12	0,62	3	0,75	0,13	0,76	0,60			
24	46	131,02	0,71	0	0,38	0,14	0,55	0,45			
25	40,7	128,65	0,60	4	0,88	0,12	0,65	0,52			
26	67,6	123,68	0,37	4	0,88	0,13	0,72	0,58			
27	47,4	129,22	0,62	-3	0,00	0,61	0,40	0,45			
28	32,5	127,54	0,55	5	1,00	0,11	0,63	0,50			
29	64,3	135,05	0,89	4	0,88	0,61	0,88	0,81			
30	56,8	134,97	0,89	-3	0,00	0,63	0,55	0,57			
31	50,7	133,21	0,81	5	1,00	0,18	0,82	0,66			
32	41,8	132,58	0,78	1	0,50	0,15	0,59	0,48			
33	30,6	132,70	0,79	-3	0,00	0,14	0,35	0,31			
34	29,3	132,02	0,75	4	0,88	0,14	0,64	0,51			
35	25,8	128,94	0,61	3	0,75	0,11	0,53	0,42			
36	66,6	123,33	0,35	-3	0,00	0,61	0,42	0,47			
37	61,5	129,46	0,63	5	1,00	0,11	0,82	0,64			
38	42,4	125,16	0,43	-3	0,00	0,60	0,31	0,38			
39	39	136,06	0,94	-3	0,00	0,62	0,46	0,50			

Exp. n.º	Datos observados										Refusión, AC, brillo, dureza
	BRILLO NORM	BRILLO NORM	Angulo de contacto	AC NORM	Lápiz	LAPIZ NORM	Refusión min norm	AC, BRILLO, DUREZA	Refusión, AC, brillo, dureza		
40	42	0,50	135,12	0,90	5	1,00	0,65	0,80	0,76		
41	30,5	0,30	134,65	0,88	-3	0,00	0,25	0,39	0,36		
42	27,1	0,24	134,73	0,88	-2	0,13	0,16	0,42	0,35		
43	27	0,24	130,08	0,66	4	0,88	0,13	0,59	0,48		
44	24,4	0,20	130,10	0,66	4	0,88	0,12	0,58	0,46		
45	65,3	0,89	131,69	0,74	-3	0,00	0,60	0,54	0,56		
46	17,7	0,08	133,48	0,82	-2	0,13	0,11	0,34	0,28		
47	64,3	0,88	132,18	0,76	-3	0,00	0,37	0,55	0,50		
48	25,3	0,21	137,02	0,99	-3	0,00	0,64	0,40	0,46		
49	21,4	0,15	136,59	0,97	-2	0,13	0,98	0,41	0,55		
50	12,8	0,00	137,33	1,00	-3	0,00	1,00	0,33	0,50		
51	15,2	0,04	136,21	0,95	1	0,50	0,29	0,50	0,44		
52	27,1	0,24	133,65	0,83	1	0,50	0,12	0,52	0,42		
53	13,9	0,02	132,66	0,78	-2	0,13	0,08	0,31	0,25		
54	54,6	0,71	131,72	0,74	-3	0,00	0,98	0,48	0,61		
55	19,7	0,12	133,58	0,83	-3	0,00	0,11	0,31	0,26		
56	22,9	0,17	133,29	0,81	-3	0,00	0,98	0,33	0,49		
57	71,7	1,00	122,21	0,30	-2	0,13	0,76	0,47	0,54		
58	67,8	0,94	115,82	0,00	-1	0,25	0,33	0,39	0,38		
59	69,5	0,96	123,72	0,37	-3	0,00	0,76	0,44	0,52		
60	69,2	0,96	123,56	0,36	-2	0,13	0,76	0,48	0,55		
61	63	0,85	119,64	0,18	-3	0,00	0,31	0,34	0,33		
62	56,2	0,74	117,94	0,10	-1	0,25	0,32	0,36	0,35		
63	68,3	0,94	117,61	0,08	-1	0,25	0,35	0,43	0,41		
64	68,2	0,94	126,32	0,49	-1	0,25	0,57	0,56	0,56		
65	57,8	0,76	118,58	0,13	5	1,00	0,04	0,53	0,48		
66	62	0,84	124,46	0,40	-2	0,13	0,80	0,45	0,54		
67	63,2	0,86	119,55	0,17	-2	0,13	0,31	0,38	0,36		
68	65,1	0,89	127,30	0,53	-1	0,25	0,82	0,56	0,62		
69	52,6	0,68	119,61	0,18	5	1,00	0,08	0,62	0,48		
70	60,4	0,81	125,06	0,43	3	0,75	0,20	0,66	0,55		
71	63,4	0,86	123,22	0,34	4	0,88	0,12	0,69	0,55		
72	63,3	0,86	124,44	0,40	4	0,88	0,11	0,71	0,56		
73	56,1	0,74	123,70	0,37	0	0,38	0,11	0,49	0,40		
74	45,4	0,55	121,05	0,24	-2	0,13	0,12	0,31	0,26		
75	70,6	0,98	128,29	0,58	-2	0,13	0,85	0,56	0,63		
76	48	0,60	121,28	0,25	5	1,00	0,03	0,62	0,47		
77	64,9	0,89	131,07	0,71	-2	0,13	0,86	0,57	0,65		
78	37,7	0,42	117,28	0,07	0	0,38	0,04	0,29	0,23		
79	60,2	0,81	131,03	0,71	-3	0,00	0,88	0,50	0,60		
80	50,7	0,64	131,99	0,75	-1	0,25	0,67	0,55	0,58		

Exp. n.º	Datos observados									
	BRILLO	BRILLO NORM	Angulo de contacto	AC NORM	Lápiz	LÁPIZ NORM	Refusión min norm	AC, BRILLO, DUREZA	Refusión, AC, brillo, dureza	
81	49,1	0,62	129,87	0,65	3	0,75	0,12	0,67	0,53	
82	35,9	0,39	130,87	0,70	1	0,50	0,12	0,53	0,43	
83	33,1	0,34	128,76	0,60	-2	0,13	0,13	0,36	0,30	
84	22,4	0,16	125,97	0,47	-3	0,00	0,11	0,21	0,19	
85	51,4	0,66	123,61	0,36	0	0,38	0,06	0,45	0,36	
86	49,6	0,63	134,30	0,86	-3	0,00	0,83	0,49	0,58	
87	52,3	0,67	123,02	0,34	-1	0,25	0,05	0,42	0,33	
88	58,9	0,78	130,43	0,68	-3	0,00	0,95	0,49	0,50	
89	63,2	0,86	135,34	0,91	-3	0,00	0,91	0,59	0,67	
90	42,7	0,51	134,79	0,88	-3	0,00	0,68	0,45	0,52	
91	36,3	0,40	133,06	0,80	-2	0,13	0,22	0,44	0,39	
92	27,5	0,25	132,48	0,78	-1	0,25	0,15	0,42	0,36	
93	27,5	0,25	131,29	0,72	-3	0,00	0,13	0,32	0,27	
94	17,3	0,08	127,64	0,55	0	0,38	0,12	0,33	0,28	
95	41,2	0,48	124,28	0,39	-1	0,25	0,07	0,38	0,30	
96	55,7	0,73	135,35	0,91	-3	0,00	0,92	0,55	0,64	
97	43,1	0,51	124,36	0,40	-2	0,13	0,01	0,35	0,26	
98	46,7	0,58	133,88	0,84	-3	0,00	0,66	0,47	0,52	
99	31,3	0,31	135,83	0,93	-3	0,00	0,68	0,41	0,48	
100	32,8	0,34	131,26	0,72	-3	0,00	0,24	0,35	0,33	
101	21	0,14	132,82	0,79	-2	0,13	0,13	0,35	0,30	
102	22	0,16	131,42	0,73	-2	0,13	0,15	0,34	0,29	
103	16,2	0,06	128,09	0,57	0	0,38	0,15	0,33	0,29	
104	61,2	0,82	124,46	0,40	-2	0,13	0,05	0,45	0,35	
105	53,9	0,70	125,29	0,44	0	0,38	0,04	0,50	0,39	
106	30,4	0,30	131,10	0,71	-3	0,00	0,94	0,34	0,49	
107	37,7	0,42	123,44	0,35	0	0,38	0,00	0,38	0,29	
108	37,2	0,41	127,12	0,53	-3	0,00	0,10	0,31	0,26	
109	30,4	0,30	131,85	0,75	-3	0,00	0,93	0,35	0,49	
110	19,9	0,12	133,65	0,83	-3	0,00	0,95	0,32	0,48	
111	16,3	0,06	133,21	0,81	-3	0,00	0,22	0,29	0,27	
112	18,9	0,10	132,98	0,80	-3	0,00	0,85	0,30	0,44	
113	15	0,04	132,16	0,76	-2	0,13	0,19	0,31	0,28	
114	15,6	0,05	130,64	0,69	0	0,38	0,07	0,37	0,30	
115	44,3	0,54	127,52	0,54	-3	0,00	0,10	0,36	0,29	
116	51,3	0,65	129,55	0,64	-2	0,13	0,95	0,47	0,59	
117	32,3	0,33	122,46	0,31	4	0,88	0,95	0,51	0,62	
118	43,1	0,51	125,99	0,47	-2	0,13	0,93	0,37	0,51	
119	30	0,29	134,25	0,86	4	0,88	0,96	0,67	0,74	

De los datos presentados en la Tabla 2 se puede observar que algunas de las mezclas de tres componentes generalmente tienen mejores propiedades que las otras mezclas, tales como un mayor brillo, ángulo de contacto, y una mayor dureza del lápiz.

Los datos térmicos se resumen en las Tablas 3, 4 y 5 a continuación para la 1ª fusión, la fusión y la 2ª fusión (refusión), respectivamente.

Tabla 3
Datos de la DSC de la 1ª fusión

Exp. n.º	1ª fusión_1	1ª fusión_3	1ª fusión_4	1ª fusión_5	1ª fusión_6	n.º de 1ª fusión	min 1ª fusión	DH 1ª fusión 1	DH 1ª fusión 3	DH 1ª fusión 4	DH 1ª fusión 5	DH 1ª fusión 6	1ª DH total
1	313,4	313,4				1,0	313,4		6,9	1,3			8,2
2	260,5	315,1	322,1			3,0	260,5	2,3	34,0	1,5			37,8
3	259,5	313,2	320,7			3,0	259,5	3,5	31,6	1,4			36,5
4	260,3	312,6	321,0			3,0	260,3	12,4	25,2	4,2			41,8
5	259,2	312,6	321,5			3,0	259,2	8,8	22,4	1,0			32,2
6	260,1	311,6	320,8			3,0	260,1	13,9	11,0	0,8			25,6
7	259,8	311,2	321,2			3,0	259,8	18,7	7,0	0,6			26,3
8	257,4					1,0	257,4	18,2					18,2
9		312,9	321,0		326,4	3,0	312,9		38,9	2,2		6,4	47,6
10	258,9				326,8	2,0	258,9	26,7				8,1	34,9
11		313,0	321,0		325,5	3,0	313,0		37,5	2,5		13,2	53,2
12	259,2				326,9	2,0	259,2	17,1				12,5	29,6
13	257,9	313,1	320,5		326,7	4,0	257,9	1,6	23,2	1,8		12,6	39,2
14	260,8	313,6	321,7		328,0	4,0	260,8	4,9	17,6	1,6		11,7	35,8
15	260,8	313,3	322,0		327,9	4,0	260,8	11,2	15,0	1,6		11,6	39,3
16	259,2	311,6	320,9		326,7	4,0	259,2	10,8	11,7	1,4		11,4	35,2
17	259,5	311,4			326,7	3,0	259,5	20,4	6,4			12,6	39,5
18	259,0				327,0	2,0	259,0	15,4				16,6	32,0
19		313,0	322,1		326,7	3,0	313,0		26,8	2,6		19,3	48,7
20		313,1	322,0		327,0	3,0	313,1		21,2	2,7		25,2	49,1
21	260,2	313,1			327,0	3,0	260,2	2,2	19,1			27,2	48,4
22	259,4	313,9	321,6		328,3	4,0	259,4	3,9	12,7	1,7		23,9	42,2
23	261,2	313,7			328,4	3,0	261,2	6,7	11,3			24,9	42,9
24	261,1	313,7			328,5	3,0	261,1	4,4	7,2			24,6	36,1
25	258,9	312,0			327,5	3,0	258,9	8,4	3,6			25,5	37,6
26	259,2				328,0	2,0	259,2	9,5				25,2	34,7
27		313,2	320,7		327,1	3,0	313,2		22,4	1,8		28,7	52,9
28	260,0				328,3	2,0	260,0	9,1				29,9	39,0
29		313,0			327,1	2,0	313,0		19,6			35,0	54,5
30	260,4	313,3			327,4	3,0	260,4	2,4	17,9			32,7	53,1
31	258,5	314,2			328,7	3,0	258,5	3,0	10,4			31,5	44,9
32	261,0	313,9			328,4	3,0	261,0	2,7	9,4			31,3	43,5
33	261,1	313,7			328,4	3,0	261,1	4,4	7,5			30,9	42,9
34	260,2	312,7			327,8	3,0	260,2	7,5	4,5			30,2	42,3
35	258,9				327,8	2,0	258,9	7,6				31,5	39,1
36		313,2			327,2	2,0	313,2		17,0			36,8	53,8
37	255,4				328,0	2,0	255,4	4,0				40,6	44,6
38		313,1			327,3	2,0	313,1		16,6			39,8	56,4
39	260,3	313,1			327,2	3,0	260,3	2,1	15,4			39,9	57,4

Datos de la DSC de la 1ª fusión													
Exp. n.º	1ª fusión_1	1ª fusión_3	1ª fusión_4	1ª fusión_5	1ª fusión_6	n.º de 1ª fusión	min 1ª fusión	DH 1ª fusión 1	DH 1ª fusión 3	DH 1ª fusión 4	DH 1ª fusión 5	DH 1ª fusión 6	1ª DH total
40	259,4	314,4			328,8	3,0	259,4	1,6	8,5			35,9	46,0
41	259,1	314,2			328,7	3,0	259,1	1,6	8,0			36,9	46,6
42	261,2	314,1			328,9	3,0	261,2	1,8	5,7			37,1	44,6
43	259,7	321,7			327,6	3,0	259,7	5,3	4,8			36,7	46,8
44	258,4				327,7	2,0	258,4	5,5				40,0	45,5
45		313,0			327,4	2,0	313,0		10,2			45,5	55,7
46	259,1				327,9	2,0	259,1	3,0				55,7	58,7
47		313,1			327,5	2,0	313,1		8,5			48,8	57,3
48	262,2	313,4			327,9	3,0	262,2	1,1	9,0			50,0	60,1
49	257,3	313,2			327,7	3,0	257,3	0,2	6,7			50,7	57,7
50					329,2	1,0	329,2					64,5	64,5
51	261,4	314,6			329,0	3,0	261,4	1,6	6,0			48,7	56,3
52	259,6	314,5			327,7	3,0	259,6	1,7				64,1	65,8
53	258,6				327,7	2,0	258,6	2,0				53,5	55,4
54		313,1			327,5	2,0	313,1		5,8			58,8	64,6
55	258,7				325,7	2,0	258,7	20,4				9,7	30,1
56					327,6	1,0	327,6					64,2	64,2
57		314,4	321,5		326,5	3,0	314,4		40,9	1,8		0,1	42,7
58	258,4	313,9	321,6		326,5	4,0	258,4	2,8	29,3	1,5		0,1	33,7
59		315,0	321,7		326,7	3,0	315,0		41,0	1,7		0,1	42,8
60		314,6	321,6		326,6	3,0	314,6		38,8	1,6		0,1	40,5
61	258,6	314,4	321,8		326,5	4,0	258,6	1,4	30,5	1,7		1,1	34,7
62	260,0	315,2	327,3		322,8	4,0	260,0	3,6	21,6	1,0		1,1	27,3
63	260,3	314,8	322,5		327,0	4,0	260,3	4,4	25,6	1,3		1,1	32,5
64		313,4			325,5	2,0	313,4		36,5				36,5
65	256,6				324,7	2,0	256,6	19,6				7,0	26,6
66		314,7	321,9		326,6	3,0	314,7		33,3	1,9		3,2	38,5
67	258,8	314,0	321,9		326,5	4,0	258,8	1,5	29,4	1,6		1,2	33,7
68		313,7			325,6	2,0	313,7		23,7				23,7
69	256,6				324,9	2,0	256,6	16,6					16,6
70	259,5	313,0	320,6		325,7	4,0	259,5	9,6	29,4	2,6		9,0	50,6
71	259,6	312,5	321,5		325,9	4,0	259,6	4,3	19,3	2,5		8,3	34,3
72	260,0	312,4	321,3		326,0	4,0	260,0	9,0	16,8	2,3		8,2	36,3
73	260,0	312,1			326,2	3,0	260,0	12,3	13,4			9,8	35,5
74	259,3	311,3			325,5	3,0	259,3	17,1	7,3			9,3	33,6
75		313,5			325,3	2,0	313,5		21,2				21,2
76	256,4				325,0	2,0	256,4	18,5				14,2	32,7
77		313,6			325,4	2,0	313,6		16,0				16,0
78	256,5				325,2	2,0	256,5	15,3				16,6	31,8
79		313,4			325,2	2,0	313,4		11,8				11,8
80	259,7	313,0			325,7	3,0	259,7						0,0

Datos de la DSC de la 1ª fusión

Exp. n.º	1ª fusión_1	1ª fusión_3	1ª fusión_4	1ª fusión_5	1ª_fusión_6	n.º de 1ª fusión	min 1ª fusión	DH 1ª fusión 1	DH 1ª fusión 3	DH 1ª fusión 4	DH 1ª fusión 5	DH 1ª fusión 6	1ª DH total
81	260,1	312,8		325,9	3,0	260,1	4,7	16,9				20,6	42,2
82	259,5	312,5		325,7	4,0	259,5	5,0	14,1			10,5	9,9	39,4
83	259,6	312,2		325,6	3,0	259,6	6,7	12,0				20,8	39,5
84	259,7	312,3		325,8	3,0	259,7	18,4	7,8				19,4	45,6
85	256,4			325,3	2,0	256,4	11,7					20,8	32,6
86		313,3		325,4	2,0	313,3		14,6					14,6
87	256,5			325,0	2,0	256,5	11,0					29,7	40,7
88					0,0								0,0
89		313,6		325,5	2,0	313,6		8,3					8,3
90	260,5	313,0		325,7	3,0	260,5	5,7	20,3				33,4	59,3
91	259,8	312,9		325,8	3,0	259,8	2,4	15,0				26,7	44,0
92	260,1	312,8		325,9	3,0	260,1	3,7	12,5				26,3	42,5
93	259,7	312,5		325,6	3,0	259,7	4,9	11,3				26,2	42,5
94	259,8	312,4		325,7	3,0	259,8	9,7	7,1				25,8	42,6
95	257,1			325,3	2,0	257,1	8,2					28,8	36,9
96		313,3		325,5	2,0	313,3							0,0
97	256,7			325,2	2,0	256,7	8,2					36,5	44,8
98		313,2		325,2	2,0	313,2		7,7					7,7
99	260,5	313,2		325,9	3,0	260,6	1,5	17,3				32,5	51,2
100	259,9	312,8		325,8	3,0	259,9	4,8	15,1				32,1	52,0
101	260,2	312,8		325,7	3,0	260,2	8,8	14,0				32,1	54,9
102	260,0	312,8		326,0	3,0	260,0	3,4	10,0				31,7	45,1
103	250,0	312,9		325,6	3,0	260,0	7,1	7,2				31,3	45,7
104	256,8			325,3	2,0	256,8	7,4					38,1	45,5
105	256,5				1,0	256,5	5,4					42,4	47,9
106		313,0		325,2	2,0	313,0							0,0
107	256,2			325,2	2,0	256,2	4,8					46,7	51,5
108	258,5			325,6	2,0	258,5	5,0						5,0
109		313,0		326,9	2,0	313,0						58,6	58,6
110	260,3	312,7		325,6	3,0	260,3	2,3	13,9				45,9	62,1
111	260,3	312,7		325,7	3,0	260,3	2,2	11,6				45,7	59,5
112	260,6	313,0		326,0	3,0	260,6	1,5	10,5				44,5	56,5
113	260,4	313,3		326,0	3,0	260,4	4,2	9,7				44,4	58,3
114	260,1	313,5		325,6	3,0	260,1	2,1	7,5				43,5	53,2
115	258,4				1,0	258,4	4,1						4,1
116				325,4	1,0	325,4							0,0
117	255,9			325,4	2,0	255,9	0,6					39,1	39,6
118	259,5			326,0	2,0	259,5	0,8						0,8
119				325,5	1,0	325,5							0,0

La Tabla 3 muestra la primera temperatura de fusión (°C) y el calor de fusión (ΔH J/g) para las distintas mezclas de la Tabla 1. Se observará que los diversos componentes presentan sus puntos de fusión de las mezclas a temperaturas típicas para su química, es decir, el FEP a aproximadamente 255-260 °C, el PFA a aproximadamente

312-314 °C, y el LPTFE a aproximadamente 324-328 °C. En la Tabla 3, los identificadores numéricos (es decir, el "1" en "Fusión_1" y "DH fusión 1") indican los números de los picos en las trazas de DSC desde las temperaturas de fusión más bajas a las más altas.

Tabla 4

Exp. n.º	Datos de DSC de los picos de fusión											DH de fusión total	
	Fusión_1	Fusión_4	Fusión_5	Fusión_6	Fusión_7	n.º fusión	min fusión	DH fusión 1	DH fusión 4	DH fusión 5	DH fusión 6		DH fusión 7
1		281,7					1	281,7	16,12				16,12
2	231	283,4					2	231	1,537				20,48
3	233,4	284,1					2	233,4	3,026				25,16
4	231,4	285					2	231,4	10,51				27,34
5	232,3	286,7					2	232,3	6,605				22,71
6	233	283,6					2	233	19,1				31,2
7	235,5	279					2	235,5	20,19				27,06
8	234,3						1	234,3	13,92				13,92
9		286,7		293,7			2	286,7		8,938			22,36
10	237,7			300,6			2	237,7	20,01				9,755
11		284,4		297,7			2	284,4		8,676			25,64
12	236,2			306,2			2	236,2	12,86				14,77
13	239,7	284,2		298,2			3	239,7	3,942	9,426			21,82
14	233,9	286,2		300,9			3	233,9	10,92	7,631			19,64
15	233,9	285,5		301,8			3	233,9	7,382	5,185			17,6
16	233,7	283,6		301			3	233,7	7,695	3,693			16,25
17	235,3	285,6		303,6			3	235,3	7,859	1,289			14,92
18	237,9			307,4			2	237,9	12,58				18,81
19		283,6		301,2			2	283,6		8,186			30,39
20		283,1		304,1			2	283,1		9,222			36,23
21	246,7	283,7		304,7			3	246,7	1,934	9,391			33,4
22	235,7	285,6		307,1			3	235,7	7,637	6,515			30,51
23	234,9	285		307,6			3	234,9	2,764	4,128			28,26
24	234,5	284,4		308,4			3	234,5	5,112	3,981			28,32
25	236	283,5		307,9			3	236	12,4	3,276			29,49
26	238			309,9			2	238	8,677				29,43
27		282,6		305,1			2	282,6		7,125			36,55
28	237,5			310,3			2	237,5	7,118				35,27
29		282,4		306,4			2	282,4		14,07			41,67
30		283,2		306,9			2	283,2		8,007			39,59
31	238,7	284,3		308,8			3	238,7	6,876	7,623			37,01
32	236,1	284,7		309,6			3	236,1	1,474	3,467			35,67
33	234,7	283,9		310	325,7		4	234,7	2,442	2,973			35,19
34	235,2	285,1		309,5			3	235,2	5,714	2,41			34,6
35	235,9			310,6			2	235,9	6,039				36,12
36		282		307,4			2	282		10,9			43,74
37	236,2			311,6			2	236,2	5,573				43,19
38		281,6		308,3			2	281,6		8,623			45,82
39		282,8		308,9			2	282,8		3,904			45,57

Datos de DSC de los picos de fusión

Exp. n.º	Fusión_1	Fusión_4	Fusión_5	Fusión_6	Fusión_7	n.º fusión	min fusión	DH fusión 1	DH fusión 4	DH fusión 5	DH fusión 6	DH fusión 7	DH de fusión total
40	240,6	283,6		310,6		3	240,6	1,943	4,715		41,61		48,27
41	235,8	283,6		311,1		3	235,8	2,745	4,224		42,51		49,48
42	235,2	284,5		311,4		3	235,2	1,539	2,847		42,76		47,15
43	235,4			310,5		2	235,4	2,96			44,26		47,22
44	236,6			311,7		2	236,6	4,391			47,38		51,77
45		281,2		310,3		2	281,2		3,323		52,98		56,3
46	235,9			312,5		2	235,9	3,112			55,71		58,82
47		287,7		311,9		2	237,7		4,553		56,73		61,28
48		285,2		312		2	285,2		1,055		57,61		58,67
49	241,9	283,3		312,4		3	241,9	0,503	3,249		60,12		63,87
50				315,8		1	315,8				70,48		70,48
51	229,9			313,9		2	229,9	0,395			60,32		60,71
52	234			312,5		2	234						0
53	233,8			313		2	233,8	2,907			59,65		62,56
54				313,8		1	313,8				70,19		70,19
55	237,6			296,9		2	237,6	14,5			11,91		26,41
56				315,1		1	315,1				73,27		73,27
57	248,3	235,3				2	248,3	0,966	23,66				24,63
58	231,7	19,64				2	19,64	4,946	19,64				24,59
59	249,4	285,2				2	249,4	1,558	24,35				25,91
60	249	286,2				2	249	1,409	24,35				25,76
61	233,1	285,1				2	233,1	3,022	20,73				23,75
62	231,3	283,5				2	231,3	4,113	15,34				19,45
63	232	284,1				2	232	5,533	17,93				23,46
64	251,1			292,5		2	251,1				32,84		32,84
65	236,1			287		2	236,1	9,077			6,75		15,83
66	240,9	288,3				2	240,9	0,729	24,55				25,28
67	232,3	285				2	232,8	4,236	21,44				25,68
68	249,1			291,9		2	249,1	0,491			28,58		29,07
69	236,7			292,5		2	236,7	9,148			8,945		18,09
70	241,1	286,5		294,1		3	241,1	2,332	7,634		14,09		24,06
71	232,7	288,1		296,6		3	232,7	11,16	7,56		18,94		37,66
72	233,2	288,1		297,1		3	233,2	5,993	16,32		5,347		28,16
73	233,7			297,9		2	233,7	6,124			18,78		24,9
74	248,8			288,7		3	248,8	9,42		2,715	11,95		24,09
75	254,5			296,5		2	254,5	8,373			32,49		40,86
76	234,7			299,7		2	234,7	12,19			16,59		28,78
77	252,1			297,3		2	252,1				35		35
78	233,7			303,4		2	233,7	10,84			18,58		29,42
79		281,8		300,2		2	281,8		0,761		33,34		34,1
80	245,2	284,9		300,2		3	245,2				18,48		18,48

Datos de DSC de los picos de fusión													
Exp. n.º	Fusión_1	Fusión_4	Fusión_5	Fusión_6	Fusión_7	n.º fusión	min fusión	DH fusión 1	DH fusión 4	DH fusión 5	DH fusión 6	DH fusión 7	DH de fusión total
81	233	286		302,6		3	233	4,751	8,479		26,51		39,74
82	232,8	285,9		303,6		3	232,8	5,552	25,58		7,563		38,7
83	233,5	285,3		304,2	325,7	4	233,5	7,298	6,557		25,14	30,93	69,93
84	233,9		291	306	325,7	4	233,9	9,094		3,04	22,41	30,93	65,47
85	233,5			306,2		2	233,5	7,718			26,88		34,6
86		281,2		301,9		2	281,2		1,202		36,03		37,23
87	236,7			307,6		2	236,7	4,827			30,5		35,33
88		281,6		302,7		2	281,6						0
89		281,6		302,7		2	281,6		1,01		36,84		37,85
90		285		304,7		2	285		10,78		40,27		51,05
91	234,6	286		304,5		3	234,6	4,71	9,45		32,82		46,98
92	233	285,8		305,2		3	233	5,721	31,87		8,325		45,92
93	233,6	285,6		305,9		3	233,6	4,633	6,257		31,61		42,5
94	259,8			312,4	325,7	3	259,8	6,177			4,744	30,93	41,85
95	232,9			307,6	325,7	3	232,9	6,001			33,15	30,93	70,08
96				304		1	304				47,41		47,41
97	233,8			308,2		2	233,8	3,902			38,78		42,68
98		284,3		304,4		2	284,3				50,38		50,38
99		284,9		304,7		2	284,9		7,247		39,78		47,03
100	239,6	286,3		306,3		3	239,6	3,047	9,435		39,72		52,2
101	235,5			306,7		3	235,5	1,561		38,19	7,819		47,57
102	233,6			307,4		3	233,6	5,371			38		50,27
103	235,5			308,2	291,1	2	235,5	4,801			40,45		45,25
104	229,5			307,7		2	229,5	5,141			37,2		42,34
105	232,3			307,9		2	232,3	2,522			41,81		44,33
106				306,3		1	306,3				56,82		56,82
107	229,4			308,4	325,7	3	229,4	2,492			44,91	30,93	78,33
108	233,4			308,8		2	233,4	3,599			52		55,6
109				308		1	308				57,31		57,31
110		285,8		307,9		2	285,8		7,217		55,6		62,82
111	246,5	288,2		309,4		3	246,5	2,446	8,696		57,5		68,64
112	238,3			309,6		2	238,3	0,557			58,42		58,98
113	236,2			309,6		2	236,2	1,549			59,04		60,59
114	222,8			311,9		2	222,8	2,217			55,21		57,43
115	233,1			309,4	325,7	3	233,1	2,106			54,17	30,93	87,21
116		308,8		308,8		1	308,8				58,19		58,19
117	225,8			309,9		2	225,8	0,53			50,65		51,18
118				310,7		1	310,7				64,22		64,22
119				311,2		1	311,2				64,61		64,61

Tabla 5

Datos de DSC de la 2ª fusión															
Exp. n.º	2ª fusión_1	2ª fusión_2	2ª fusión_3	2ª fusión_4	2ª fusión_6	2ª fusión_7	n.º 2ª fusión	2ª fusión min	DH 2ª fusión 1	DH 2ª fusión 2	DH 2ª fusión 3	DH 2ª fusión 4	DH 2ª fusión 6	DH 2ª fusión 7	2ª DH total
1				305,1			1	305,1				13,82			13,82
2				310,4			1	310,4				25,90			25,90
3	273,2			309,1			2	273,2	6,40			21,17			27,57
4	253,7			309,2			2	253,7	10,75			15,85			26,60
5	252,9			309,4			2	252,9	7,02			15,23			22,25
6	254,7			309,0			2	254,7	3,99			9,59			13,58
7	254,8			307,9			2	254,8	8,40			4,34			12,74
3	257,5						1	257,5	14,18						14,18
9			298,7			314,6	2	298,7			17,89			20,46	38,35
10	256,2				322,1	327,4	3	256,2	17,09				5,21	3,66	25,96
11			297,7			318,0	2	297,7			14,97			24,26	39,23
12	256,4				324,2	327,6	3	256,4	12,12				7,50	5,61	25,23
13				299,7		319,2	2	299,7				11,67		21,12	32,79
14	255,3			300,7		321,3	3	255,3	2,53			6,72		17,87	27,12
15	255,4			301,1		322,0	3	255,4	5,37			6,12		16,97	28,46
16	252,9			300,7		321,0	3	252,9	4,91			2,22		15,26	22,38
17	255,3			298,2		323,4	3	255,3	24,86			2,35		14,72	41,93
18	255,1					328,0	2	255,1	10,49					17,28	27,77
19			298,4			320,8	2	298,4			9,31			29,42	38,73
20			297,6			323,0	2	297,6			13,95			35,74	49,69
21				299,3		323,9	2	299,3				12,37		32,63	45,00
22	260,0			300,8		326,0	3	260,0	2,19			9,64		30,79	42,63
23	255,6			301,1		326,6	3	255,6	4,61			5,90		28,35	38,86
24	256,7			301,1		326,7	3	256,7	3,45			3,61		27,53	34,59
25	254,8					325,8	2	254,8	5,78					29,57	35,35
26	256,1					328,8	2	256,1	6,51					28,08	34,59
27			297,6			323,9	2	297,6			8,64			37,14	45,88
28	254,1					328,7	2	254,1	8,67					32,10	40,77
29			297,4			324,3	2	297,4			6,95			38,49	45,44
30				299,2		325,8	2	299,2				8,96		38,41	47,37
31	260,5			300,9		327,4	3	260,5	1,83			8,49		36,98	47,31
32	258,0			300,7		327,2	3	258,0	1,85			4,50		35,10	41,45
33	256,9			300,7		327,9	3	256,9	2,52			3,11		34,15	39,78
34	256,5					328,1	2	256,5	3,63					34,31	37,94
35	254,6					328,8	2	254,6	4,53					33,79	38,32
36			297,3			325,5	2	297,3			8,79			43,01	51,80
37	254,3					328,8	2	254,3	3,99					40,62	44,61
38			296,8			321,4	2	296,8			8,01			45,37	53,38
39				298,7		326,5	2	298,7				5,25		44,77	50,02

Datos de DSC de la 2ª fusión															
Exp. n.º	2ª fusión_1	2ª fusión_2	2ª fusión_3	2ª fusión_4	2ª fusión_6	2ª fusión_7	n.º 2ª fusión	2ª fusión min	DH 2ª fusión 1	DH 2ª fusión 2	DH 2ª fusión 3	DH 2ª fusión 4	DH 2ª fusión 6	DH 2ª fusión 7	2ª DH total
40				300,8		328,5	2	300,8				7,34		41,01	48,35
41	266,4			301,0		328,8	3	266,4	2,16			5,48		42,27	49,92
42	258,4			305,4		329,7	3	258,4	1,43			2,91		41,33	45,68
43	256,1					328,8	2	256,1	6,15					42,87	49,02
44	254,7					329,1	2	254,7	4,12					44,43	48,55
45			296,5			327,2	2	296,5			3,07			51,85	54,92
46	254,2					329,7	2	254,2	2,82					51,93	54,75
47		277,1				324,3	2	277,1		2,81				38,49	41,30
48				300,7		329,3	2	300,7				4,49		57,35	61,84
49						329,4	1	329,4						64,73	64,73
50						331,5	1	331,5						69,35	69,35
51	269,4					330,8	2	269,4	1,50					58,87	60,37
52	255,4					319,3	2	255,4	6,87					56,75	63,62
53	251,9					329,7	2	251,9	3,47					58,34	61,81
54						329,4	1	329,4						68,34	68,34
55	254,3				320,9	325,5	3	254,3	13,97				4,10	6,29	24,35
56						329,9	1	329,9						70,83	70,83
57				310,3			1	310,3				27,05			27,05
58		273,5		309,7			2	273,5		3,43					24,18
59				310,7			1	310,7				29,65			29,65
60				310,6			1	310,6				27,71			27,71
61		271,2		311,5			2	271,2		2,56					25,79
62		272,3		312,2			2	272,3		4,77					24,37
63		274,8		311,8			2	274,8		4,02					23,54
64			294,3			314,2	2	294,3						32,58	32,58
65	248,4					324,1	2	248,4	14,65					6,54	21,19
66				313,9			1	313,9				32,37			32,37
67		271,2		311,3			2	271,2		2,07					24,53
68						315,8	1	315,8				22,46			20,92
69	251,4					325,1	2	251,4	9,67					2,12	11,79
70	262,2			302,5	317,1		3	262,2	6,96			12,32	30,24		49,52
71	254,9			304,9		318,7	3	254,9	3,03			7,44		17,85	28,32
72	254,0			304,9		319,2	3	254,0	7,73			6,12		16,75	30,60
73	254,6			305,5		320,1	3	254,6	10,71			4,47		14,58	29,76
74	254,8					327,8	1	254,8	11,57					64,65	76,22
75						318,3	1	318,3						28,74	28,74
76	247,6					322,3	2	247,6	10,68					14,84	25,52
77						319,7	1	319,7						25,07	25,07
78	248,0					324,3	2	248,0	9,42					17,34	26,76
79						321,2	1	321,2						30,43	30,43

Datos de DSC de la 2ª fusión															
Exp. n.º	2ª fusión_1	2ª fusión_2	2ª fusión_3	2ª fusión_4	2ª fusión_6	2ª fusión_7	n.º 2ª fusión	2ª fusión min	DH 2ª fusión 1	DH 2ª fusión 2	DH 2ª fusión 3	DH 2ª fusión 4	DH 2ª fusión 6	DH 2ª fusión 7	2ª DH total
80				303,2	321,9		2	303,2				14,80	43,45		58,25
81	254,9			303,4		323,1	3	254,9	4,68			10,15		26,31	41,14
82	254,7			303,7		323,2	3	254,7	3,66			7,48		25,22	36,36
83	255,8			309,3		323,9	3	255,8	3,25			5,32		24,61	33,18
84	254,6			309,8		325,3	3	254,6	15,81			4,13		33,58	53,52
85	250,0					315,1	2	250,0	6,26					22,19	28,45
86						316,5	1	316,5						34,27	34,27
87	249,2					325,5	2	249,2	6,33					30,14	36,47
88						326,9	1	326,9						42,13	42,13
89						323,3	1	323,3						34,98	34,98
90				303,5		325,1	2	303,5				9,60		39,89	49,49
91	263,4			304,0		324,3	3	263,4	1,46			9,18		32,87	43,51
92	257,8			305,8		324,6	3	257,8	1,43			6,26		31,63	39,32
93	256,0			307,2		324,8	3	256,0	2,40			4,65		31,35	38,40
94	255,2					320,1	2	255,2	7,35					14,58	21,93
95	251,0					325,7	2	251,0	5,47					27,34	33,01
96						324,5	1	324,5						40,07	40,07
97	245,3					325,7	2	245,3	6,71					37,66	44,37
98				302,1		325,1	2	302,1						52,52	52,52
99				303,5		325,1	2	303,5				14,80		39,87	54,67
100	265,7			307,6		325,4	3	265,7	5,13			9,10		38,73	52,97
101	255,9			305,1		325,5	3	255,9	5,49			6,11		39,05	50,65
102	258,0			306,3		325,8	3	258,0	1,06			3,83		37,65	42,54
103	257,7					320,1	2	257,7	2,78					14,58	17,36
104	248,8					325,8	2	248,8	4,74					40,73	45,47
105	248,3					326,4	2	248,3	3,66					42,24	45,90
106				326,4		326,4	1	326,4						58,08	58,08
107	244,7					325,8	2	244,7	2,61					44,98	47,59
108	253,1					326,1	2	253,1	2,88					49,50	52,38
109						325,1	1	325,1						63,49	63,49
110						327,3	1	327,3						58,55	58,55
111	263,8				317,6	326,7	3	263,8	1,86				15,37	46,36	63,59
112					318,8	327,2	2	318,8					11,29	43,07	54,36
113	261,3				319,2	327,4	3	261,3	1,61				13,51	42,64	57,76
114	250,7				318,1	320,1	3	250,7	2,01				10,54	14,58	27,13
115	253,0					326,5	2	253,0	2,06					52,51	54,57
116						327,1	1	327,1						53,41	53,41
117						326,9	1	326,9						40,61	40,61
118						325,7	1	325,7						37,66	37,66
119						327,8	1	327,8						64,65	64,65

En las Tablas 4 y 5, los identificadores numéricos (es decir, el "1" en la "2ª fusión_1" y "DH 2ª fusión 1") indican los números de los picos en las trazas de DSC desde las temperaturas de fusión más bajas a las más altas. Los datos de las Tablas 4 y 5 revelan que en el caso de muchas de las mezclas de 3 componentes, después de la primera fusión muchos de los componentes prácticamente pierden su firma térmica y, en particular, los bajos puntos de fusión asociados a FEP prácticamente se pierden para muchas de las mezclas mostradas. Este comportamiento se refleja por los picos de refusión que se muestran en la Tabla 5, donde varias mezclas pierden su firma FEP, por ejemplo, los experimentos 49-50.

Se cree que los datos térmicos presentados por las mezclas son indicativos de la mezcla amplia e íntima de los diversos componentes que da lugar a la formación de un tipo de aleación de polímero fluorado. Estas formulaciones también se asocian a una combinación sin precedentes de brillo, ángulo de contacto en agua, y dureza, que se ilustra por los datos normalizados de la Tabla 2.

A este respecto, los datos de la Tabla 2 anterior muestran que muchas de las mezclas generalmente están asociadas a los valores más altos de las variables de compuestos que incluyen (AC, Brillo, Dureza) Norm y (refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm. En particular el Experimento 21 tiene una excelente combinación de propiedades con una mayor dureza y sin firma FEP perceptible y por lo tanto una alta temperatura de refusión. Estas formulaciones imbuirán a los sistemas de recubrimiento que las emplean con propiedades deseables, basándose en estas características, como se ha demostrado mediante otros Ejemplos en el presente documento.

Los datos también se resumen en las Figuras 19-30. La Figura 19 ilustra la construcción de las Figuras 20-30, que esencialmente son diagramas de dos mezclas ternarias unidas a lo largo del eje de PFA:FEP (eje Y). El origen representa el 100 % de PFA (TE7224), valores negativos en el eje X representan el aumento de fracciones en peso de TE3887N (LPTFE) mientras que los valores positivos en el eje X representan el aumento de fracciones en peso de SFN-D (LPTFE). El 100 % de FEP representado por la coordenada (0, 1) es el 100 % de TE9568. Como era de prever, las Figuras 20-30 a menudo muestran simetría en torno al eje Y, pero esto no es absoluto, lo que refleja el efecto de diferentes LPTFEs sobre las composiciones precisas de las propiedades deseables. Las conclusiones de las Figuras 20-30 se describen ahora en más detalle.

La Fig. 20 muestra el brillo del recubrimiento en función de la composición, hay 3 regiones principales de la composición para un mayor brillo: A) 50-85 % de FEP, 1-40 % de LPTFE y 15-50 % de PFA; B) 5-40 % de FEP, 30-55 % de LPTFE y 40-95 % de PFA; y C) 5-40 % de FEP, 1-40 % de LPTFE y 1-40 % de PFA.

La Fig. 21 muestra el ángulo de contacto del recubrimiento con el agua en función de la composición. La región principal de la composición para un mayor ángulo de contacto es 1-40 % de FEP, 30-100 % de LPTFE y 0-60 % de PFA.

La Fig. 22 muestra la dureza del recubrimiento del lápiz en función de la composición. La región principal de la composición para una mayor dureza del lápiz es del 10-90 % de FEP, 1-80 % de LPTFE y 1-50 % de PFA.

La Fig. 23 y la Fig. 24 son el gráfico normalizado para la media del ángulo de contacto, el brillo, la dureza del lápiz y la temperatura mínima de refusión que se calculan como sigue:

BRILLO = brillo medido,

BRILLO NORM = brillo normalizado, calculado como: $[\text{Brillo} - \text{Mínimo (Brillo)}] / [\text{Máximo (Brillo)} - \text{Mínimo (Brillo)}]$;

ÁNGULO DE CONTACTO (AC) = ángulo de contacto en agua

AC NORM = ángulo de contacto normalizado, calculado como: $[\text{Ángulo de Contacto} - \text{Mínimo (ángulo de contacto)}] / [\text{Máximo (ángulo de contacto)} - \text{Mínimo (ángulo de contacto)}]$;

LÁPIZ = ensayo de medición del lápiz, según la Sección VII

LÁPIZ NORM = ensayo de medición del lápiz normalizado, calculado como: $[\text{LÁPIZ} - \text{Mínimo (lápiz)}] / [\text{Máximo (lápiz)} - \text{Mínimo (lápiz)}]$;

Refusión min NORM = "refusión min" normalizada, calculada como: $[\text{refusión min} - \text{Mínimo (refusión min)}] / [\text{Máximo (refusión min)} - \text{Mínimo (refusión min)}]$, en la que "refusión min" es la temperatura del pico de refusión más bajo para una muestra dada;

(AC, Brillo, Dureza) Norm = la media de (AC NORM, LÁPIZ NORM, y BRILLO NORM); y

(Refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm = la media de (AC NORM, LÁPIZ NORM, BRILLO NORM, y refusión min NORM).

La Fig. 23 muestra las regiones deseables de mayor (AC, brillo, dureza) normalizado en 3 regiones de la composición: A) 10-40 % de LPTFE, 50-70 % de FEP y 30-50 % de PFA; B) 5-40 % de LPTFE, 20-40 % de FEP y 60-85 % de PFA; C) 20-80 % de LPTFE, 5-35 % de FEP y 60-95 % de PFA. La Fig. 24 muestra las regiones deseables de mayor (AC, brillo, dureza, temperatura de refusión mínimo) normalizado al 0-80 % de LPTFE, 5-30 % de FEP y 70-95 % de PFA.

Las Figuras 25a, 25b y 25c muestran el número de picos de DSC observados durante la 1ª fusión, la fusión y la 2ª fusión, respectivamente. Se puede observar que el número de picos de DSC observados se reduce con cada fusión

de la mezcla de polímero; esto es indicativo de la reducción en el número de fases presentes y la presencia de fases mixtas, es decir, de aleación.

5 La Fig. 26 es la diferencia entre la entalpía de fusión total y la primera entalpía de fusión total y la Fig. 27 muestra la
diferencia entre la entalpía de refusión total y la primera entalpía de fusión en J/g. Estos dos gráficos muestran
regiones donde la cristalinidad total de la muestra se incrementó después de la fusión (donde los valores son
positivos). Las regiones de mayor incremento a menudo se asocian a una reducción en el número de picos de
10 fusión; una indicación adicional del desarrollo de nuevas fases más cristalinas asociadas a la mezcla íntima de los
componentes de los polímeros fluorados. Estas fases más cristalinas se encuentran en las regiones que
corresponden ampliamente a las asociadas a las propiedades mejoradas normalizadas según lo presentado en las
15 figuras 23-24, es decir, 10-85 % de LPTFE, 5-30 % de FEP y 70-95 % de PFA. La Fig. 28 es la primera temperatura
mínima de fusión, la Fig. 29 es la temperatura mínima de fusión y la Fig. 30 es la temperatura mínima de refusión. La
simple comparación de las Figs. 28-30 revela que la temperatura mínima de fusión generalmente se incrementa con
la fusión posterior. En particular, el pico de fusión del FEP generalmente más bajo se hace menos evidente y, de
hecho, está ausente en muchos casos. Las regiones asociadas a estos experimentos en general también están de
acuerdo con las regiones de propiedades mejoradas descritas anteriormente.

Tabla 6
Resumen de formulaciones de 3 componentes seleccionados (2 MPF y LPTFE) con propiedades deseables

Exp. n.º	FEP	PFA	LPTFE	BRILLO	Angulo de contacto	Lápiz	AC, BRILLO, DUREZA	Refusión, AC, brillo, dureza	1ª fusión_1	2ª fusión min
21	0,12	0,48	0,4	64,8	133,79	3	0,8231	0,7746	260,16	299,3
40	0,16	0,24	0,6	42	135,117	5	0,7978	0,7599	259,4	300,79
31	0,2	0,3	0,5	50,7	133,207	5	0,8175	0,6586	258,46	260,46
13	0,16	0,64	0,2	41,1	124,887	5	0,634	0,634	257,94	299,73
22	0,24	0,36	0,4	60,6	131,617	3	0,7656	0,6182	259,43	259,96
23	0,3	0,3	0,4	66,7	129,12	3	0,7613	0,6024	261,15	255,57
17	0,64	0,16	0,2	69	122,42	5	0,7538	0,5958	259,48	255,25
80	0,12	0,48	0,4	50,7	131,993	-1	0,5485	0,5799	259,72	303,19
30	0,1	0,4	0,5	56,8	134,967	-3	0,546	0,5655	260,37	299,21
72	0,4	0,4	0,2	63,3	124,437	4	0,7111	0,5602	259,98	253,99

De la Tabla 6 se puede concluir que los sistemas seleccionados de 3 componentes (2 MPF, 1 LPTFE) tienen entre el 10-64 % de FEP, 16-64 % de PFA y 20-60 % de LPTFE. En particular, entre el 12-24 % de FEP, 24-64 % de PFA y 20-60 % de LPTFE. Y más en particular entre el 12-16 % de FEP, 24-48 % de PFA y 40-60 % de LPTFE.

5 La formulación 21 es particularmente notable puesto que tiene una temperatura mínima de refusión de 299,3 °C a pesar de que contiene el 12 % de FEP, el pico de fusión del FEP que ha desaparecido, lo que indica que ahora está contenido en una fase de mezcla o aleación, teniendo en cuenta que su primera temperatura de fusión era de 260,16 °C. La formulación 21 también es dura, con un ángulo de contacto en agua muy alto, además de ser muy brillante.

10 Ejemplo 2

Segunda forma de realización

15 Mezclas de fluoropolímero con múltiples MPF (HPTFE/LPTFE/MPF1/MPF2) Propiedades básicas y térmicas

20 Como se define en este ejemplo, una mezcla de "4 componentes" contiene todos los componentes siguientes como se ha descrito anteriormente: al menos un HPTFE, al menos un LPTFE, y al menos dos MPF químicamente diferentes. En este ejemplo, los dos MPF empleados son FEP y PFA. Las mezclas de este ejemplo se prepararon mezclando las dispersiones acuosas de los componentes, y las mezclas resultantes se extrajeron como películas para el brillo, el ángulo de contacto, y el ensayo de caracterización del lápiz y, para el análisis térmico, se coaguló y se secó para la medición por DSC, como se describe en la Sección VII, más arriba.

25 Los paneles se prepararon para el brillo, el ángulo de contacto y el ensayo de dureza del lápiz de la siguiente manera. En la Mezcla A y la Mezcla B, el valor de agua desionizada (DIW) aparece más de una vez puesto que puede proceder de más de uno de los componentes en las mezclas.

1. Preparar la mezcla líquida de MPF, LPTFE, y HPTFE en las proporciones deseadas.
2. Añadir la formulación adecuada de la mezcla creada en la etapa 1. Utilizar las siguientes formulaciones y porcentajes para preparar las mezclas para la extracción.
3. Para PFA utilizar la Mezcla B (abajo) sin PFA. Multiplicar la cantidad creada en la etapa 1 por 2/3.
4. Para FEP utilizar la Mezcla A (abajo) sin FEP. Multiplicar la cantidad creada en la etapa 1 por 0,70.
5. Homogeneizar la mezcla con cuidado para evitar burbujas de aire.
6. Usar una pipeta para aplicar una pequeña cantidad a un panel de aluminio desengrasado.
7. Extraer el recubrimiento del panel con un movimiento suave usando un aplicador de película Bird de trayectoria en mojado de 3 mil (76 µm).
8. Calentar súbitamente el panel durante aproximadamente 5-10 minutos a 93 °C (200 °F).
9. Llevar el panel a 204 °C (400 °F) y calentar súbitamente 3-5 minutos más.
10. Curar el panel durante 10 minutos a 398 °C (750 °F).

40

Mezcla A

Componente	% en peso
DIW	63,15
Solución de PE 1450 DIW	15,15
trietanolamina	4,00
Silwet I-77	2,85
Aromatic 100	3,75
DIW	8,10
Carbopol EP-1	3,00

Mezcla B

Componente	% en peso
Solución de PE 1450 DIW	29,25
DIW	52,00
Surfunol 440	4,50
10 % de FC-4430 en DIW	6,95
Morfolina	0,40
ASE60	6,90

45 La Tabla 7 a continuación es un resumen de las mezclas examinadas en este Ejemplo, en el que la columna "n.º de datos" es el número de repeticiones de los experimentos, por lo tanto, todos los datos son el promedios de estos experimentos repetidos. Cuatro experimentos se realizaron con de mezclas de 4 componentes, es decir, los experimentos 22, 23, 30 y 31, respectivamente. En la Tabla 7, "MPF Total" designa la cantidad total de MPF, que era FEP, PFA, o una combinación de lo anterior, en el que el FEP utilizado fue TE 9568 FEP (55,6 % de sólidos), disponible en DuPont y el PFA utilizado fue TE 7724 PFA (58,6 % de sólidos), cada uno descrito anteriormente en la

50

ES 2 605 557 T3

Sección IV. "LPTFE Total" designa la cantidad total de LPTFE, en el que los LPTFE utilizados fueron SFN-D, disponible en Chenguang RICI, Chengdu, 610036 R.P. de China y TE3887N, disponible en DuPont, cada uno descrito anteriormente en la Sección II. "HPTFE" designa el HPTFE utilizado, que era D310, disponible en Daikin.

5

Tabla 7

Mezclas de polímero fluorado								
Exp. n.º	n.º de datos	MPF total	LPTFE total	LPTFE (SFN-D)	LPTFE (TE3887N)	FEP (TE9568)	PFA (TE7724)	HPTFE (D310)
1	6	0,8	0,2	0	0,2	0,4	0,4	0
2	6	0,8	0,2	0,2	0	0,4	0,4	0
3	12	0,6	0,4	0,2	0,2	0,3	0,3	0
4	6	0,6	0,4	0	0,4	0,3	0,3	0
5	6	0,6	0,4	0,4	0	0,3	0,3	0
6	6	0,5	0,5	0	0,5	0,25	0,25	0
7	6	0,5	0,5	0,5	0	0,25	0,25	0
8	10	0,4	0,6	0,3	0,3	0,2	0,2	0
9	6	0,4	0,6	0	0,6	0,2	0,2	0
10	6	0,4	0,6	0,6	0	0,2	0,2	0
11	6	0,2	0,8	0	0,8	0,1	0,1	0
12	6	0,2	0,8	0,8	0	0,1	0,1	0
13	28	0	1	0	1	0	0	0
14	9	0	1	0,5	0,5	0	0	0
15	12	0	1	1	0	0	0	0
16	8	0	0,8	0	0,8	0	0	0,2
17	6	0	0,8	0,8	0	0	0	0,2
18	9	0,6	0	0	0	0,3	0,3	0,4
19	9	0	0,6	0	0,6	0	0	0,4
20	9	0	0,6	0,3	0,3	0	0	0,4
21	6	0	0,6	0,6	0	0	0	0,4
22	9	0,36	0,24	0,12	0,12	0,18	0,18	0,4
23	11	0,24	0,36	0,18	0,18	0,12	0,12	0,4
24	6	0	0,5	0	0,5	0	0	0,5
25	6	0	0,5	0,5	0	0	0	0,5
26	17	0	0,4	0,2	0,2	0	0	0,6
27	6	0	0,4	0,4	0	0	0	0,6
28	3	0	0,4	0	0,4	0	0	0,6
29	6	0,4	0	0	0	0,2	0,2	0,6
30	9	0,24	0,16	0,08	0,08	0,12	0,12	0,6
31	9	0,16	0,24	0,12	0,12	0,08	0,08	0,6
32	6	0	0,2	0,2	0	0	0	0,8
33	4	0	0,2	0	0,2	0	0	0,8
34	10	0	0	0	0	0	0	1
35	24	1	0	0	0	1	0	0
36	61	1	0	0	0	0,5	0,5	0
37	18	1	0	0	0	0	1	0
38	3	0,33	0,27	0	0,27	0	0,33	0,4
39	3	0,3	0,3	0	0,3	0,3	0	0,4
40	3	0,3	0,3	0,3	0	0,3	0	0,4
41	9	0,6	0	0	0	0,3	0,3	0,4

Los datos observados se exponen en la Tabla 8 a continuación, en donde:

BRILLO = brillo medido, según la Sección VII, más arriba;

BRILLO NORM = brillo normalizado, calculado como: $[\text{Brillo} - \text{Mínimo (Brillo)}] / [\text{Máximo (Brillo)} - \text{Mínimo (Brillo)}]$;

10 ÁNGULO DE CONTACTO (AC) = ángulo de contacto, según la Sección VII, más arriba;

AC NORM = ángulo de contacto normalizado, calculado como: $[\text{Ángulo de contacto} - \text{Mínimo (ángulo de contacto)}] / [\text{Máximo (ángulo de contacto)} - \text{Mínimo (ángulo de contacto)}]$;

LÁPIZ = ensayo de medición del lápiz, según la Sección VII, más arriba, donde el valor en la Tabla 7 a continuación es la media del número de resultados medidos, como se indica por el "n.º de datos" en la Tabla 6 anterior;

15 LÁPIZ NORM = ensayo de medición del lápiz normalizado, calculado como: $[\text{LÁPIZ} - \text{Mínimo (lápiz)}] / [\text{Máximo (lápiz)} - \text{Mínimo (lápiz)}]$;

Refusión min NORM = "refusión min" normalizada, calculada como: $[\text{refusión min} - \text{Mínimo (refusión min)}] / [\text{Máximo ((refusión min) - Mínimo (refusión min))}]$, en el que "refusión min" es la temperatura del pico de refusión más bajo para una muestra dada;

20 (AC, Brillo, Dureza) Norm = la media de (AC NORM, LÁPIZ NORM, y BRILLO NORM); y

(Refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm = la media de (AC NORM, LÁPIZ NORM, BRILLO NORM, y refusión min NORM).

Tabla 8

Datos observados									
Exp. n.º	BRILLO	BRILLO NORM	Ángulo de contacto (AC)	AC NORM	LÁPIZ	LÁPIZ NORM	refusión min norm	(AC, Brillo, Dureza) Norm	(refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm
1	37,8	0,46	123,89	0,38	5,0	1,00	0,12	0,61	0,49
2	63,3	0,88	124,44	0,40	4,0	0,88	0,11	0,72	0,57
3	54,2	0,73	131,65	0,67	3,3	0,78	0,22	0,73	0,60
4	66,7	0,94	129,12	0,58	3,0	0,75	0,13	0,75	0,60
5	35,9	0,42	130,87	0,64	1,0	0,50	0,12	0,52	0,42
6	41,8	0,52	132,58	0,71	1,0	0,50	0,15	0,58	0,47
7	27,5	0,28	132,48	0,70	-1,0	0,25	0,15	0,41	0,35
8	38,7	0,47	135,20	0,80	-1,6	0,18	0,11	0,48	0,39
9	30,5	0,33	134,65	0,78	-3,0	0,00	0,25	0,37	0,34
10	21,0	0,18	132,82	0,71	-2,0	0,13	0,13	0,34	11,29
11	12,8	0,04	137,33	0,88	-3,0	0,00	1,00	0,31	0,48
12	18,9	0,14	132,98	0,72	-3,0	0,00	0,85	0,29	0,43
13	22,9	0,21	133,29	0,73	-3,0	0,00	0,98	0,31	0,42
14	11,2	0,01	137,48	0,89	-3,0	0,00	0,97	0,30	0,36
15	30,0	0,33	134,25	0,77	-2,0	0,13	0,96	0,41	0,54
16	45,8	0,59	132,35	0,70	-3,0	0,00	0,99	0,43	0,57
17	29,7	0,32	136,03	0,83	-3,0	0,00	0,97	0,38	0,53
18	53,2	0,71	120,83	0,27	5,0	1,00	0,16	0,66	0,53
19	52,0	0,69	132,03	0,68	-3,0	0,00	0,99	0,46	0,59
20	48,4	0,63	135,48	0,81	-3,0	0,00	0,99	0,48	0,61
21	54,3	0,73	134,71	0,78	-3,0	0,00	0,97	0,50	0,62
22	48,4	0,63	138,65	0,93	2,7	0,71	0,95	0,76	0,81
23	44,9	0,57	139,02	0,95	4,4	0,92	0,73	0,81	0,79
24	48,2	0,63	132,12	0,69	-3,0	0,00	0,98	0,44	0,57
25	44,0	0,56	131,95	0,68	-3,0	0,00	0,98	0,41	0,55
26	54,5	0,73	133,43	0,74	0,1	0,38	0,98	0,62	0,71
27	50,1	0,66	132,62	0,71	-3,0	0,00	0,97	0,46	0,58
28	47,8	0,62	131,60	0,67	-3,0	0,00	0,98	0,43	0,57
29	56,8	0,77	120,40	0,25	4,5	0,94	0,37	0,65	0,58
30	51,7	0,69	134,05	0,76	3,0	0,75	0,40	0,73	0,65
31	55,1	0,74	136,39	0,85	4,0	0,88	0,95	0,82	0,85
32	52,7	0,70	131,11	0,65	-3,0	0,00	0,96	0,45	0,58
33	51,3	0,68	128,86	0,57	-3,0	0,00	0,97	0,42	0,55
34	56,5	0,77	125,64	0,45	-2,0	0,13	0,93	0,45	0,50
35	68,7	0,97	118,63	0,19	5,0	1,00	0,15	0,72	0,58
36	51,8	0,69	116,23	0,10	3,7	0,83	0,10	0,54	0,46
37	50,2	0,66	122,81	0,34	0,0	0,38	0,70	0,46	0,52
38	59,4	0,81	130,94	0,64	-3,0	0,00	0,66	0,49	0,53
39	57,2	0,78	134,32	0,77	0,0	0,38	0,14	0,64	0,52
40	58,8	0,80	135,93	0,83	0,0	0,38	0,26	0,67	0,57
41	53,2	0,71	120,83	0,27	5,0	1,00	0,16	0,66	0,53

5 De los datos presentados en la Tabla 8 se puede ver que las mezclas de 4 componentes generalmente tienen mejores propiedades que las otras mezclas, tales como un mayor brillo, ángulo de contacto, y una mayor dureza del lápiz.

10 Los datos térmicos se resumen en las Tablas 9, 10 y 11 a continuación para la 1ª fusión, la fusión y la 2ª fusión (refusión), respectivamente.

Tabla 9

Datos de DSC para la 1ª fusión							
Exp. n.º	1ª fusión 1	1ª fusión 3	1ª fusión 4	1ª fusión 5	1ª fusión 6	1ª fusión 7	min 1ª fusión
1	260,8	313,3	322,0	.	327,9	.	260,8
2	260,0	312,4	321,3	.	326,0	.	260,0

ES 2 605 557 T3

Datos de DSC para la 1ª fusión							
Exp. n.º	1ª fusión 1	1ª fusión 3	1ª fusión 4	1ª fusión 5	1ª fusión 6	1ª fusión 7	min 1ª fusión
3	259,5	313,2	.	.	327,0	.	259,5
4	261,2	313,7	.	.	328,4	.	261,2
5	259,5	312,5	.	324,3	325,7	.	259,5
6	261,0	313,9	.	.	328,4	.	261,0
7	260,1	312,8	.	.	325,9	.	260,1
8	259,5	313,3	.	.	327,0	.	259,5
9	259,1	314,2	.	.	328,7	.	259,1
10	260,2	312,8	.	.	325,7	.	260,2
11	329,2	.	329,2
12	260,6	313,0	.	.	326,0	.	260,6
13	327,6	.	327,6
14	327,2	.	327,2
15	325,5	.	325,5
16	327,4	333,3	327,4
17	325,3	330,2	325,3
18	259,6	312,9	321,1	.	.	337,8	259,6
19	327,3	335,3	327,3
20	326,8	336,1	326,8
21	325,0	334,5	325,0
22	60,4	13,8	.	.	26,2	38,9	60,4
23	259,1	313,5	.	.	326,9	336,7	259,1
24	327,2	335,9	327,2
25	325,4	336,9	325,4
26	326,5	338,0	326,5
27	325,2	337,9	325,2
28	326,8	336,8	326,8
29	259,5	313,1	321,0	.	.	339,4	259,5
30	260,1	313,5	.	.	326,7	339,4	260,1
31	260,4	313,8	.	.	326,2	338,9	260,4
32	325,9	339,4	325,9
33	326,2	338,3	326,2
34	327,6	338,8	332,1
35	257,4	257,4
36	259,2	312,6	321,5	.	.	.	259,2
37	.	313,4	313,4
38	.	314,0	.	.	327,7	337,8	314,0
39	259,3	.	.	.	327,4	337,2	259,3
40	259,4	.	.	325,2	326,0	337,1	259,4
41	259,6	312,9	321,1	.	.	337,8	259,6

Exp. n.º	DH 1ª fusión 1	DH 1ª fusión 3	DH 1ª fusión 4	DH 1ª fusión 5	DH 1ª fusión 6	DH 1ª fusión 7	1ª DH Total
1	11,23	14,96	1,57	.	11,55	.	39,31
2	8,97	16,84	2,29	.	8,18	.	36,27
3	7,18	15,54	22,72
4	6,71	11,33	.	.	24,89	.	42,93
5	4,96	14,05	.	10,52	9,89	.	39,42
6	2,74	9,44	.	.	31,34	.	43,51
7	3,72	12,53	.	.	26,26	.	42,51
8	4,84	12,63	17,47
9	1,63	8,04	.	.	36,92	.	46,58
10	8,79	13,97	.	.	32,12	.	54,88
11	64,48	.	64,48
12	1,49	10,50	.	.	44,50	.	56,49
13	64,19	.	41,27
14
15
16	45,23	19,52	64,75
17	10,33	10,33
18	3,86	13,47	1,46	.	.	27,42	46,21
19	47,10	25,79	72,89

Exp. n.º	DH 1ª fusión 1	DH 1ª fusión 3	DH 1ª fusión 4	DH 1ª fusión 5	DH 1ª fusión 6	DH 1ª fusión 7	1ª DH Total
20	38,07	22,18	52,86
21	25,77	25,77
22	5,48	9,89	.	.	42,93	.	58,31
23	2,57	7,48	.	.	24,30	.	34,35
24	43,39	28,09	71,48
25	31,84	30,85	62,69
26	32,66	37,11	63,22
27	25,46	39,69	65,15
28	38,56	35,20	73,76
29	5,08	10,77	1,89	.	.	41,18	58,93
30	8,27	11,57	.	.	39,88	.	59,72
31	5,48	9,89	.	.	42,93	.	58,31
32	12,65	41,25	53,90
33	16,61	50,10	66,71
34	66,64	26,66
35	18,18	18,18
36	8,82	22,41	0,98	.	.	.	21,12
37	.	6,91	1,28	.	.	.	8,19
38	.	14,11	.	.	18,90	22,51	55,52
39	6,31	.	.	.	30,07	25,59	61,97
40	2,82	.	.	16,23	6,54	28,95	54,54
41	3,86	13,47	1,46	.	.	27,42	46,21

La Tabla 9 muestra la primera temperatura de fusión (°C) y el calor de fusión (ΔH J/g) para las diferentes mezclas de la Tabla 7. En la Tabla 9, los identificadores numéricos (es decir, el "1" en "DH 1ª fusión 1") indican los números de los picos en las trazas de DSC desde las temperaturas de fusión más bajas a las más altas. Se observará que los diversos componentes presentan sus puntos de fusión en las mezclas a las temperaturas típicas para su química, es decir, FEP a aproximadamente 255-260 °C, PFA a aproximadamente 312-314 °C, LPTFE a aproximadamente 324-328 °C, y HPTFE a aproximadamente 330-340 °C.

5

Tabla 10

Exp. n.º	Datos de DSC del pico de fusión										
	fusión 1	fusión 4	fusión 5	fusión 6	min Fusión	DH fusión 1	DH fusión 4	DH fusión 5	DH fusión 6	DH fusión total	
1	233,9	285,5	.	301,8	233,9	7,38	5,19	.	17,60	30,17	
2	233,2	288,1	.	297,1	233,2	5,99	16,82	.	5,35	28,16	
3	232,9	285,2	.	305,5	232,9	3,47	6,69	.	28,42	38,59	
4	234,9	285,0	.	307,6	234,9	2,76	4,13	.	28,26	35,15	
5	232,8	285,9	.	303,6	232,8	5,55	25,58	.	7,56	38,70	
6	236,1	284,7	.	309,6	236,1	1,47	3,47	.	35,67	40,61	
7	233,0	285,8	.	305,2	233,0	5,72	31,87	.	8,33	45,92	
8	236,1	284,6	.	309,3	236,1	0,62	4,69	.	42,75	48,06	
9	235,8	283,6	.	311,1	235,8	2,75	4,22	.	42,51	49,48	
10	235,5	.	292,3	306,7	235,5	1,56	.	38,19	7,82	47,57	
11	.	.	.	315,8	315,8	.	.	.	70,48	70,48	
12	238,3	.	.	309,6	238,3	0,56	.	.	58,42	58,98	
13	.	.	.	315,1	315,1	.	.	.	73,27	73,27	
14	.	.	.	314,6	314,6	.	.	.	69,54	69,54	
15	.	.	.	311,2	311,2	.	.	.	64,61	64,61	
16	.	.	.	314,5	314,5	.	.	.	61,30	61,30	
17	.	.	.	315,4	315,4	.	.	.	69,39	69,39	
18	234,3	.	291,3	303,1	234,3	4,09	.	8,75	16,18	29,02	
19	.	.	.	314,9	314,9	.	.	.	64,29	64,29	
20	.	.	.	315,1	315,1	.	.	.	60,87	60,87	
21	.	.	.	315,2	315,2	.	.	.	62,29	62,29	
22	.	.	.	311,7	311,7	.	.	.	45,56	45,56	
23	.	.	292,2	311,4	292,2	.	.	4,82	39,06	43,88	
24	.	.	.	314,9	314,9	.	.	.	69,22	69,22	
25	.	.	.	314,6	314,6	.	.	.	54,55	54,55	
26	.	.	.	314,5	314,5	.	.	.	52,11	52,11	
27	.	.	.	314,3	314,3	.	.	.	57,20	57,20	
28	.	.	.	314,6	314,6	.	.	.	60,72	60,72	
29	238,7	.	291,5	306,8	238,7	1,78	.	8,55	20,05	30,38	
30	241,5	.	293,1	309,9	241,5	0,79	.	6,68	30,29	37,76	
31	.	.	.	311,7	311,7	.	.	.	45,56	45,56	
32	.	.	.	313,0	313,0	.	.	.	44,43	44,43	
33	.	.	.	313,6	313,6	.	.	.	47,63	47,63	
34	.	.	.	311,1	311,1	.	.	.	38,02	38,02	
35	234,3	.	.	311,1	234,3	13,92	.	.	.	13,92	
36	232,3	286,7	.	311,1	232,3	6,61	16,10	.	.	14,89	
37	.	281,7	.	311,1	281,7	.	16,12	.	.	16,12	
38	.	284,8	.	309,9	284,8	.	8,60	.	32,45	41,05	
39	232,4	.	.	313,5	232,4	7,47	.	.	46,94	54,41	
40	239,0	.	.	313,5	239,0	5,74	.	.	43,94	49,68	
41	234,3	.	291,3	303,1	234,3	4,09	.	8,75	16,18	29,02	

Tabla 11

Datos de DSC para la 2ª fusión							
Exp. n.º	2ª fusión 1	2ª fusión 2	2ª fusión 3	2ª fusión 4	2ª fusión 6	2ª fusión 7	min 2ª fusión
1	255,4	.	.	301,1	.	322,0	255,4
2	254,0	.	.	304,9	.	319,2	254,0
3	263,8	.	.	302,3	.	326,9	263,8
4	255,6	.	.	301,1	.	326,6	255,6
5	254,7	.	.	303,7	.	323,2	254,7
6	258,0	.	.	300,7	.	327,2	258,0
7	257,8	.	.	305,8	.	324,6	257,8
8	254,3	.	.	302,1	.	324,7	254,3
9	266,4	.	.	301,0	.	328,8	266,4
10	255,9	.	.	305,1	.	325,5	255,9
11	331,5	331,5
12	318,8	327,2	318,8
13	329,9	329,9
14	329,3	329,3
15	327,8	327,8
16	330,2	330,2
17	328,7	328,7
18	258,7	.	.	306,9	.	320,8	258,7
19	330,4	330,4
20	330,3	330,3
21	329,2	329,2
22	327,5	327,5
23	.	.	.	308,0	.	328,3	308,0
24	329,9	329,9
25	29,6	29,6
26	329,8	329,8
27	329,0	329,0
28	330,0	330,0
29	.	276,7	.	305,3	.	323,2	276,7
30	.	279,7	.	304,0	.	327,3	279,7
31	327,5	327,5
32	327,9	327,9
33	328,5	328,5
34	325,5	325,5
35	257,5	257,5
36	252,9	.	.	309,4	.	.	252,9
38	.	.	.	302,3	.	326,3	302,3
39	256,7	329,9	256,7
40	267,3	328,8	267,3
41	258,7	.	.	306,9	.	320,8	258,7

Exp. n.º	DH 2ª fusión 1	DH 2ª fusión 2	DH 2ª fusión 3	DH 2ª fusión 4	DH 2ª fusión 6	DH 2ª fusión 7	2ª DH total
1	5,37	.	.	6,12	.	16,97	28,46
2	7,73	.	.	6,12	.	16,75	30,60
3	1,32	.	.	6,02	.	42,13	49,47
4	4,61	.	.	5,90	.	28,35	38,86
5	3,66	.	.	7,48	.	25,22	36,36
6	1,85	.	.	4,50	.	35,10	41,45
7	1,43	.	.	6,26	.	31,63	39,32
8	4,12	.	.	7,25	.	28,06	39,43
9	2,16	.	.	5,48	.	42,27	49,92
10	5,49	.	.	6,11	.	39,05	50,65
11	69,35	69,35
12	11,29	43,07	54,36
13	70,83	45,53
14	67,39	22,46
15	64,65	64,65
16	56,41	56,41
17	66,42	66,42

Exp. n.º	DH 2ª fusión 1	DH 2ª fusión 2	DH 2ª fusión 3	DH 2ª fusión 4	DH 2ª fusión 6	DH 2ª fusión 7	2ª DH total
18	5,69	.	.	8,29	.	18,69	32,67
19	70,43	70,43
20	62,05	62,05
21	61,14	61,14
22	52,38	52,38
23	.	.	.	9,27	.	39,24	48,51
24	59,75	59,75
25	51,03	51,03
26	53,57	53,57
27	53,96	53,96
28	63,19	63,19
29	.	5,62	.	8,69	.	17,94	32,25
30	.	6,78	.	4,85	.	32,27	43,90
31	52,38	52,38
32	41,25	41,25
33	43,76	43,76
34	31,20	12,48
35	14,18	14,18
36	7,02	.	.	15,23	.	.	14,59
38	.	.	.	12,82	.	31,29	44,11
39	6,52	43,86	50,38
40	2,67	41,39	44,06
41	29,02	5,69	.	8,29	.	18,69	32,67

En las Tablas 10 y 11, los identificadores numéricos (es decir, El "1" en "Fusión 1" y "2ª fusión 1" y "DH 2ª fusión 1") indican los números de los picos en las trazas de DSC desde las temperaturas de fusión más bajas hasta las más altas.

5 Sin embargo, los datos de las Tablas 10 y 11 revelan que en el caso de las mezclas de 4 componentes, después de la primera fusión muchos de los componentes prácticamente pierden su firma térmica y, en particular, bajos los puntos de fusión asociados a FEP prácticamente se pierden para 3 de las cuatro mezclas de 4 componentes que se muestran, es decir, los experimentos 22, 23 y 31. Para dos de estas mezclas, el pico de fusión del PFA también está prácticamente ausente, es decir, experimentos 22 y 31 y los datos de fusión solo revelan 1 pico de fusión de estos materiales. Este comportamiento se refleja por los picos de refusión que se muestran en la Tabla 11. En esencia, después de la primera fusión prácticamente todo lo que queda en la fusión y la refusión es un pico a una temperatura que normalmente se asocia al PTFE. Esto es bastante notable puesto que, en el caso del Experimento 22, por ejemplo, el 36 % en peso de la formulación es bien FEP o bien PFA que están asociados a puntos de fusión mucho más bajos.

20 Se cree que los datos térmicos presentados por las mezclas de 4 componentes son indicativos de la mezcla amplia e íntima de los diversos componentes que da lugar a la formación de una aleación de tipo polímero fluorado. Estas formulaciones también se asocian a una combinación sin precedentes de brillo, ángulo de contacto en agua, y dureza, que se ilustra por los datos normalizados de la Tabla 8.

25 A este respecto, los datos de la Tabla 8 anterior muestran que las 4 mezclas de componentes, es decir, experimentos 22, 23, 30 y 31, están asociadas a los valores más altos de las variables compuestas que incluyen (AC, Brillo, Dureza) Norm y (refusión, AC, Brillo, dureza) Norm. Estas formulaciones imbuirán a los sistemas de recubrimiento que las emplean con propiedades deseables, basándose en estas características, como se ha demostrado mediante otros Ejemplos en el presente documento.

30 Los ejemplos de gráficos de DSC reales de algunos Experimentos de las Tablas 8-10 se proporcionan en las Figs. 1-18 y se resumen en la Tabla 12 a continuación.

Tabla 12

Mezclas de varios polímeros fluorados con los gráficos de DSC mostrados en las Figuras (1-18)									
Exp. n.º	Tipo de mezcla	n.º de picos 1ª fusión	Min 1ª fusión °C	n.º de picos de fusión	Min Fusión °C	n.º de picos de refusión	Min refusión °C	Fig. n.º (1ª fusión y Fusión)	Fig. n.º (2ª fusión)
3	FLP	3	261,2	3	232,9	3	263,8	9	10
22	FLPH	4	260,4	3	311,7	3	327,5	7	8
23	FLPH	4	259,1	2	292,2	2	308,0	3	4

Exp. n.º	Tipo de mezcla	n.º de picos 1ª fusión	Min 1ª fusión °C	n.º de picos de fusión	Min Fusión °C	n.º de picos de refusión	Min refusión °C	Fig. n.º (1ª fusión y Fusión)	Fig. n.º (2ª fusión)
29	FPH	3	259,5	3	238,7	3	276,7	13	14
30	FLPH	4	260,1	3	241,5	3	279,7	5	6
31	FLPH	4	260,4	1	311,7	1	327,5	1	2
38	LPH	3	314,0	2	284,8	2	302,3	15	16
39	LFH	3	259,3	2	232,4	2	256,7	17	18
41	FPH	3	259,6	3	234,3	3	258,7	11	12

Un examen más detallado de estos gráficos revela que, en la mayoría de los casos, las trazas de picos menores asociadas a PFA y FEP se pueden encontrar incluso para las mezclas de 4 componentes durante la fusión y refusión, a excepción del Experimento 31 (Figuras 6-7). Sin embargo, para las mezclas de 4 componentes en general, estos picos menores son muy pequeños (y ausentes en el Experimento 31), lo que indica que estos componentes de alguna manera se han asociado en gran medida al PTFE presente en la mezcla. Como se ha mencionado anteriormente, se ha encontrado que estas mezclas presentan propiedades excepcionales, como se muestra en la Tabla 12 anterior.

10 La Tabla 12B resume las mezclas de 4 componentes que produjeron propiedades deseables como se desprende de los valores máximos observados de (Refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm.

Tabla 12B

Exp. n.º	LPTFE	FEP	PFA	HPTFE	BRILLO	Ángulo de contacto (AC)	LÁPIZ	(AC, Brillo, Dureza) Norm	(refusión, AC, Brillo, Dureza) Norm
31	0,24	0,08	0,08	0,6	55,1	136,39	4	0,82	0,85
22	0,24	0,18	0,18	0,4	48,4	138,65	2,7	0,76	0,81
23	0,36	0,12	0,12	0,4	44,9	139,02	4,4	0,81	0,79
26	0,4	0	0	0,6	54,5	133,43	0,1	0,62	0,71
30	0,16	0,12	0,12	0,6	51,7	134,05	3	0,73	0,65
21	0,6	0	0	0,4	54,3	134,71	-3	0,5	0,62
20	0,6	0	0	0,4	48,4	135,48	-3	0,48	0,61
3	0,4	0,3	0,3	0	54,2	131,65	3,3	0,73	0,6
4	0,4	0,3	0,3	0	66,7	129,12	3	0,75	0,6
19	0,6	0	0	0,4	52	132,03	-3	0,46	0,59

15 De la Tabla 12B se puede observar que las mezclas de 4 componentes seleccionados contienen el 16-60 % de LPTFE, 1-30 % de FEP, 1-30 % de PFA y 1-60 % de HPTFE o, más en particular, 16-60 % de LPTFE, 8-18 % de FEP, 8-18 % de PFA y 40-60 % de HPTFE.

El Experimento 31 es una notable combinación de brillo, ángulo de contacto y dureza altos.

20 Ejemplo 3

Composiciones de recubrimiento y aplicación a un sustrato flexible, por ejemplo, tejido de vidrio

25 En este Ejemplo, las composiciones de recubrimiento se prepararon a partir de polímeros fluorados mezclados, que incluyen HPTFE, LPTFE, y dos MPF químicamente diferentes. Estas composiciones de recubrimiento se revistieron sobre tejido de vidrio sobre capas de base y/o capas intermedias, y los sistemas de recubrimiento resultantes se analizaron para la resistencia a la abrasión, las propiedades de liberación, y otras propiedades en los Ejemplos restantes.

30 Las formulaciones de la capa de base y las capas intermedias se exponen en las Tablas 13A y 13B, respectivamente, y se expresan como fracciones de peso en mojado mientras que los componentes de la cubierta, indicados en la Tabla 13C, se expresan como fracciones de peso seco, con una cubierta aplicada en cada recubrimiento.

35

Tabla 13

Recubrimiento n.º	Sustrato	Grado del sustrato	HPTFE	Agua	Sólidos	N.º de pasadas
-------------------	----------	--------------------	-------	------	---------	----------------

ES 2 605 557 T3

Formulaciones de la capa de base						
Recubrimiento n.º	Sustrato	Grado del sustrato	HPTFE	Agua	Sólidos	N.º de pasadas
F (Controles A-D)	Tejido de vidrio	2116	0,5	0,5	30	2
F (1) - F (44)	Tejido de vidrio	2116	0,5	0,5	30	2

Tabla 13B

Formulaciones de la capa intermedia				
Recubrimiento n.º	HPTFE	Agua	Sólidos	N.º de pasadas
F (Controles A-D)	0,92	0,08	50	2
F (1) - F (44)	0,92	0,08	50	2

Tabla 13C

Formulaciones de la cubierta								
Recubrimiento n.º	Capa de base	Capa intermedia	HPTFE	PFA	FEP	LPTFE	Brillo	Peso del recubrimiento
F (Control A)	PTFE	PTFE	1	0	0	0	20,6	248
F (Control B)	PTFE	PTFE	1	0	0	0	15,8	280
F (Control C)	PTFE	PTFE	0	1	0	0	7,8	307
F (Control D)	PTFE	PTFE	0	0	0	1	18,9	293
F (1)	PTFE	PTFE	0,6	0,08	0,08	0,24	41,98	295
F (2)	PTFE	PTFE	0,4	0,18	0,18	0,24	31,29	291
F (3)	PTFE	PTFE	0,4	0,12	0,12	0,36	25,63	291
F (4)	PTFE	PTFE	0,6	0,12	0,12	0,16	44,08	290
F (5)	PTFE	PTFE	0,74	0,04	0,18	0,04	44,23	290
F (6)	PTFE	PTFE	0,662	0,118	0,18	0,04	39	290
F (7)	PTFE	PTFE	0,6	0,217	0,063	0,12	38,18	289
F (8)	PTFE	PTFE	0,84	0,1	0,02	0,04	41,38	292
F (9)	PTFE	PTFE	0,84	0,04	0,02	0,1	42,82	291
F (10)	PTFE	PTFE	0,701	0,122	0,137	0,04	41,83	289
F (11)	PTFE	PTFE	0,6	0,04	0,13	0,23	40,35	289
F (12)	PTFE	PTFE	0,749	0,193	0,02	0,04	42,9	290
F (13)	PTFE	PTFE	0,64	0,04	0,02	0,3	42,38	289
F (14)	PTFE	PTFE	0,666	0,04	0,07	0,224	43,05	290
F (15)	PTFE	PTFE	0,699	0,04	0,136	0,124	45,95	290
F (16)	PTFE	PTFE	0,675	0,115	0,02	0,19	44,22	294
F (17)	PTFE	PTFE	0,674	0,214	0,072	0,04	44,83	294
F (18)	PTFE	PTFE	0,77	0,04	0,075	0,115	46,43	298
F (19)	PTFE	PTFE	0,6	0,162	0,02	0,218	42,8	294
F (20)	PTFE	PTFE	0,6	0,04	0,18	0,18	45,25	297
F (21)	PTFE	PTFE	0,6	0,106	0,067	0,227	44,22	294
F (22)	PTFE	PTFE	0,84	0,04	0,02	0,1	49,42	292
F (23)	PTFE	PTFE	0,668	0,196	0,02	0,116	46,42	297
F (24)	PTFE	PTFE	0,6	0,08	0,02	0,3	42,02	297
F (25)	PTFE	PTFE	0,748	0,115	0,02	0,117	48,28	299
F (26)	PTFE	PTFE	0,6	0,28	0,02	0,1	43,7	298
F (27)	PTFE	PTFE	0,66	0,04	0,18	0,12	46,57	300
F (28)	PTFE	PTFE	0,84	0,04	0,08	0,04	52,08	299
F (29)	PTFE	PTFE	0,707	0,04	0,02	0,233	42,33	296
F (30)	PTFE	PTFE	0,774	0,113	0,073	0,04	49,92	293
F (31)	PTFE	PTFE	0,84	0,04	0,08	0,04	51,55	295
F (32)	PTFE	PTFE	0,765	0,04	0,02	0,175	47,65	295
F (33)	PTFE	PTFE	0,6	0,18	0,18	0,04	46,37	296
F (34)	PTFE	PTFE	0,6	0,28	0,08	0,04	46,38	296
F (35)	PTFE	PTFE	0,66	0,28	0,02	0,04	47,98	292
F (36)	PTFE	PTFE	0,74	0,04	0,18	0,04	50,82	296
F (37)	PTFE	PTFE	0,6	0,134	0,134	0,132	43,42	295
F (38)	PTFE	PTFE	0,64	0,04	0,02	0,3	41,92	293
F (39)	PTFE	PTFE	0,6	0,216	0,144	0,04	47,12	295
F (40)	PTFE	PTFE	0,6	0,107	0,18	0,113	45,02	298
F (41)	PTFE	PTFE	0,6	0,28	0,08	0,04	44,5	298

Formulaciones de la cubierta								
Recubrimiento n.º	Capa de base	Capa intermedia	HPTFE	PFA	FEP	LPTFE	Brillo	Peso del recubrimiento
F (42)	PTFE	PTFE	0,84	0,1	0,02	0,04	51,17	298
F (43)	PTFE	PTFE	0,66	0,28	0,02	0,04	46,58	300
F (44)	PTFE	PTFE	0,6	0,04	0,06	0,3	39,9	301

Los componentes de polímero fluorado de las cubiertas eran los siguientes:

PTFE (HPTFE) - Daikin D310, sólidos = 60 %.

PFA - du Pont PFA TE7224, Lote n.º 0804330005, sólidos = 58,6 %).

FEP - du Pont FEP TE9568, sólidos = 54,0 %).

LPTFE - SFN-D, Chenguang, excepto por que la cubierta F (45) se preparó con micropolvo Dyneon 9207 TF PTFE.

Todas las composiciones de recubrimiento se mezclaron usando un mezclador convencional a cizallamiento medio durante 5-7 minutos. Todos los recubrimientos mixtos se aplicaron a tejido de vidrio en el laboratorio utilizando bares de extracción. Los grados del sustrato de tejido de vidrio se exponen en la Tabla 12A anterior, producido por PD Interglas o Porcher Industries. El sustrato revestido se somete a calentamiento súbito en un horno de campana de laboratorio a 260 °C (500 °F) durante 2 minutos seguido de curado en un horno de campana de laboratorio a 400 °C (752 °F) durante minutos.

El F (Control) A era un producto convencional producido utilizando dispersiones de PTFE convencional por AFC (Advanced Flexible Composites) y no se aplicaron modificaciones o recubrimientos adicionales a esta muestra. La capa de base, la capa intermedia y el PTFE de la cubierta de las muestras de control eran todas dispersiones de PTFE convencional. F (Control B, C y D) eran productos convencionales producidos utilizando dispersiones de PTFE convencional de AFC (Advanced Flexible Composites) con una cubierta adicional tal como se detalla en la Tabla 13C.

Ejemplo 3A

Determinación de la rugosidad, el brillo y el ángulo de contacto

En este Ejemplo, se determinó la rugosidad, el brillo, y el ángulo de contacto de los recubrimientos. Los protocolos de ensayo son los siguientes.

Rugosidad. Se utilizó un detector de rugosidad superficial de tipo pluma equipado con un analizador que proporciona el trazado de la superficie según la norma EN ISO 13565, como el siguiente: detector de rugosidad y analizador de superficie Mitutoyo SurfTest 402, disponible en Mitutoyo Canadá, 2121 Meadowvale Blvd, Mississauga, Toronto, Ontario, EN L5N 5N 1, y el detector y analizador de rugosidad de superficie Perthometer M2P/M3P/M4P (Mahr GmbH - Carl-Mahr-Str.1, D-37073 Göttingen, Alemania). Estos instrumentos miden el Ra (desviación media aritmética del perfil de rugosidad, medido en µm) y el Pc (recuento de pico). El procedimiento es el siguiente. En primer lugar, preparar la muestra a medir. Debido a la configuración de la mayoría de los detectores, esto puede requerir el corte de la muestra para obtener una superficie plana accesible para el detector. Establecer el intervalo de rugosidad del detector al nivel justo por encima de la rugosidad que se espera medir. Establecer la longitud del trazo, la ampliación de escala y las unidades de medida (inglesas o métricas). Calibrar el detector de acuerdo con las instrucciones del fabricante, utilizando un patrón de referencia conocido. De la misma manera, medir la rugosidad de la superficie de la muestra. Realizar al menos 6 mediciones.

Brillo. Las mediciones del brillo se obtuvieron con un medidor de brillo Miniglossmeter 110V 20 °-60 °, disponible en Sheen Instruments, en un ángulo de 60 °. El medidor de brillo se ajustaba a las normas siguientes: BS3900/D5, DIN EN ISO 2813, DIN 67530, EN ISO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064, TAPPI T 480. Las unidades de medida se expresan como % de reflectancia.

Ángulo de contacto. El ángulo de contacto se midió por una gota de agua y se expresa en grados, como se determina de acuerdo con la norma ASTM D7334-08 utilizando el sistema " Drop Shape Analysis" (DSA10), disponible en Kruss GmbH de Hamburgo, Alemania, de acuerdo con la Relación de Young.

Los resultados se exponen en la Tabla 14 a continuación:

Tabla 14

Rugosidad, brillo y ángulo de contacto			
Fórmula	RA	Brillo	AC en agua

ES 2 605 557 T3

Rugosidad, brillo y ángulo de contacto			
Fórmula	RA	Brillo	AC en agua
F (Control A)	2,42	20,6	.
F (Control B)	1,37	15,8	.
F (Control C)	2,79	7,8	.
F (Control D)	0,77	18,9	.
F (1)	0,7	41,98	.
F (2)	0,58	31,29	.
F (3)	0,6	25,63	.
F (4)	0,48	44,08	.
F (5)	0,47	44,23	.
F (6)	0,49	39	104,88
F (7)	0,41	38,18	100,86
F (8)	0,45	41,38	104,93
F (9)	0,54	42,82	105,4
F (10)	0,48	41,83	101,97
F (11)	0,52	40,35	107,71
F (12)	0,5	42,9	106,71
F (13)	0,5	42,38	104,11
F (14)	0,53	43,05	104,69
F (15)	0,51	45,95	104,3
F (16)	0,49	44,22	104,26
F (17)	0,63	44,83	103,27
F (18)	0,52	46,43	107,57
F (19)	0,48	42,8	107,5
F (20)	0,51	45,25	103,38
F (21)	0,54	44,22	104,75
F (22)	0,66	49,42	105,36
F (23)	0,64	46,42	104,82
F (24)	0,63	42,02	107,07
F (25)	0,56	48,28	104,85
F (26)	0,49	43,7	102,88
F (27)	0,65	46,57	105,8
F (28)	0,4	52,08	113,81
F (29)	0,54	42,33	106,04
F (30)	0,48	49,92	112,42
F (31)	0,52	51,55	103,38
F (32)	0,44	47,65	106,37
F (33)	0,45	46,37	109,3
F (34)	0,55	46,38	109,54
F (35)	0,51	47,98	109,49
F (36)	0,45	50,82	108,84
F (37)	0,49	43,42	106,58
F (38)	0,47	41,92	110,26
F (39)	0,54	47,12	107,65
F (40)	0,6	45,02	108,77
F (41)	0,61	44,5	107,11
F (42)	0,44	51,17	113,48
F (43)	0,5	46,58	111,26
F (44)	0,49	39,9	108,15

Los resultados de la Tabla 14 anterior muestran una mejora significativa en la suavidad, un aumento en el brillo, y un aumento en el ángulo de contacto en agua sobre las cubiertas de control para composiciones de recubrimiento preparadas de conformidad con la primera y segunda formas de realización de la presente invención cuando se aplica a sustratos de vidrio flexibles.

5

Ejemplo 3B

Ensayo de abrasión oscilante

10

Se llevó a cabo un ensayo de abrasión oscilante (EAO) sobre cada recubrimiento bajo el protocolo de ensayo que se expone al final de este Ejemplo. Los resultados se exponen en la Tabla 15 a continuación:

Tabla 15

Ensayo de abrasión oscilante (EAO)		
Fórmula	EAO inicial ambiente	EAO ambiente al 10 %
F (Control A)	2000	4000
F (Control B)	2000	5000
F (Control C)	9000	14000
F (Control D)	5000	11000
F (1)	9000	13000
F (2)	10000	15000
F (3)	6000	11000
F (4)	6000	9000
F (5)	5000	10000
F (6)	6000	9000
F (7)	8000	12000
F (8)	16000	20000
F (9)	7000	11000
F (10)	12000	17000
F (11)	12000	17000
F (12)	5000	8000
F (13)	10000	14000
F (14)	4000	9000
F (15)	17000	22000
F (16)	6000	10000
F (17)	8000	15000
F (18)	6000	8000
F (19)	5000	9000
F (20)	8000	10000
F (21)	5000	8000
F (22)	4000	8000
F (23)	8000	17000
F (24)	6000	11000
F (25)	6000	11000
F (26)	6000	9000
F (27)	13000	16000
F (28)	9000	19000
F (29)	6000	11000
F (30)	7000	12000
F (31)	3000	8000
F (32)	6000	11000
F (33)	5000	10000
F (34)	8000	13000
F (35)	15000	22000
F (36)	10000	14000
F (37)	10000	17000
F (38)	3000	5000
F (39)	3000	6000
F (40)	3000	6000
F (41)	6000	9000
F (42)	9000	11000
F (43)	14000	20000
F (44)	4000	10000

Los resultados de la tabla anterior muestran que existe una mejora de hasta el 300 % en la resistencia a la abrasión lineal sobre la cubierta de control A, con las cubiertas preparadas de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención cuando se aplica a sustratos de vidrio flexibles.

5

Ensayo de abrasión oscilante (EAO).

El ensayo de abrasión oscilante se realizó basándose en el protocolo completo que se indica a continuación con las siguientes modificaciones: (1) las muestras revestidos se analizaron hasta una exposición del 10 % del sustrato; (2) se llevó a cabo el ensayo usando un peso de 3 kg a temperatura ambiente; y (3) las esponjas Scotchbrite® 3M (7447) se cambian cada 1000 ciclos.

10

El protocolo de ensayo completo es el siguiente:

Ámbito de aplicación. Este ensayo mide la resistencia de los recubrimientos a la abrasión por una esponja Scotch-Brite alternativa. El ensayo somete al recubrimiento a la abrasión con un movimiento de ida y vuelta. El ensayo es una medida de la vida útil de los recubrimientos que se han sometido a lavado y otras formas de daño similares causadas por la limpieza. TM 135C es específico de un aparato de ensayo construido por Whitford Corporation de West Chester, PA. Sin embargo, es aplicable a métodos de ensayo similares, tales como el descrito en la Norma Británica 7069-1988.

Equipos y Materiales.

(1) Una máquina de ensayo capaz de albergar una esponja abrasiva Scotch-Brite de un tamaño específico a la superficie a analizar con una fuerza fija y capaz de mover la esponja con un movimiento de ida y vuelta (oscilante) sobre una distancia de 10-15 cm (4 a 6 pulgadas). La fuerza y el movimiento se aplican por medio del lápiz pesado en caída libre. La máquina debe estar equipada con un contador, preferentemente uno que se pueda ajustar para que se apague después de un número determinado de ciclos.

(2) Las esponjas Scotch-Brite de abrasividad necesaria se cortan a la medida requerida. Las esponjas Scotch-Brite están fabricadas por 3M Company, Abrasive Systems Division, St Paul, MN 55144-1000. Las esponjas vienen en grados con diferentes niveles de abrasividad de la siguiente manera:

Más bajo -7445, 7448, 6448, 7447, 6444, 7446, 7440, 5440 - Más alto

Las esponjas Scotch-Brite se pueden utilizar a temperaturas de hasta 150 °C (300 °F). Se pueden utilizar esponjas equivalentes.

(3) Una placa caliente para calentar las muestras de ensayo. (Opcional)

(4) Una solución de detergente o aceite para realizar el ensayo con un líquido. (Opcional)

Procedimiento.

Antes de empezar el ensayo, se debe definir el punto final. Por lo general, se define el punto final, cuando se ha expuesto una cierta cantidad de sustrato. Sin embargo, el punto final se puede definir como un número dado de trazos incluso si no se ha expuesto el sustrato. Los presentes inventores utilizan una exposición del 10 % de sustrato sobre el área desgastada como definición convencional del punto final. Se pueden utilizar otros puntos finales.

Asegurar la pieza a analizar bajo de la esponja oscilante. La pieza debe estar firmemente sujeta con tornillos, grapas o cinta adhesiva. La pieza debe ser lo más plana posible y lo suficientemente larga para que la esponja no se salga por un borde. En primer lugar se desgastarán las protuberancias en la superficie, y un borde saliente puede desgarrar la esponja y causar arañazos prematuros y un resultado falso.

Cortar un pedazo de Scotch Brite de la abrasividad necesaria al tamaño exacto del "pie" de la pluma. Los presentes inventores utilizan el Grado 7447 como patrón, y el "pie" de la pluma sobre la máquina de ensayo es de 5 cm (2 pulgadas) de diámetro. Colocar la esponja en la parte inferior del "pie". La esponja Scotch-Brite se fija al "pie" por medio de una pieza de "Velcro" pegada a la parte inferior del pie.

Si la máquina tiene una longitud de trazo ajustable, ajustar la longitud requerida. Los presentes inventores utilizan una longitud de trazo de 10 cm (4 pulgadas) como patrón. Bajar la esponja sobre la superficie de la pieza a analizar. Asegurarse de que el peso está completamente libre. Los presentes inventores utilizaron un peso 3,0 kg como patrón, pero esto se puede variar.

Si la máquina está equipada con un contador, ajustar el contador a la cantidad requerida de trazos. Un trazo es un movimiento en una sola dirección. Si la máquina no tiene un contador automático, se debe vigilar el contador de manera que la máquina se pueda apagar en el momento adecuado. La máquina se detiene en varios intervalos para cambiar la esponja abrasiva. La abrasividad de la esponja cambia (por lo general se vuelve menos eficaz) a medida que la esponja se llena de desechos. Los presentes inventores cambian las esponjas a intervalos de 1000 trazos. Un millar de trazos es el intervalo preferido entre los cambios de esponjas.

Iniciar la máquina de ensayo. Permitir que funcione hasta que se alcanza un punto final o hasta que se alcanza un número requerido de trazos antes de cambiar la esponja.

Inspeccionar la pieza de ensayo cuidadosamente al principio y al final de cada puesta en marcha. A medida que se aproxime el punto final, el sustrato comenzará a aparecer a través del recubrimiento. Cuando se está cerca del punto final, observar la pieza de ensayo constantemente. Parar la máquina cuando se haya alcanzado el punto final.

Evaluación.

Registre lo siguiente para la máquina de ensayo:

1. Grado y el tamaño de la esponja Scotch-Brite.

- 2. Carga sobre la pluma
- 3. Número de trazos entre cambios de esponjas.
- 4. Longitud del trazo.
- 5. Definición de punto final.
- 5 6. Número de trazos hasta el punto final.

Los ensayos duplicados ofrecen una mayor fiabilidad. Indicar si el punto final es un resultado individual o el promedio de varios resultados.

10 Registrar la descripción del recubrimiento, el espesor de la película, y la preparación del sustrato y la superficie.

Si el ensayo se realiza a un número determinado de trazos, registrar el número de trazos. Grabación de una descripción de la cantidad de desgaste, como por ciento de sustrato expuesto, o número de trazos a primera exposición sustrato. Opcionalmente, registrar el grosor y/o peso de la película antes y después del ensayo.

15 Si el ensayo se realiza a temperatura elevada, registrar la temperatura del ensayo. Si se realiza con un líquido, registrar los detalles del líquido.

20 Comentarios/Precauciones.

Se pueden utilizar ambos lados de una esponja Scotch-Brite. Las esponjas se deben cortar para que se ajusten con precisión el "pie". Bordes irregulares o puntos rugosos sobre la esponja darán resultados falsos. Las piezas de ensayo deben ser planas y libres de polvo u otras partículas. Este método de ensayo es similar al ensayo de abrasión que se describe en BS 7069: 1988, Apéndice A1. Cuando se analiza según la norma BS 7069, piezas de ensayo se sumergen en 50 cm³ de una solución de 5 g/litro de detergente para lavavajillas doméstico en agua. El ensayo tiene una duración de 250 ciclos con sustitución, cada 50 ciclos.

Ejemplo 3C

30 Ensayo de abrasión Taber oscilante

Se llevó a cabo un ensayo de abrasión Taber oscilante de acuerdo con la norma ASTM D3389 en las siguientes condiciones: (1) se completó el ensayo en un Taber 5135 Abraser utilizando el método de pérdida de peso; (2) se utilizaron ruedas elásticas Calibrase H-18 con una carga de 250 g en cada brazo del aparato de abrasión, y las ruedas se sacaron a la superficie cada 1000 ciclos; y (3) se calculó el índice de desgaste Taber como:
 TWI = (pérdida) de peso en mg/n.º de ciclos

Los ensayos Taber generalmente implican el montaje de una muestra (normalmente menos de 12,5 mm de espesor) a una plataforma giratoria que gira a una velocidad fija. Dos ruedas abrasivas, que se aplican a una presión específica, se bajan sobre la superficie de la muestra. A medida que la plataforma giratoria gira, las ruedas son accionadas por la muestra en direcciones opuestas en torno a un eje horizontal desplazado tangencialmente desde el eje de la muestra. Una rueda de abrasión frota la muestra hacia fuera, hacia la periferia, y la otra, hacia dentro, hacia el centro, mientras que un sistema de vacío elimina los residuos que se desprenden durante el ensayo.

45 Los resultados se exponen en la Tabla 16 a continuación:

Tabla 16
Ensayo de abrasión Taber oscilante

Fórmula	TWI 1000	TWI 2000	TWI 3000
F (Control A)	21	20	23
F (Control B)	11	10,5	10
F (Control C)	16	13,5	12,3
F (Control D)	27	20	18,3
F (1)	11	16,5	15,3
F (2)	8	15,5	16,3
F (3)	10	15,5	17,3
F (4)	20	23,5	19,3
F (5)	48	41,3	39
F (6)	33	48	47,1
F (7)	41	42,5	53,1
F (8)	23	29,5	28,7
F (9)	15	12,5	15,3
F (10)	26	28	31,3
F (11)	24	25	27
F (12)	50	27	24,3

Ensayo de abrasión Taber oscilante			
Fórmula	TWI 1000	TWI 2000	TWI 3000
F (13)	19	28	36
F (14)	20	23	30
F (15)	29	46,5	38,3
F (16)	24	26	35,3
F (17)	24	28	40,7
F (18)	25	23	32,7
F (19)	20	23	29,7
F (20)	23	22,5	29,7
F (21)	25	24	34
F (22)	30	20	26,3
F (23)	18	17	26,7
F (24)	20	16,5	28,7
F (25)	23	16,5	28
F (26)	16	16	27
F (27)	17	19,5	29,7
F (28)	37	22	27
F (29)	36	20	26,7
F (30)	46	24,5	30
F (31)	31	19,5	28
F (32)	138	107	.
F (33)	24	26	27,7
F (34)	13	21	24,7
F (35)	11	20,5	18
F (36)	39	24	24,3
F (37)	49	28	22
F (38)	15	25	24
F (39)	15	23	22
F (40)	15	22,5	20,3
F (41)	23	24,5	20
F (42)	25	27	24,7
F (43)	32	27	25
F (44)	31	34	30,7

5 Los resultados de la Tabla 16 anterior muestran que existe una reducción en el Índice de desgaste de Taber con las cubiertas fabricadas de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención cuando se aplican a sustratos de vidrio flexibles, lo que indica una mejora en la resistencia a la abrasión en dirección transversal sobre las cubiertas de control.

Ejemplo 3D

10 Ensayos de liberación de cocción

Se llevaron a cabo ensayos de liberación de cocción de acuerdo con los protocolos siguientes para masa para galletas, masa para pizza, pata de pollo y huevo. Los resultados se clasificaron de 1-5 (1- no se puede eliminar, 5- liberación excelente y no deja residuos y no mancha).

15 Masa para galletas. Una pequeña pieza redonda (aproximadamente 5 cm de diámetro) de masa colocada en posición central sobre el sustrato revestido y cocinada durante 12 minutos a 160 °C, se deja enfriar durante 5 minutos. Se evaluó la liberación, incluyendo la facilidad de liberación, residuos y manchas.

20 Masa para pizza. Una pequeña pieza redonda (aproximadamente 5 cm de diámetro) de masa colocada en posición central sobre el sustrato revestido y cocinada durante 12 minutos a 160 °C, se deja enfriar durante 5 minutos. Se evaluó la liberación, incluyendo la facilidad de liberación, los residuos y las manchas.

25 Pata de pollo. Una pata de pollo colocada en posición central sobre el sustrato revestido y cocinada durante 30 minutos a 225 °C, se deja enfriar durante 5 minutos. Se evaluó la liberación, incluyendo la facilidad de liberación, los residuos y las manchas.

Los resultados se exponen en la Tabla 17 a continuación:

Tabla 17

Ensayos de liberación de cocción			
Fórmula	Liberación de la galleta	Liberación de la pizza	Liberación del pollo
F (Control A)	3	3	2
F (Control B)	3	3	2
F (Control C)	3	3	3
F (Control D)	3	3	3
F (1)	4	4	3
F (2)	3	3	3
F (3)	3	3	3
F (4)	5	5	4
F (5)	4	5	4
F (6)	5	5	5
F (7)	5	5	5
F (8)	4	5	4
F (9)	4	4	4
F (10)	4	5	4
F (11)	5	5	5
F (12)	4	5	4
F (13)	5	5	5
F (14)	5	5	5
F (15)	4	4	3
F (16)	4	4	4
F (17)	5	5	4
F (18)	4	5	4
F (19)	4	5	4
F (20)	3	3	3
F (21)	4	4	3
F (22)	3	4	3
F (23)	3	4	3
F (24)	3	4	3
F (25)	3	3	2
F (26)	4	5	5
F (27)	3	4	4
F (28)	4	5	4
F (29)	5	5	5
F (30)	5	5	5
F (31)	3	3	2
F (32)	4	4	4
F (33)	3	4	3
F (34)	3	3	3
F (35)	4	5	5
F (36)	3	4	4
F (37)	3	3	3
F (38)	4	4	4
F (39)	4	4	3
F (40)	4	4	4
F (41)	3	4	3
F (42)	4	4	4
F (43)	4	3	3
F (44)	4	4	4

5 Los resultados de la tabla anterior muestran que hay una mejora en la liberación, una reducción de las manchas, y características de facilidad de limpieza para todos los tipos de alimentos analizados sobre cubiertas de control con las cubiertas fabricadas de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención cuando se aplica a sustratos de vidrio flexibles.

Ejemplo 3E

10 Ensayo de transmisión de luz

Se llevó a cabo un ensayo de transmisión de luz utilizando un fotómetro TES 1334, disponible en TES Electronic Corp, de Taipei, Taiwán. Las unidades de medida son lux (1x).

ES 2 605 557 T3

Las muestras se fijaron a un bastidor de 2 pulgadas en la parte delantera de una caja de luz y se midió la lectura pico. La transmisión de luz se expresa como porcentaje (%) que se obtiene dividiendo el valor 1x medido para una muestra revestida por el valor 1x medido para una muestra no revestida.

5 Los resultados se exponen en la Tabla 18 a continuación:

Tabla 18

Ensayo de transmisión de la luz	
Fórmula	Lectura - LUX
F (Control A)	1,47
F (Control B)	0,31
F (Control C)	1,41
F (Control D)	1,97
F (1)	1,85
F (2)	1,88
F (3)	2,03
F (4)	1,98
F (5)	2,44
F (6)	1,64
F (7)	1,94
F (8)	1,85
F (9)	1,92
F (10)	1,78
F (11)	2,04
F (12)	1,97
F (13)	2,07
F (14)	2,12
F (15)	2,64
F (16)	1,78
F (17)	2,03
F (18)	2,74
F (19)	2,28
F (20)	1,99
F (21)	2,08
F (22)	1,92
F (23)	1,78
F (24)	1,97
F (25)	2,05
F (26)	1,99
F (27)	2,15
F (28)	2,14
F (29)	1,91
F (30)	2,12
F (31)	1,84
F (32)	2,09
F (33)	1,84
F (34)	2,21
F (35)	2,04
F (36)	2,51
F (37)	2,13
F (38)	2,24
F (39)	1,92
F (40)	1,89
F (41)	2,01
F (42)	2,16
F (43)	1,88
F (44)	2,32

10 La Tabla 18 muestra que hay un aumento en la transmisión de luz frente a las cubiertas de control con las cubiertas preparadas de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención cuando se aplica a sustratos de vidrio flexibles.

ES 2 605 557 T3

Ejemplo 3F

Ensayo de adhesión

- 5 Se llevaron a cabo ensayos de adhesión bajo las siguientes condiciones: (1) se completó el ensayo en un tensiómetro Lloyd LRX; (2) se preparan muestras de 25 mm de ancho y 200 mm de longitud mediante el sellado de 2 tiras de tela con película de PFA (temperatura de 375 °C, 25 segundos).

- 10 El ensayo se lleva a cabo a una velocidad de 100 mm/min para una distancia de 25 mm. Se menciona una lectura promedio de 3 mediciones, y las unidades de medición son J.

Los resultados se exponen en la Tabla 19 a continuación:

Tabla 19
Ensayo de adhesión

Fórmula	Fuerza instantánea (J)	Fuerza cinética (J)
F (Control A)	5,87	3,11
F (Control B)	8,06	6,48
F (Control C)	6,92	5,75
F (Control D)	6,09	5,87
F (1)	.	.
F (2)	.	.
F (3)	8,22	3,82
F (4)	6,89	3,07
F (5)	7,26	6,46
F (6)	7,03	5,05
F (7)	7,08	5,00
F (8)	6,26	6,29
F (9)	7,46	3,23
F (10)	7,03	3,78
F (11)	7,57	6,62
F (12)	4,77	4,80
F (13)	6,59	6,37
F (14)	7,00	6,74
F (15)	7,14	6,03
F (16)	4,80	5,38
F (17)	4,02	4,51
F (18)	4,12	7,67
F (19)	6,84	5,31
F (20)	3,31	5,58
F (21)	4,36	2,29
F (22)	7,08	4,35
F (23)	6,07	6,25
F (24)	8,18	5,61
F (25)	7,57	4,17
F (26)	6,51	5,69
F (27)	4,77	4,95
F (28)	4,65	5,08
F (29)	4,52	3,72
F (30)	3,60	5,48
F (31)	7,11	4,02
F (32)	6,67	7,07
F (33)	7,49	2,28
F (34)	6,44	5,60
F (35)	3,15	3,33
F (36)	4,50	5,46
F (37)	7,38	4,39
F (38)	7,87	7,45
F (39)	7,42	4,21
F (40)	4,12	4,27
F (41)	5,95	6,97
F (42)	6,12	5,69
F (43)	5,52	4,90

Ensayo de adhesión		
Fórmula	Fuerza instantánea (J)	Fuerza cinética (J)
F (44)	5,48	3,60

5 Los resultados de la Tabla 19 muestran que las propiedades de adhesión de las cubiertas de control se mantenían o mostraban una ligera mejora en las presentes composiciones de recubrimiento cuando se aplica a sustratos de vidrio flexibles, lo que indica que la adición de las composiciones de recubrimiento no interfiere con la adhesión del recubrimiento al sustrato.

10 Finalmente, la Tabla 20 resume las 10 composiciones que produjeron propiedades globales deseables como cubiertas de tejido de vidrio que están clasificadas de mejor a peor; también se enumeran los cuatro controles; tienen propiedades globales significativamente peores.

Tabla 20
Formulaciones de 4 componentes seleccionados de cubierta de recubrimiento de tejido de vidrio con propiedades deseables

Exp. n.º	HPTFE	PFA	FEP	LPTE	Abrasión norm	Liberación norm	Propiedades de superficie norm	Lectura en LUX	Adhesión norm	Todo norm
F (11)	0,6	0,04	0,13	0,23	0,74	1	0,74	2,04	0,84	0,83
F (13)	0,64	0,04	0,02	0,3	0,64	1	0,66	2,07	0,72	0,76
F (14)	0,666	0,04	0,07	0,224	0,55	1	0,68	2,12	0,79	0,75
F (4)	0,6	0,12	0,12	0,16	0,62	1	0,89	1,98	0,44	0,74
F (8)	0,84	0,1	0,02	0,04	0,82	0,75	0,68	1,85	0,68	0,73
F (5)	0,74	0,04	0,18	0,04	0,45	0,75	0,9	2,44	0,79	0,72
F (28)	0,84	0,04	0,08	0,04	0,71	0,75	1	2,14	0,41	0,72
F (30)	0,774	0,113	0,073	0,04	0,58	1	0,94	2,12	0,34	0,71
F (38)	0,64	0,04	0,02	0,3	0,52	0,5	0,82	2,24	0,94	0,7
F (1)	0,6	0,08	0,08	0,24	0,75	0,5	0,32	1,85		0,69
F (Control C)	0	0	0	1	0,63	0,17	0,55	1,97	0,62	0,49
F (Control B)	1	0	0	0	0,61	0	0,39	0,31	0,87	0,47
F (Control D)	0	1	0	0	0,78	0,17	0	1,41	0,69	0,41
F (Control A)	1	0	0	0	0,51	0	0,22	1,47	0,35	0,27

A partir de la Tabla 20, es evidente que estas mezclas de polímero fluorado de 4 componentes seleccionados para un recubrimiento de tejido de vidrio que contienen el 60-84 % de HPTFE, 4-12 % de PFA, 2-18 % de FEP y 4-30 % de LPFFE producen las propiedades más deseables.

Ejemplo 4

Mezclas de múltiples componentes con resinas de ingeniería

5 En este ejemplo, se prepararon cubiertas de bobina y se aplicaron sobre recubrimientos de base de bobina convencionales ("capas de base") a sustratos rígidos en forma de paneles ECCS (Hi-Top Steel). Las cubiertas formuladas de acuerdo con la presente invención se evaluaron frente a las cubiertas de control.

A. Descripción de la capa de base.

10 Es bien conocido en la técnica que los sistemas a base de disolventes de poliéter sulfona se pueden preparar mediante la disolución de un polímero PES granular, tal como RADEL A-704P, disponible en Advanced Polymers LLC en una mezcla de NMP/disolvente. La solución de PES se puede formular entonces en una capa de base mediante la adición de diversas composiciones.

15 Las formulaciones de cubierta se revistieron sobre una de las cuatro capas de base (capa de base A, capa de base B, capa de base C o capa de base D), que se prepararon como se describe más arriba y se formularon como se detalla en la Tabla 21 a continuación.

Tabla 21

Formulaciones de capa de base				
COMPONENTE	CAPA DE BASE A	CAPA DE BASE B	CAPA DE BASE C	CAPA DE BASE D
	%	%	%	%
RESINA	15	15	14	1,8
SOLVENTE	66	67	74	98,2
ADITIVOS	16	14	4	0
PTFE	3	4	8	0

20 Las muestras de ensayo se prepararon extrayendo la capa de base A, capa de base B y capa de base C sobre paneles ECCS limpiados previamente (Hi-Top Steel), seguido por calentamiento en un horno a 400 °C durante 30 segundos. La capa de Base D se aplicó sobre un sustrato de caucho limpio mediante aplicación por pulverización y se deja secar al aire durante 1 minuto.

25 Cubiertas E (control) 1 a E (control) 11. Se aplicó E1-E17, E19, E21-E51, E62, E64, E66-E75, E101 y E133 sobre la capa de base A. Se aplicaron las cubiertas E18, E20, E76-E100, E102-E116, E131-E132 sobre la capa de base B. Se aplicaron las cubiertas E52 -E61, E63, E65, E117-E130, E134 y E135 sobre la capa de base C y se aplicaron las cubiertas E136 y E137 sobre la capa de base D.

B. Aplicación de las cubiertas.

35 Se aplicaron las cubiertas formuladas como se describe a continuación a las muestras de ensayo con la disposición con K Bar relevante (barra de extracción). Normalmente, los paneles revestidos se curan durante 90 segundos en un horno a 420 °C. Tal como se aplica, el espesor de película seca (DFT) de la capa de base era de aproximadamente 6 µm, y el de las cubiertas era de aproximadamente 6 µm.

40 Se prepararon cubiertas de ejemplo usando combinaciones de dispersiones de polímero fluorado y una base de cubierta. Los componentes de polímero fluorado de las cubiertas incluyen uno o más de los siguientes: una o más dispersiones de PTFE de alto peso molecular (HPTFE), una o más dispersiones de polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF), y una o más dispersiones de PTFE de bajo peso molecular (LPTFE).

45 Como se define en este ejemplo, una mezcla de "4 componentes" contiene todos los componentes siguientes como se ha descrito anteriormente: al menos un HPTFE, al menos un LPTFE, y al menos dos MPF químicamente diferentes. En este ejemplo, los dos MPF empleados son FEP y PFA. Las mezclas de este ejemplo se prepararon mezclando las dispersiones acuosas de los componentes, y la adición a una "base de cubierta" formulada que contiene la resina de ingeniería. Las "formulaciones" resultantes a continuación se extrajeron o se pulverizaron como películas, tal como se indica en la Tabla 24 a continuación, sobre una capa de base y se analizaron para el brillo, la rugosidad de la superficie, la liberación de carne, la liberación de pollo y la resistencia a las manchas.

50 La fórmula para la base de cubierta, que se utiliza en cada una de las formulaciones de cubierta del presente ejemplo, se expone a continuación en la Tabla 22:

Tabla 22

Base de cubierta	
Componente	% en peso
Resina de ingeniería	38,00
Agua desionizada	30,00
Monoetilenglicol	30,00

TX-100	1,4
Espuma Blast	0,6

5 Para la Tabla 23 a continuación, se formularon como controles un primer grupo de cubiertas, cubiertas designadas "E Control 1" a "E Control 11", utilizando una base de cubierta y cada polímero fluorado en forma de dispersión, tal como se produce por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que posteriormente no se aglomero, irradió, o degradó térmicamente. Además, se han evaluado las dispersiones de LPTFE y los micropolvos de LPTFE. Un segundo grupo de cubiertas, designadas Cubiertas E1 a E137 a continuación, se formularon como anteriormente usando la base de cubierta descrita anteriormente y mezclas de la dispersión de polímero fluorado formuladas como se expone en la Tabla 23 a continuación.

Tabla 23
Mezclas de cubierta

ID	POLÍMERO EN.	% DE POLÍMERO SÓLIDO	SÓLIDOS DE HPTFE	SÓLIDOS DE PFA	SÓLIDOS DE FEP	SÓLIDOS DE LPTFE	SÓLIDOS DE SFN-D	9205 Dyneon PTFE
EControl1	PES	32,90	7,63	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
EControl2	PES	32,90	0,00	7,63	0,00	0,00	0,00	0,00
EControl3	PES	32,90	0,00	0,00	7,63	0,00	0,00	0,00
EControl4	PES	32,90	0,00	0,00	0,00	7,63	0,00	0,00
EControl5	PES	32,90	0,00	0,00	0,00	0,00	7,63	7,63
EControl6	PES	32,90	0,00	0,00	0,00	0,00	7,63	0,00
EControl7	PES	32,90	0,00	0,00	0,00	0,00	7,63	0,00
EControl8	PES	35,62	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
EControl9	PES	32,90	4,62	0,92	0,84	0,00	0,00	1,22
EControl10	PEEK	36,81	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
EControl11	PAI	34,72	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
E1	PPS	26,59	3,59	0,20	0,00	0,20	0,00	0,00
E2	PPS	26,59	3,59	0,20	0,00	0,20	0,00	0,00
E3	PPS	27,21	2,45	0,14	0,00	0,14	0,00	0,00
E4	PPS	27,21	2,45	0,14	0,00	0,14	0,00	0,00
E5	PPS	27,21	2,18	0,27	0,00	0,27	0,00	0,00
E6	PPS	27,21	2,18	0,27	0,00	0,27	0,00	0,00
E7	PPS	26,54	3,59	0,20	0,00	0,20	0,00	0,00
E8	PPS	26,59	3,59	0,20	0,00	0,20	0,00	0,00
E9	PPS	26,59	3,20	0,40	0,00	0,40	0,00	0,00
E10	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E11	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E12	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E13	PPS	38,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E14	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E15	PPS	29,98	3,56	0,44	0,00	0,44	0,00	0,00
E16	PPS	27,63	3,29	0,41	0,00	0,41	0,00	0,00
E17	PPS	27,63	3,29	0,41	0,00	0,41	0,00	0,00
E18	PPS	27,63	3,29	0,41	0,00	0,41	0,00	0,00
E19	PPS	27,63	3,29	0,41	0,00	0,41	0,00	0,00
E20	PPS	27,63	3,29	0,41	0,00	17,41	0,00	0,00
E21	PPS	29,19	3,47	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E22	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E23	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E24	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E25	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E26	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E27	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00
E28	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00

Mezclas de cubierta									
ID	POLÍMERO EN.	% DE POLÍMERO SÓLIDO	SÓLIDOS DE HPTFE	SÓLIDOS DE PFA	SÓLIDOS DE FEP	SÓLIDOS DE LPTFE	SÓLIDOS DE SFN-D	9205 Dyneon PTFE	
E29	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E30	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E31	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E32	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E33	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E34	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E35	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E36	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E37	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E38	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E39	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E40	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E41	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E42	PPS	29,98	3,57	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E43	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E44	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E45	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E26	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E47	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E48	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E49	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E50	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E51	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E52	PPS	28,99	3,45	0,43	0,017	0,43	0,00	0,00	
E53	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E54	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E55	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E56	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E57	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E58	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E59	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E60	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E61	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E62	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E63	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E64	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E65	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E66	PPS	28,99	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E67	PPS	28,24	3,45	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E68	PPS	26,35	6,44	0,81	0,00	0,81	0,00	0,00	

Mezclas de cubierta									
ID	POLÍMERO EN.	% DE POLÍMERO SÓLIDO	SÓLIDOS DE HPTFE	SÓLIDOS DE PFA	SÓLIDOS DE FEP	SÓLIDOS DE LPTFE	SÓLIDOS DE SFN-D	9205 Dyneon PTFE	
E69	PPS	28,10	3,43	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E70	PPS	28,10	3,43	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E71	PPS	28,10	3,43	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E72	PPS	28,10	3,43	0,43	0,00	0,43	0,00	0,00	
E73	PPS	28,85	1,37	0,17	0,00	0,17	0,00	4,29	
E74	PPS	30,26	3,70	0,46	0,00	0,46	0,00	0,00	
E75	PPS	29,97	1,85	0,23	0,00	0,23	0,00	0,00	
E76	PES	32,90	3,66	0,46	0,00	0,46	0,00	0,00	
E77	PES	32,71	3,64	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E78	PES	32,39	3,61	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E79	PES	32,74	3,64	0,45	0,00	0,45	0,00	0,00	
E80	PES	34,09	3,79	0,47	0,00	0,47	0,00	0,00	
E81	PES	33,88	3,77	0,47	0,00	0,47	0,00	0,00	
E82	PES	33,55	3,73	0,46	0,00	0,46	0,00	0,00	
E83	PES	33,92	3,78	0,47	0,00	0,47	0,00	0,00	
E84	PES	32,90	3,66	0,46	0,00	0,46	0,00	0,00	
E85	PES	33,52	3,73	0,46	0,00	0,46	0,00	0,00	
E86	PES	33,52	3,73	0,46	0,00	0,46	0,00	0,00	
E87	PES	32,09	5,62	0,70	0,00	0,70	0,00	0,00	
E88	PES	32,09	5,62	0,70	0,00	0,70	0,00	0,00	
E89	PES	28,97	5,07	0,63	0,00	0,63	0,00	0,00	
E90	PES	2936	5,14	0,64	0,00	0,64	0,00	0,00	
E91	PES	29,36	3,86	0,51	0,46	1,54	0,00	0,00	
E92	PES	2936	2,57	1,16	1,114	1,54	0,00	0,00	
E93	PES	29,36	2,57	0,77	0,69	2,31	0,00	0,00	
E94	PES	31,59	1,75	0,52	0,47	1,57	0,00	0,00	
E95	PES	33,61	1,87	0,56	0,51	1,69	0,00	0,00	
E96	PES	33,61	2,80	0,56	0,50	0,75	0,00	0,00	
E97	PES	33,30	1,85	0,56	0,50	1,67	0,00	0,00	
E98	PES	33,30	2,78	0,55	0,50	0,74	0,00	0,00	
E99	PES	33,38	2,79	0,56	0,50	0,74	0,00	0,00	
E100	PES	33,71	2,81	0,56	0,51	0,75	0,00	0,00	
E101	PES	33,71	2,81	0,56	0,51	0,75	0,00	0,00	
E102	PEEK	33,92	2,83	0,56	0,51	0,76	0,00	0,00	
E103	PEEK	33,92	2,83	0,56	0,51	0,76	0,00	0,00	
E104	PPS	28,99	2,59	0,52	0,46	0,69	0,00	0,00	
E105	PPS	28,99	2,59	0,52	0,46	0,69	0,00	0,00	
E106	PPS	30,77	2,75	0,55	0,50	0,73	0,00	0,00	
E107	PPS	30,77	2,75	0,55	0,50	0,73	0,00	0,00	
E108	PPS	32,90	2,75	0,55	0,50	0,73	0,00	0,00	

Mezclas de cubierta									
ID	POLÍMERO EN.	% DE POLÍMERO SÓLIDO	SÓLIDOS DE HPTFE	SÓLIDOS DE PFA	SÓLIDOS DE FEP	SÓLIDOS DE LPTFE	SÓLIDOS DE SFN-D	9205 Dyneon PTFE	
E109	PPS	32,90	1,83	0,55	0,50	1,65	0,00	0,00	
E110	PPS	28,99	1,73	0,52	0,46	1,55	0,00	0,00	
E111	PPS	28,99	1,73	0,52	0,46	1,55	0,00	0,00	
E112	PPS	30,77	1,83	0,55	0,50	1,65	0,00	0,00	
E113	PPS	30,77	1,83	0,55	0,50	1,65	0,00	0,00	
E114	PEEK	33,92	1,89	0,57	0,51	1,70	0,00	0,00	
E115	PAI	57,60	1,89	0,57	0,51	1,70	0,00	0,00	
E116	PAI	57,60	2,83	0,56	0,51	0,76	0,00	0,00	
E117	PAI	62,52	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
E118	PES	33,37	2,78	0,55	0,50	0,74	0,00	0,00	
E119	PES	31,43	2,62	0,52	0,47	0,70	0,00	0,00	
E120	PES	32,37	2,70	0,54	0,48	0,72	0,00	0,00	
E121	PES	32,37	2,70	0,54	0,48	0,72	0,00	0,00	
E122	PES	34,02	3,40	0,62	0,56	0,57	0,00	0,00	
E123	PES	32,72	2,73	0,54	0,49	0,73	0,00	0,00	
E124	PES	32,03	2,78	0,55	0,50	0,74	0,00	0,00	
E125	PES	32,03	3,11	0,62	0,56	0,82	0,00	0,00	
E126	PES	32,30	2,83	0,56	0,51	0,76	0,00	0,00	
E127	PES	32,07	3,09	0,61	0,55	0,82	0,00	0,00	
E128	PES	31,75	3,06	0,61	0,55	0,81	0,00	0,00	
E129	PES	32,07	3,09	0,61	0,55	0,82	0,00	0,00	
E130	PES	31,92	3,07	0,51	0,55	0,81	0,00	0,00	
E131	PAI	32,03	2,78	0,55	0,50	0,00	0,00	0,00	
E132	PAI	33,37	2,78	0,55	0,50	0,00	0,00	0,00	
E133	PES	31,36	2,72	0,54	0,49	0,00	0,00	0,00	
E134	PES	30,70	2,66	0,53	0,48	0,00	0,00	0,00	
E135	PES	30,31	2,32	0,46	0,41	0,00	0,00	0,00	
E136	FKM	0,00	4,93	0,62	0,00	0,62	0,00	0,00	
E137	FKM	0,00	3,70	0,74	0,66	0,98	0,00	0,00	

ES 2 605 557 T3

Los componentes de polímero fluorado de las cubiertas fueron los siguientes:

PTFE (HPTFE) - Daikin D310 (sólidos = 60 %).

PFA - du Pont PFA TE7224 (Lote n.º 0804330005, sólidos = 58,6 %).

5 FEP - du Pont FEP TE9568 (sólidos = 54,0 %).

LPTFE - DuPont TE3887N (sólidos = 55 %, a excepción de las cubiertas E (control) 6 y E (control) 7 que estaban fabricadas con SFN-D, Chenguang (sólidos = 25 %) y la cubierta E (control) 5, E (control) 9 y F73 que estaban fabricadas con Dyneon 9205 PTFE micropolvo).

10 Aunque no se indica en la Tabla 23 anterior, la cubierta E75 incluye adicionalmente el 3,57 % en peso TF-1750, un HPTFE granular disponible en Dyneon LLC.

15 Las muestras de ensayo se prepararon utilizando las proporciones de polímero de ingeniería y mezclas de dispersión de polímero fluorado como se ha expuesto anteriormente en la Tabla 23, y se recubrieron sobre la capa de base respectiva usando los programas de curado especificados como se da en la Tabla 24 a continuación. La cubiertas E (control) 1 a E (control) 11 y E1-E135 se "inactivaron" a continuación al pasar el panel debajo de un grifo que fluye de agua fría hasta que el panel esté completamente enfriada a temperatura ambiente. Las cubiertas utilizando E136 y E137 se aplicaron por pulverización, curado según el programa de recubrimiento dado en la Tabla 24 a continuación y se dejó enfriar a temperatura ambiente sin enfriamiento en agua.

20

Tabla 24

Preparación de las muestras de ensayo					
ID	CAPA DE BASE	K Bar B/C	K Bar T/C	Temperatura de curado (°C)	Tiempo de curado T/C (s)
EControl1	A	K4	K4	420	90
EControl2	A	K4	K4	420	90
EControl3	A	K4	K4	420	90
EControl4	A	K4	K4	420	90
EControl5	A	K4	K4	420	90
EControl6	A	K4	K4	420	90
EControl7	A	K4	K4	420	90
EControl8	A	K4	K4	420	90
EControl9	A	K4	K4	420	90
EControl10	A	K4	K4	420	90
EControl11	A	K4	K4	420	90
E1	A	K4	K4	420	90
E2	A	K4	K4	400	90
E3	A	K4	K4	400	90
E4	A	K4	K4	420	90
E5	A	K4	K4	400	90
E6	A	K4	K4	400	90
E7	A	K4	K4	400	90
E8	A	K4	K4	420	90
E9	A	K4	K4	420	90
E10	A	K4	K5?	420	90
E11	A	K4	K4	420	90
E12	A	K4	K4	420	120
E13	A	K4	K5	420	90
E14	A	K4	K5	420	120
E15	A	K4	K5?	420	90
E16	A	K4	K4	420	90
E17	A	K4	K4	420	90
E18	B	K4	K4	420	90
E19	A	K4	K4	420	90
E20	B	K4	K4	420	90
E21	A	K4	K4	420	90
E22	A	K4	K4	420	90
E23	A	K4	K4	420	120
E24	A	K4	K4	420	90
E25	A	K4	K4	420	120
E26	A	K4	K4	420	90
E27	A	K4	K4	420	120
E28	A	K4	K5	420	90
E29	A	K4	K5	420	120

ES 2 605 557 T3

Preparación de las muestras de ensayo					
ID	CAPA DE BASE	K Bar B/C	K Bar T/C	Temperatura de curado (°C)	Tiempo de curado T/C (s)
E30	A	K4	K2	420	90
E31	A	K4	K2	420	120
E32	A	K4	K2	420	180
E33	A	K4	K3	420	90
E34	A	K4	K3	420	120
E35	A	K4	K3	420	180
E26	A	K4	K4	420	90
E37	A	K4	K4	420	120
E38	A	K4	K4	420	180
E39	A	K4	K5	420	90
E40	A	K4	K5	420	120
E41	A	K4	K5	420	180
E42	A	K4	K4	420	90
E43	A	K2	K2	420	90
E44	A	K4	K2	420	120
E45	A	K4	K2	420	180
E46	A	K4	K3	420	90
E47	A	K4	K3	420	120
E48	A	K4	K3	420	180
E49	A	K4	K4	420	90
E50	A	K4	K4	420	120
E51	A	K4	K4	420	180
H52	C	K4	K2	420	90
E53	C	K4	K2	420	120
E54	C	K4	K2	420	180
E55	C	K4	K3	420	90
E56	C	K4	K3	420	120
E57	C	K4	K3	420	180
E58	C	K4	K4	420	90
E59	C	K4	K4	420	120
E60	C	K4	K4	420	180
E61	C	K4	K4	420	90
E62	A	K4	K4	420	90
E63	C	K4	K4	420	90
E64	A	K4	K4	420	90
E65	C	K4	K4	420	90
E66	A	K4	K4	420	90
E67	A	K4	K4	420	90
E68	A	K4	K4	420	90
E69	A	K4	K4	420	90
E70	A	K4	K4	420	90
E71	A	K4	K4	420	90
E72	A	K4	K4	420	90
E73	A	K4	K4	420	90
E74	A	K4	K4	420	90
E75	A	K4	K4	420	90
E76	B	K4	K4	420	90
E77	B	K4	K4	420	90
E78	B	K4	K4	420	90
E79	B	K4	K4	420	90
E80	B	K4	K4	420	90
E81	B	K4	K4	420	90
E82	B	K4	K4	420	90
F83	B	K4	K4	42	90
E84	B	K4	K4	420	90
E85	B	K4	K4	420	90
E86	B	K4	K4	420	90
E87	B	K4	K4	420	90
E88	B	K4	K4	420	90
E89	B	K4	K4	420	90

ES 2 605 557 T3

Preparación de las muestras de ensayo					
ID	CAPA DE BASE	K Bar B/C	K Bar T/C	Temperatura de curado (°C)	Tiempo de curado T/C (s)
E90	B	K4	K4	420	90
E91	B	K4	K4	420	90
E92	B	K4	K4	420	90
E93	B	K4	K4	420	90
E94	B	K4	K4	420	90
E95	B	K4	K4	420	90
E96	B	K4	K4	420	90
E97	B	K4	K4	420	90
E98	B	K4	K4	420	90
E99	B	K4	K4	420	90
E100	B	K4	K4	420	90
E101	A	K4	K4	420	90
E102	B	K4	K4	420	90
E103	B	K4	K4	420	90
E104	B	K4	K4	420	90
E105	B	K4	K4	420	90
E106	B	K4	K4	420	90
E107	B	K4	K4	420	90
E108	B	K4	K4	420	90
B109	B	K4	K4	420	90
E110	B	K4	K4	420	90
E111	B	K4	K4	420	90
E112	B	K4	K4	420	90
E113	B	K4	K4	420	90
E114	B	K4	K4	420	90
E115	B	K4	K4	420	90
E116	B	K4	K4	420	90
E117	A	K4	K4	420	90
E118	A	K4	K4	420	90
E119	A	K4	K4	420	90
E120	A	K4	K4	420	90
E121	A	K4	K4	420	90
E122	A	K4	K4	420	90
E123	A	K4	K4	420	90
E124	A	K4	K4	420	90
E125	A	K4	K4	420	90
E126	A	K4	K4	420	90
E127	A	K4	K4	420	90
E128	A	K4	K4	420	90
E129	A	K4	K4	420	90
E130	A	K4	K4	420	90
E131	B	K4	K4	420	90
E132	B	K4	K4	420	90
E133	A	K4	K4	420	90
E134	B	K4	K4	420	90
E135	B	K4	K4	420	90
E136	D	pulverizado	pulverizado	165	180
E137	D	pulverizado	pulverizado	165	180

Ejemplo 4A

Rugosidad y brillo

5 En este Ejemplo, se determinaron la rugosidad y el brillo de los recubrimientos. Los protocolos de ensayo son los siguientes.

10 Rugosidad. Se utilizó un detector de rugosidad de la superficie de tipo pluma equipado con un analizador que proporciona un trazado de la superficie según la norma EN ISO 13565, como el siguiente: detector y analizador de la rugosidad de la superficie Mitutoyo Surftest 402, disponible en Mitutoyo Canadá, 2121 Meadowvale Blvd, Mississauga, Toronto, Ontario, ON L5N 5N1, y detector y analizador de la rugosidad de la superficie Perthometer

- 5 M2P/M3P/M4P (Mahr GmbH-Carl-Mahr-Str.1, D-37073 Göttingen, Alemania). Estos instrumentos miden la Ra (desviación media aritmética del perfil de rugosidad, medido en μm) y el Pc (recuento de pico). El procedimiento es el siguiente. En primer lugar, preparar la muestra a medir. Debido a la configuración de la mayoría de los detectores, esto puede requerir el corte de la muestra para obtener una superficie plana accesible para el detector. Establecer el intervalo de rugosidad del detector al nivel justo superior a la rugosidad que se desea medir. Establecer la longitud del trazo, la ampliación de escala y unidades de medida (inglesas o métricas). Calibrar el detector de acuerdo con las instrucciones del fabricante, utilizando un patrón de referencia conocido. De la misma manera, medir la rugosidad de la superficie de la muestra. Hacer por lo menos 6 mediciones.
- 10 Brillo. Las mediciones del brillo se han obtenido con un medidor de brillo Miniglossmeter 110V 20 °-60 °, disponible en Sheen Instruments, a un ángulo de 60 °. El medidor de brillo se ajustaba a las normas siguientes: BS3900/D5, DIN EN ISO 2813, DIN 67530, EN ISO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064, TAPPI T 480. Las unidades de medida se expresan como % de reflectancia.
- 15 Los resultados se exponen en la Tabla 25 a continuación:

Tabla 25

Rugosidad y brillo			
ID	polímero de ingeniería	Brillo (60 °)	Suavidad (R_a media)
EControl1	PES	2,2	1,25
EControl2	PES	8,2	1
EControl3	PES	12	0,66
EControl4	PES	16,5	0,9
EControl5	PES	8,2	2,6
EControl6	PES	23	1,5
EControl7	PES	5,6	1,84
EControl8	PES	19,7	1,42
EControl9	PES	4,7	1,3
EControl10	PEEK	19,1	2,32
EControl11	PAI	1,6	2,9
E1	PPS	14	2,76
E2	PPS	18	2,53
E3	PPS	42	2,88
E4	PPS	19	2,8
E5	PPS	23	3,12
E6	PPS	22	2,16
E7	PPS	16	2,4
E8	PPS	20	.
E9	PPS	15	3,637
E10	PPS	10	2,1
E11	PPS	13,8	1,16
E12	PPS	12	1,01
E13	PPS	14,1	0,9
E14	PPS	9,8	1,37
E15	PPS	5	2,55
E16	PPS	10,2	2,51
E17	PPS	13,3	2
E18	PPS	12	2,46
E19	PPS	12,2	2,3
E20	PPS	3,7	1,9
E21	PPS	18	4
E22	PPS	11,8	1,16
E23	PPS	13	0,88
E24	PPS	12	1,27
E25	PPS	10,2	1,48
E26	PPS	21	0,74
E27	PPS	19	0,71
E28	PPS	21	0,96
E29	PPS	17	0,9
E30	PPS	7	1,04
E31	PPS	7,7	1,15
E32	PPS	3,3	1,57
E33	PPS	8,9	1,28

ES 2 605 557 T3

Rugosidad y brillo			
ID	polímero de ingeniería	Brillo (60 °)	Suavidad (R _a media)
E34	PPS	10,9	1,06
E35	PPS	10,3	1,2
E36	PPS	10,8	1,22
E37	PPS	15	1,01
E38	PPS	11,5	1,15
E39	PPS	11,1	1,09
E40	PPS	12,6	1,07
E41	PPS	12	1,1
E42	PPS	8,2	1,04
E43	PPS	1,7	1,2
E44	PPS	1,9	1,23
E45	PPS	1,8	1,3
E46	PPS	3,2	1,36
E47	PPS	3,2	1,25
E48	PPS	2,9	1,27
E49	PPS	2,8	1,18
E50	PPS	3,8	1,07
E51	PPS	3,7	1,24
E52	PPS	1,9	1,3
E53	PPS	1,7	1,27
E54	PPS	2,2	1,15
E55	PPS	2,4	1,35
E56	PPS	2,9	1,27
E57	PPS	4	1,372
E58	PPS	4	1,45
E59	PPS	4	1,3
E60	PPS	4,2	1,18
E61	PPS	4,0	1,45
E62	PPS	2,8	1,18
E63	PPS	5,1	2,51
E64	PPS	3,2	2,72
E65	PPS	5,1	2,51
E66	PPS	3,2	2,72
E67	PPS	4	2,65
E68	PPS	1,7	2,82
E69	PPS	4,6	1,04
E70	PPS	5	0,98
E71	PPS	4,2	0,99
E72	PPS	7,5	1,71
E73	PPS	9,3	2,06
E74	PPS	33	1,15
E75	PPS	.	.
E76	PES	3,5	2,37
E77	PES	1,9	2,47
E78	PES	2,6	2,81
E79	PES	2,5	3,62
E80	PES	2	2,23
E81	PES	2,7	2,47
E82	PES	2,7	2,33
E83	PES	2,4	2,76
E84	PES	0,8	1,97
E85	PES	4,3	1,89
E86	PES	3,9	1,68
E87	PES	2,5	2,4
E88	PES	2,4	1,59
E89	PES	0,5	1,81
E90	PES	1,7	1,69
E91	PES	2,5	1,86
E92	PES	3	1,9
E93	PES	2,7	2,11
E94	PES	3,8	3,16

Rugosidad y brillo			
ID	polímero de ingeniería	Brillo (60 °)	Suavidad (R _a media)
E95	PES	4,6	3,178
E96	PES	3,4	3,1
E97	PES	4,2	4,01
E98	PES	6	5,7
E99	PES	3,2	3,76
E100	PES	3,1	2,48
E101	PES	7,8	1,27
E102	PEEK	3	0,67
E103	PEEK	6	rebosa
E104	PPS	5,8	0,89
E105	PPS	5,2	1,14
E106	PPS	5	3,09
E107	PPS	7	1,03
E108	PPS	9,8	0,82
E109	PPS	8,9	1,07
E110	PPS	4,6	1,28
E111	PPS	5,5	1,05
E112	PPS	6	0,78
E113	PPS	6	1,108
E114	PEEK	4,1	0,64
E115	PAI	6,6	4,76
E116	PAI	5,5	4,25
E117	PAI	23	rebosa
E118	PES	6	4,09
E119	PES	6	1,22
E120	PES	5,9	1,54
E121	PES	5,7	1,37
E122	PES	9,5	2,76
E123	PES	6,6	2,39
E124	PES	5,1	1,89
E125	PES	4,8	1,1
E126	PES	6,3	1,93
E127	PES	6	1,62
E128	PES	5,2	1,74
E129	PES	5,5	1,5
E130	PES	6,4	1,35
E131	PAI	0,3	4,78
E132	PAI	0,5	2,54
E133	PES	6,8	0,87
E134	PES	5,2	0,77
E135	PES	4,2	1,6
E136	FKM		
E137	FKM		

Ejemplo 4B

Ensayo de abrasión oscilante

5

Se llevó a cabo un ensayo de abrasión oscilante (EAO) sobre algunos de los recubrimientos bajo el protocolo de ensayo establecido en el Ejemplo 3B. Los resultados se exponen en la Tabla 26 a continuación:

Tabla 26

Ensayo de abrasión oscilante (EAO)			
ID	POLÍMERO EN.	CAPA DE BASE	Abrasión/Ciclos del EAO
EControl1	PES	A	900
EControl2	PES	A	367
EControl3	PES	A	440
EControl4	PES	A	230
EControl5	PES	A	450
EControl6	PES	A	275
EControl7	PES	A	80

ES 2 605 557 T3

Ensayo de abrasión oscilante (EAO)			
ID	POLIMERO EN.	CAPA DE BASE	Abrasión/Ciclos del EAO
EControl8	PES	A	400
EControl9	PES	A	165
EControl10	PEEK	A	200
EControl11	PAI	A	160
E1	PPS	A	60
E2	PPS	A	110
E3	PPS	A	220
E4	PPS	A	125
E5	PPS	A	220
E6	PPS	A	200
E7	PPS	A	90
E8	PPS	A	60
E9	PPS	A	60
E10	PPS	A	220
E11	PPS	A	180
E12	PPS	A	150
E13	PPS	A	220
E14	PPS	A	200
E15	PPS	A	220
E16	PPS	A	180
E17	PPS	A	180
E18	PPS	B	290
E19	PPS	A	180
E20	PPS	B	3000
E21	PPS	A	330
E22	PPS	A	298
E23	PPS	A	105
E24	PPS	A	298
E25	PPS	A	105
E26	PPS	A	298
E27	PPS	A	105
E28	PPS	A	275
E29	PPS	A	140
E30	PPS	A	165
E31	PPS	A	100
E32	PPS	A	54
E33	PPS	A	194
E34	PPS	A	300
E35	PPS	A	180
E36	PPS	A	335
E37	PPS	A	170
E38	PPS	A	300
E39	PPS	A	356
E40	PPS	A	212
E41	PPS	A	335
E42	PPS	A	180
E43	PPS	A	50
E44	PPS	A	64
E45	PPS	A	61
E46	PPS	A	150
E47	PPS	A	200
E48	PPS	A	100
E49	PPS	A	200
E50	PPS	A	200
E51	PPS	A	150
E52	PPS	C	40000
E53	PPS	C	71000
E54	PPS	C	60000
E55	PPS	C	42000
E56	PPS	C	100000
E57	PPS	C	85000

ES 2 605 557 T3

Ensayo de abrasión oscilante (EAO)			
ID	POLIMERO EN.	CAPA DE BASE	Abrasión/Ciclos del EAO
E58	PPS	C	93000
E59	PPS	C	91000
E60	PPS	C	80000
E61	PPS	C	93000
E62	PPS	A	200
E63	PPS	C	38000
E64	PPS	A	394
E65	PPS	C	38000
E66	PPS	A	394
E67	PPS	A	445
E68	PPS	A	330
E69	PPS	A	620
E70	PPS	A	220
E71	PPS	A	190
E72	PPS	A	90
E73	PPS	A	390
E74	PPS	A	475
E75	PPS	A	
E76	PES	B	21000
E77	PES	B	7000
E78	PEPS	B	7000
E79	PES	B	7000
E80	PES	B	7000
E81	PES	B	22000
E82	PES	B	100000
E83	PES	B	33000
F84	PES	B	100000
E85	PES	B	42000
E86	PES	B	33000
E87	PES	B	26000
E88	PES	B	26000
E89	PES	B	17000
E90	PES	B	18000
E91	PES	B	33000
E92	PES	B	28000
E93	PES	B	27000
E94	PES	B	8000
E95	PES	B	36000
E96	PES	B	31000
E97	PES	B	20000
E98	PES	B	20000
E99	PES	B	65000
E100	PES	B	19000
E101	PES	A	570
E102	PEEK	B	19000
E103	PEEK	B	.
E104	PPS	B	14000
E105	PPS	B	25000
E106	PPS	B	25000
E207	PPS	B	26000
E208	PPS	B	19000
E109	PPS	B	25000
E110	PPS	B	25000
E111	PPS	B	38000
E112	PPS	B	3000
E113	PPS	B	40000
E114	PEEK	B	35000
E115	PAI	B	85000
E116	PAI	B	18000
E117	PAI	A	620
E118	PES	A	403

Ensayo de abrasión oscilante (EAO)			
ID	POLIMERO EN.	CAPA DE BASE	Abrasión/Ciclos del EAO
E119	PES	A	370
E120	PES	A	440
E121	PES	A	400
E122	PES	A	350
E123	PES	A	403
E124	PES	A	700
E125	PES	A	370
E126	PES	A	400
E127	PES	A	800
E128	PES	A	320
E129	PES	A	320
E130	PES	A	330
E131	PAI	B	32000
E132	PAI	B	23000
E133	PES	A	450
E134	PES	B	31000
E135	PES	B	27000
E136	FKM	D	.
E137	FKM	D	.

Los resultados de la tabla anterior muestran que hay una mejora en la resistencia a la abrasión lineal sobre los recubrimientos de control con los recubrimientos fabricados de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención.

5

Ejemplo 4C

Ensayos de liberación de cocción

10 Se llevaron a cabo ensayos de liberación de cocción de acuerdo con los protocolos siguientes para una pata de pollo y un filete de carne. Para el ensayo de la pata de pollo y el filete de carne, los resultados se determinaron en función de si la superficie del recubrimiento parecía estar limpia o no, después del lavado sin que contenga carne todavía pegada a la superficie. Esto determina entonces el punto final del ensayo y a continuación se registra el número de ciclos completados para alcanzar el punto final.

15

Pata de pollo. Una pata de pollo colocada en posición central sobre el sustrato revestido y cocinado durante 40 minutos a 230 °C. Sustrato revestido limpio en una solución de agua caliente y líquido detergente. Secar y evaluar la superficie revestida para signos de residuos de carne. Los signos de residuos de carne indican el punto final del ensayo. A continuación, se registró el número de ciclos de la pata de pollo cocinada para llegar a punto final, sin embargo, se requieren 5 ciclos de ensayo para "pasar" un ensayo.

20

Filete de carne. Colocar un pedazo de filete de lomo crudo visiblemente libre de grasa en torno a la parte exterior de la carne en la muestra a analizar (no es necesario quitar las vetas). El área de superficie es importante y el tamaño del filete de carne que se utiliza es de aprox. 22,5 cm² por 12,5 cm² para dar un área superficial de 200 cm² ± 25 cm². El peso de las piezas debe ser de ~0,6 kg. Cocinar durante 1 hora a 180 °C. Remojar el sustrato recubierto en una solución de agua a 60 °C y líquido detergente durante 15 minutos. Secar y evaluar superficie revestida para signos de residuos de carne. Los signos de residuos de carne y cualquier tipo de mancha indicaban el punto final del ensayo. A continuación, se registró el número de ciclos del filete cocinado para llegar a punto final, sin embargo, se requieren 5 ciclos de ensayo para "pasar" un ensayo.

25

Los resultados se exponen en la Tabla 27 a continuación:

Tabla 27

Cocinar ensayos de liberación				
ID	Polímero de ingeniería	Limpio de filete (No pasa = 0, Pasa = 1)	Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)	Pollo
EControl1	PES	0	2	3
EControl2	PES	0	2	5
EControl3	PES	0	2	4
EControl4	PES	0	4	5
EControl5	PES	1	4	4
EControl6	PES	1	4	5
EControl7	PES	1	4	3

ES 2 605 557 T3

Cocinar ensayos de liberación				
ID	Polímero de ingeniería	Limpio de filete (No pasa = 0, Pasa = 1)	Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)	Pollo
EControl8	PES	0	3	1
EControl9	PES	0	3	3
EControl10	PEEK	0	1	1
EControl11	PAI	0	0	1
E1	PPS	1	2	3
E2	PPS	1	2	2
E3	PPS	0	1	5
E4	PPS	1	2	1
E5	PPS	1	2	2
E6	PPS	0	1	2
E7	PPS	0	1	1
E8	PPS	0	1	3
E9	PPS	0	1	5
E10	PPS	1	20	1
E11	PPS	0	1	1
E12	PPS	1	3	1
E13	PPS	0	1	0
E14	PPS	0	3	1
E15	PPS	1	2	1
E16	PPS	0	1	1
E17	PPS	1	1	1
E18	PPS	1	1	1
E19	PPS	1	1	1
E20	PPS	0	1	1
E21	PPS	0	1	5
E22	PPS	0	3	5
E23	PPS	0	3	5
E24	PPS	0	3	5
E25	PPS	0	3	5
E26	PPS	0	3	5
E27	PPS	0	3	5
E28	PPS	0	3	3
E29	PPS	0	3	3
E30	PPS	0	1	1
E31	PPS	0	1	1
E32	PPS	0	1	4
E33	PPS	0	1	1
E34	PPS	0	1	1
E35	PPS	0	1	1
E36	PPS	0	1	1
E37	PPS	0	1	1
E38	PPS	0	1	1
E39	PPS	0	1	1
E40	PPS	0	1	1
E41	PPS	0	1	1
E42	PPS	0	5	5
E43	PPS	0	2	5
E44	PPS	0	1	2
E45	PPS	1	5	5
E46	PPS	0	1	5
E47	PPS	0	1	5
E48	PPS	0	1	4
E49	PPS	0	1	5
E50	PPS	0	1	2
E51	PPS	1	5	5
E52	PPS	0	1	5
E53	PPS	0	1	5
E54	PPS	1	5	5
E55	PPS	0	1	5
E56	PPS	1	5	5

ES 2 605 557 T3

Cocinar ensayos de liberación				
ID	Polímero de ingeniería	Limpio de filete (No pasa = 0, Pasa = 1)	Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)	Pollo
E57	PPS	0	1	5
E58	PPS	0	1	5
E59	PPS	0	1	5
E60	PPS	0	1	5
E61	PPS	0	1	5
E62	PPS	0	1	5
E63	PPS	0	1	1
E64	PPS	0	1	4
E65	PPS	0	1	1
E66	PPS	0	1	4
E67	PPS	0	5	1
E68	PPS	0	5	5
E69	PPS	0	5	5
E70	PPS	0	5	0
E71	PPS	0	5	5
E72	PPS	0	5	5
E73	PPS	1	5	5
E74	PPS	0	1	0
E75	PPS	.	.	.
E76	PES	0	1	1
E77	PES	0	1	5
E78	PES	0	5	5
E79	PES	0	3	1
E80	PES	0	1	2
E81	PES	0	4	5
E82	PES	1	5	5
E83	PES	0	2	2
E84	PES	0	1	5
E85	PES	1	5	5
E86	PES	0	1	2
E87	PES	0	5	5
E88	PES	0	1	2
E89	PES	0	1	1
E90	PES	0	1	5
E91	PES	0	1	5
E92	PES	0	1	3
E93	PES	1	5	5
E94	PES	1	5	3
E95	PES	1	5	2
E96	PES	1	2	5
E97	PES	1	5	5
E98	PES	1	5	0
E99	PES	1	5	5
E100	PES	1	30	2
E101	PES	1	30	5
E102	PEEK	0	5	5
E103	PEEK	.	.	.
E104	PPS	0	5	5
E105	PPS	0	1	1
E106	PPS	0	1	1
E107	PPS	0	1	1
E108	PPS	0	1	1
E109	PPS	0	1	1
E110	PPS	0	5	5
E111	PPS	0	1	1
E112	PPS	0	1	1
E113	PPS	0	1	3
E114	PEEK	0	5	5
E15	PAI	0	1	1
E116	PAI	0	1	0

Cocinar ensayos de liberación				
ID	Polímero de ingeniería	Limpio de filete (No pasa = 0, Pasa = 1)	Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)	Pollo
E117	PAI	0	1	1
E118	PES	1	5	3
E119	PES	1	1	5
E120	PES	1	1	5
E121	PES	1	1	5
E122	PES	1	1	5
E123	PES	1	1	4
E124	PES	1	1	5
E125	PES	1	1	5
E126	PES	1	1	5
E127	PES	1	1	5
E128	PES	1	1	5
E129	PES	1	1	5
E130	PES	1	1	5
E131	PAWL	0	1	1
E132	PAI	0	1	1
E133	PES	1	1	5
E134	PES	0	5	5
E135	PES	0	5	5
E136	FKM			
E137	FKM			

Los resultados de la tabla anterior muestran que hay una mejora en las características de liberación y de facilidad de limpieza para todos los tipos de alimentos probados sobre los recubrimientos de control con los recubrimientos fabricados de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención.

5

Ejemplo 4D

Ensayos de adhesión y de flexión OT para recubrimientos conformables

10 En este Ejemplo, se llevó a cabo un ensayo de adhesión de acuerdo con los procedimientos descritos a continuación para determinar la fuerza de adhesión de un recubrimiento a su sustrato, tratando de eliminar el recubrimiento con cinta adhesiva. También se realizó un ensayo de flexión OT.

15 El procedimiento para el ensayo de adhesión, al que se hace referencia como "Ensayo 2" a continuación, es como sigue, con referencia inicial al "Ensayo 1" a continuación. Para el sustrato ECCS se debe pasar AMBOS, el ensayo 2 y OT.

Ensayo 1

20 1. Ámbito de aplicación.
Este procedimiento es para su uso en determinar la adhesión de un recubrimiento a su sustrato, tratando de eliminar el recubrimiento con cinta adhesiva.
2. Equipos y Materiales.

25 2.1. Regla de metal dividida en milímetros o plantilla especial con una separación de cortes adecuada.
2.2. Hoja de un solo filo, bisturí, cuchillo u otro instrumento de corte con un borde bien afilado.
2.3. Como alternativa a 2.1 y 2.2, se puede utilizar una herramienta de corte de varias hojas con la separación apropiada entre las hojas.
2.4. Cinta adhesiva, tales como 3M Scotch Brand N.º 897 Strapping Tape o N.º 898 Filament tape o su equivalente.
30 2.5. Lupa de bajos aumentos (3-5 veces).

3. Procedimiento.

35 3.1. Colocar la pieza de ensayo sobre una superficie plana firme.
3.2. Con la regla de metal, marcar once (11) espacios separados por la distancia requerida. Esto puede ser de 1, 1,5 o 2 mm. Las marcas se pueden hacer mellando el recubrimiento con la herramienta de corte.
3.3. Sostener la regla u otro borde recto de metal firmemente sobre la pieza de ensayo en la primera marca. Trazar una línea de 2 a 4 cm de largo con la herramienta de corte. Continuar haciendo cortes para las marcas restantes. Los cortes deben estar espaciados uniformemente y paralelos entre sí. Los cortes deben penetrar completamente en el recubrimiento a través del sustrato, pero no deben indentar el sustrato.
40

3.4. Rotar la pieza de ensayo 90 °, y repetir las etapas 3.2 y 3.3, realizando una segunda serie de cortes perpendiculares y superpuestos a la primera serie de cortes. Los cortes completados formarán una rejilla de 100 cuadrados con lados de las dimensiones requeridas. Cepillar los copos o cintas del recubrimiento en la rejilla.

3.5. Si se utiliza una herramienta de corte de varias hojas, las etapas 3.2, 3.3 y 3.4 se pueden eliminar. Utilizar la herramienta de corte de varias hojas para producir la rejilla según sea necesario. Asegúrese de que los cortes sean limpios y completamente a través del sustrato.

3.6. Cortar una longitud de 15 cm de cinta adhesiva. Aplicar la cinta sobre la rejilla. Presionar firmemente hacia abajo. Se puede usar una goma de borrar para frotar la cinta para eliminar las bolsas de aire y asegurar una buena adhesión.

3.7. Dentro de los 90 ± 30 segundos de su aplicación, retirar la cinta agarrando un extremo y tirando rápidamente en un ángulo de pelado de 180 °. Tirar rápidamente, pero no bruscamente.

3.8. Repetir las etapas 3.6 y 3.7 sobre la misma rejilla para el número necesario de veces. Por lo general, se utilizan otras 5 veces.

4. Evaluación.

4.1. Inspeccionar la rejilla con la lupa para la eliminación del recubrimiento del sustrato. En el caso de un sistema multicapa o en el caso de un ensayo de volver a recubrir, inspeccionar la rejilla para la eliminación de una capa de la otra.

4.2. Reportar la cantidad de recubrimiento que queda en la rejilla, por ejemplo, el 100 % significa que no se ha eliminado recubrimiento. Normalmente, esto se expresa como el número de cuadrados restantes en comparación con el número de cuadrados producidos. Para una adhesión perfecta sobre 100 cuadrados, la clasificación sería de 100/100. Anotar cualquier fallo de adhesión al sustrato o entre capas.

5. Precauciones.

5.1. Inspeccionar la herramienta de corte antes de cada ensayo. Equipar la herramienta con papel de lija fino o una piedra de amolar, si es necesario. Reemplazar las herramientas de varias hojas o herramientas afiladas individuales cuando se están demasiado dañadas para su uso.

6. Referencias.

6.1. ASTM D-3359 Método B, Medición de la adhesión por el ensayo de cintas

6.2. DIN 53 151

6.3. JIS K 5400 - Sección 6.15 Adhesión de corte transversal

6.4. BS EN 24624: 1992

Ensayo 2

1. Ámbito de aplicación.

1.1. Este procedimiento mide la adhesión de los recubrimientos a un sustrato por el método de la retícula y la adhesión de indentación después de la exposición a agua hirviendo. Este método es una extensión del Ensayo 1 anterior. Es aplicable a recubrimientos conformables.

2. Equipos y Materiales.

2.1. Recipiente lo suficientemente grande como para contener los elementos de ensayo, normalmente recubierto de láminas de metal, con una tapa para cubrir el recipiente después de la inserción de los elementos.

2.2. Placa eléctrica o estufa quemador de gas.

2.3. Cronómetro.

2.4. Agua (se prefiere el agua desionizada, pero no es obligatorio).

2.5. Toallas de tela o de papel.

2.6. Probador de caída de peso/impacto o probador de Erikson (una prensa que produce una protuberancia hemisférica en el panel).

2.7. Otros equipos y materiales requeridos como para el Ensayo 1.

3. Procedimiento.

3.1. Llenar el recipiente con suficiente agua para cubrir la mayor parte del artículo a analizar. Colocar el recipiente en la estufa o placa caliente y llevar a ebullición. Reducir el calor para mantener un fuego lento constante. Mantener cubierto.

3.2. Sumergir el artículo en agua hirviendo. Programar el cronómetro para el tiempo requerido. El tiempo normal es de quince (15) minutos, a menos que se especifique lo contrario.

- 3.3. Retirar el artículo después del tiempo requerido. Secar inmediatamente con una toalla de papel.
3.4. Trazar un patrón en retícula sobre el artículo a analizar de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ensayo 1.
3.5. Aplicar impacto inverso o Erikson a la parte trasera del artículo directamente detrás de la retícula.
3.6. Aplicar cinta al área de la retícula y verificar la adhesión como se describe en el Ensayo 1.

4. Evaluación.

- 4.1. Evaluar e informar como se describe en el Ensayo 1.

5. Precauciones/Comentarios.

- 5.1. Realizar el ensayo de la cinta inicial con el Ensayo 1 en los 5 minutos siguientes de sacarlo del agua.
5.2. Si se están realizando una serie de ensayos, mantener un nivel de agua constante. Además, reemplazar el agua periódicamente para evitar la acumulación de sales u otros desechos, especialmente si se utiliza agua del grifo.

6. Referencias.

- 6.1. BS 7069: 1988
6.2. BS 3900 Parte E3

Ensayo de flexión 0T

El procedimiento para el ensayo de flexión 0T es como sigue.

1. Ámbito de aplicación.

- 1.1 Este procedimiento se utiliza para determinar la adhesión y la flexibilidad de los recubrimientos cuando se someten a una flexión de 180 °.

2. Equipos y Materiales.

- 2.1 Un tornillo de cinco pulgadas montado permanentemente a la mesa de trabajo o a la máquina de formación de freno de metal.
2.2 Cinta transparente Scotch n.º 160 de 3/4" de ancho, o equivalente.

3. Procedimiento.

- 3.1 Preparar los paneles de ensayo utilizando el sustrato convenido y siguiendo las recomendaciones de aplicación para el recubrimiento. Como alternativa, cortar los paneles de metal recubierto de producción. Los paneles deben ser de 2" a 3" de ancho por la longitud necesaria para realizar el ensayo.
3.2 Insertar un extremo del panel de 1/2 de pulgada en el tornillo. Doblar el panel a 90 ° con el recubrimiento en la parte exterior de la doblez. Retirar el tornillo y doblar a más de 90 ° con la mano. Volver a insertar dentro del tornillo y comprimir hasta que esté plano. Esta es una doblez "T" cero. Utilizar el mismo procedimiento para cada doblez "T" sucesiva. Un espesor que es 1 "T", dos espesores que es 2 "T", etc. Aplicar la cinta firmemente sobre toda la longitud de la doblez.
3.3. Extraer la cinta con un solo tirón rápido. Repetir con cinta fresca para el número de tirones especificados.

4. Evaluación.

- 4.1 Examinar visualmente cada doblez "T" antes de aplicar la cinta. Informar de la doblez "T" más baja a la que no es visible agrietamiento del recubrimiento.
4.2 Examinar visualmente cada doblez "T" después de poner la cinta. Informar de la doblez "T" más baja a la que no se elimina recubrimiento.

5. Comentarios/Precauciones.

- 5.1 Evitar rasgar el recubrimiento al prensar el panel en el tornillo. Si es necesario, proteger el recubrimiento con papel mientras se dobla.
5.2 Los resultados pueden variar dependiendo de la dirección de la flexión en relación con el grano del metal (a través de grano o con grano).
5.3 Los recubrimientos se vuelven más flexibles con el aumento de la temperatura. Especificar la temperatura a la que se debe realizar la flexión.
5.4 Los metales duros de templado alto se fracturan cuando se dobla 180 °. El ensayo de flexión en "T" no se puede realizar sobre estos metales.

6. Referencias.

6.1 ASTM D3794-79 Sección 9.5.5

5 Los resultados se exponen en la Tabla 28 a continuación:

Tabla 28

Ensayos adhesión y de flexión OT				
ID	Polímero de ingeniería	Ensayo de flexión OT (PASA = 1, NO PASA = 0)	Ensayo de adhesión 2 (desprendimiento de la cinta en rejilla) (PASA = 1, NO PASA = 0)	% de sólidos de polímero fluorado
EControl1	PES	0	0	7,63
EControl2	PES	1	1	7,63
EControl3	PES	1	1	7,63
EControl4	PES	1	1	7,63
EControl5	PES	1	1	7,63
EControl6	PES	1	1	7,63
EControl7	PES	1	1	7,63
EControl8	PES	1	1	0
EControl9	PES	1	1	7,63
EControl10	PEEK	1	1	0
EControl11	PAI	1	1	0
E1	PPS	1	1	3,99
E2	PPS	1	1	3,99
E3	PPS	1	1	2,73
E4	PPS	1	1	2,73
E5	PPS	1	1	2,73
E6	PPS	1	1	2,73
E7	PPS	1	1	3,98
E8	PPS	1	1	3,99
E9	PPS	1	1	4
E10	PPS	1	1	4,31
E11	PPS	1	1	4,31
E12	PPS	1	1	4,31
E13	PPS	1	1	4,31
E14	PPS	1	1	4,31
E15	PPS	1	1	4,45
E16	PPS	1	1	4,12
E17	PPS	1	1	4,12
E18	PPS	1	1	4,12
E19	PPS	1	1	4,12
E20	PPS	1	1	4,12
E21	PPS	1	1	4,34
E22	PPS	1	1	4,31
E23	PPS	1	1	4,31
E24	PPS	1	1	4,31
E25	PPS	1	1	4,31
E26	PPS	1	1	4,31
E27	PPS	1	1	4,31
E28	PPS	1	1	4,31
E29	PPS	1	1	4,31
E30	PPS	0	0	4,46
E31	PPS	0	0	4,46
E32	PPS	0	0	4,46
E33	PPS	1	1	4,46
E34	PPS	0	0	4,46
E35	PPS	0	0	4,46
E36	PPS	0	1	4,46
E37	PPS	1	1	4,46
E38	PPS	0	0	4,46
E39	PPS	0	0	4,46
E40	PPS	0	1	4,46
E41	PPS	0	0	4,46

ES 2 605 557 T3

Ensayos adhesión y de flexión OT				
ID	Polímero de ingeniería	Ensayo de flexión OT (PASA = 1, NO PASA = 0)	Ensayo de adhesión 2 (desprendimiento de la cinta en rejilla) (PASA = 1, NO PASA = 0)	% de sólidos de polímero fluorado
E42	PPS	1	1	4,46
E43	PPS	0	0	4,31
E44	PPS	0	0	4,31
E45	PPS	0	0	4,31
E46	PPS	0	1	4,31
E47	PPS	0	0	4,31
E48	PPS	0	0	4,31
E49	PPS	0	0	4,31
E50	PPS	0	0	4,31
E51	PPS	0	0	4,31
E52	PPS	1	1	4,31
E53	PPS	1	1	4,31
E54	PPS			4,31
E55	PPS	1	1	4,31
E56	PPS	1	1	4,31
E57	PPS	0	1	4,31
E58	PPS	1	1	4,31
E59	PPS	0	1	4,31
E60	PPS	0	1	4,31
E61	PPS	1	1	4,31
E62	PPS	0	0	4,31
E63	PPS	1	1	4,31
E64	PPS	1	1	4,31
E65	PPS	1	1	4,31
E66	PPS	1	1	4,31
E67	PPS	0	0	4,31
E68	PPS	1	0	8,05
E69	PPS	1	1	4,29
E70	PPS	1	1	4,29
E71	PPS	0	0	4,29
E72	PPS	0	1	4,29
E73	PPS	0	1	6,01
E74	PPS	0	1	4,62
E75	PPS			5,88
E76	PES	0	1	4,57
E77	PES	1	1	4,55
E78	PES	1	1	4,5
E79	PES	1	1	4,55
E80	PES	1	1	4,74
E81	PES	1	1	4,71
E82	PES	1	1	4,66
E83	PES	1	1	4,72
E84	PES	1	1	4,57
E85	PES	1	1	4,66
E86	PES	1	1	4,66
E87	PES	1	1	7,02
E88	PES	1	1	7,02
E89	PES	1	1	6,34
E90	PES	1	1	6,43
E91	PES	1	1	6,37
E92	PES	1	1	6,31
E93	PES	1	1	6,35
E94	PES	1	1	4,31
E95	PES	1	1	4,63
E96	PES	1	1	4,61
E97	PES	1	1	4,59
E98	PES	1	1	4,57
E99	PES	1	1	4,59
E100	PES	1	1	4,64

Ensayos adhesión y de flexión OT				
ID	Polímero de ingeniería	Ensayo de flexión OT (PASA = 1, NO PASA = 0)	Ensayo de adhesión 2 (desprendimiento de la cinta en rejilla) (PASA = 1, NO PASA = 0)	% de sólidos de polímero fluorado
E101	PES	1	1	4,64
E102	PEEK	1	1	4,65
E103	PEEK			4,65
E104	PPS	0	0	4,26
E105	PPS	0	1	4,26
E106	PPS	1	0	4,53
E107	PPS	0	0	4,53
E108	PPS	1	1	4,53
E109	PPS	1	1	4,53
E110	PPS	1	0	4,26
E111	PPS	1	1	4,26
E112	PPS	0	1	4,53
E113	PPS	1	1	4,53
E114	PEEK	1	1	4,67
E115	PAI	1	1	4,67
E116	PAI	1	1	4,65
E117	PAI	0	0	0
E118	PES	1	1	4,58
E119	PES	1	1	4,31
E120	PES	1	1	4,44
E121	PES	1	1	4,44
E122	PES	1	1	5,16
E123	PES	1	1	4,49
E124	PES	1	1	4,58
E125	PES	1	1	5,11
E126	PES	1	1	4,66
E127	PES	1	1	5,07
E128	PES	1	1	5,02
E129	PES	1	1	5,07
E130	PES	1	1	5,04
E131	PAI	1	1	3,83
E132	PAI	1	1	3,83
E133	PES	1	1	3,75
E134	PES	1	1	3,67
E135	PES	1	1	3,2
E136	FKM			6,16
E137	FKM			6,08

Los resultados de la Tabla 28 muestran que las propiedades de adhesión de las cubiertas de control se mantenían o mostraban una ligera mejora en las presentes composiciones de recubrimiento, lo que indica que la adición de las composiciones de recubrimiento a los sólidos de porcentaje analizados de polímeros fluorados no interfiere con la adhesión del recubrimiento al sustrato cuando las cubiertas se preparan de acuerdo con la primera y segunda formas de realización de la presente invención.

Se utilizan propiedades normalizadas para combinar los resultados de varios ensayos y determinar formulaciones seleccionadas que se exponen en la Tabla 29. Los datos normalizados se calculan de la siguiente manera:

SUPERFICIE NORM. = Media ((Col máximo(:Ra) - :Ra)/(Col máximo(:Ra) - Col mínimo(:Ra)), (("Brillo 60 °") - Col mínimo ("Brillo 60 °"))/(Col máximo ("Brillo 60 °") - Col mínimo ("Brillo 60 °")))

NORM (EAO, POLLO, FILETE) = Media (((("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)" - Col mínimo ("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)"))/(Col máximo ("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)")) - (Col mínimo ("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)"))), (:Pollo - Col mínimo (:Pollo))/(Col máximo(:Pollo) - Col mínimo(:Pollo)), (:EAO - Col mínimo(:EAO))/(Col máximo(:EAO) - Col mínimo(:EAO)))

TODOS ENG NORM = Media (((("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)" - Col mínimo ("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)"))/Col máximo ("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)")) - Col mínimo ("Número de ciclos de filete (5 ciclos es el paso convencional)")), (:Pollo - Col mínimo (:Pollo))/(Col máximo(:Pollo) - Col mínimo (:Pollo)), (:EAO - Col mínimo (:EAO)) / (Col máximo(:EAO) - Col mínimo(:EAO)), ((Col máximo(:Ra) - :Ra)/(Col máximo(:Ra) - Col

ES 2 605 557 T3

máximo(:Ra)), ((("Brillo 60 °" - Col mínimo ((("Brillo 60 °")))/(Col máximo ((("Brillo 60 °")) - Col mínimo ((("Brillo 60 °")))))

Tabla 29

Formulaciones de recubrimiento seleccionadas para las cubiertas sobre sustratos rígidos								
ID	% DE POLÍMERO SÓLIDOS	% de HPTFE	% de PFA	% de FEP	% de LPTFE	Superficie norm	Todo eng norm	EAO, pollo, filete norm
E56	28,99	0,8	0,1	0	0,1	0,47	0,62	0,71
E101	33,71	0,61	0,12	0,11	0,16	0,53	0,61	0,67
E59	28,99	0,8	0,1	0	0,1	0,48	0,57	0,64
E82	33,55	0,8	0,1	0	0,1	0,36	0,57	0,71
E58	28,99	0,8	0,1	0	0,1	0,46	0,57	0,64
E57	28,99	0,8	0,1	0	0,1	0,47	0,56	0,62
E60	28,99	0,8	0,1	0	0,1	0,49	0,56	0,6
E84	32,9	0,8	0,1	0	0,1	0,37	0,55	0,67
E53	28,99	0,8	0,1	0	0,1	0,45	0,52	0,57
E114	33,92	0,4	0,12	0,11	0,36	0,55	0,52	0,5
EControl6	32,9	0	0	0	1	0,69	0,5	0,37
EControl4	32,9	0	0	0	1	0,67	0,49	0,37
EControl2	32,9	0	1	0	0	0,56	0,43	0,35
EControl5	32,9	0	0	0	1	0,4	0,43	0,45
EControl3	32,9	0	0	1	0	0,64	0,42	0,28
EControl9	32,9	0,52	0,1	0,1	0,28	0,49	0,33	0,22
EControl7	32,9	0	0	0	1	0,44	0,32	0,23
EControl1	32,9	1	0	0	0	0,46	0,31	0,21

- 5 Como puede verse en la Tabla 29, la fórmula de 3 componentes con un 80 % de HPTFE, 10 % de PFA y 10 % de LPTFE produce propiedades deseables. Además la fórmula de 4 componentes con el 40-61 % de HPTFE, 12 % de PFA, 11 % de FEP y 16-36 % de LPTFE también proporciona propiedades deseables.
- 10 Incluso ignorando el rendimiento del EAO, las formulaciones que mejor se comportan son las enumeradas anteriormente.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de polímeros fluorados, que comprende:

5 al menos un politetrafluoroetileno de bajo peso molecular (LPTFE), teniendo dicho LPTFE un peso molecular que sea suficientemente bajo para que tenga una primera temperatura de fusión (T_m) de 335 °C o inferior, medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y
al menos dos polímeros fluorados procesables en estado fundido, que comprenden:

10 un primer polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF); y
un segundo polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF), siendo dicho segundo polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF) químicamente diferente de dicho primer polímero fluorado procesable en estado fundido (MPF)
15 en el que dicho primer y segundo polímeros fluorados procesables en estado fundido (MPF) se seleccionan ambos del grupo que consiste en perfluoroalquiloxi (PFA),
metilfluoroalquiloxi (AMF), etilfluoroalquiloxi (EPT) y etileno propileno fluorado (FEP),

con la condición de que la composición de polímeros fluorados no sea una capa superior que consiste, en fracciones de peso en seco, en

20 0,9 partes de PTFE,
0,0265 partes de PFA,
0,025 partes de FEP y
0,0485 partes de LPTFE.

25 2. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 1, en la que dicha composición carece de politetrafluoroetileno que tiene un peso molecular medio en número (M_n) de al menos 500.000 (HLPTFE).

30 3. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 2, en la que dicho al menos un LPTFE está presente en una cantidad de entre el 10 % en peso y el 70 % en peso, y dichos al menos dos MPF están juntos presentes en una cantidad de entre el 30 % en peso y el 90 % en peso, preferentemente dicho al menos un LPTFE está presente en una cantidad de entre el 40 % en peso y el 60 % en peso, y dichos al menos dos MPF están juntos presentes en una cantidad de entre el 40 % en peso y el 60 % en peso, basándose en el peso total de sólidos de dicho al menos un LPTFE y dichos al menos dos MPF.

35 4. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 1, en la que dicha composición comprende, además de los componentes expuestos en la reivindicación 1, al menos un politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) que tiene un peso molecular promedio en número (M_n) de al menos 500.000.

40 5. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 4 en la que dicho al menos un HPTFE está presente en una cantidad, calculada, basándose en el contenido de sólidos del HPTFE, de entre el 1 % en peso y el 89 % en peso, basándose en el peso total de sólidos de dicho al menos un HPTFE, dicho al menos un LPTFE, y dichos al menos dos MPF.

45 6. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 4 en la que dicho al menos un LPTFE está presente en una cantidad de entre el 16 % en peso y el 60 % en peso, dicho HPTFE está presente en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 60 % en peso, y dichos al menos dos MPF están juntos presentes en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 60 % en peso, preferentemente dichos al menos dos MPF están presentes cada uno en una cantidad de entre el 1 % en peso y el 30 % en peso, basándose en el peso total de sólidos de dicho al menos un HPTFE, dicho al menos un LPTFE, y dichos al menos dos MPF.

50 7. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 1, en la que dicho al menos un LPTFE tiene una primera temperatura de fusión (T_m) seleccionada del grupo que consiste en 332 °C o inferior, 330 °C o inferior, 329 °C o inferior, 328 °C o inferior, 327 °C o inferior, 326 °C o inferior, y 325 °C o inferior.

55 8. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 1, en la que dicho al menos un LPTFE se obtiene a través de la polimerización en emulsión sin someterse a aglomeración, degradación térmica, o irradiación.

60 9. La composición de polímeros fluorados de la reivindicación 1, en la que dicha composición está en forma de dispersión acuosa.

10. Un recubrimiento aplicado a un sustrato, comprendiendo dicho recubrimiento la composición de polímeros fluorados de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.

65 11. Un método de recubrimiento de un sustrato, comprendiendo dicho método las etapas de:

proporcionar un sustrato;
aplicar una composición de recubrimiento de acuerdo con la reivindicación 1 al sustrato, y
curar la composición para formar un recubrimiento.

5 12. El método de la reivindicación 11, que antes de dicha aplicación de una etapa de composición de recubrimiento, comprende además las etapas adicionales de:

aplicar una imprimación al sustrato, incluyendo la imprimación al menos un polímero fluorado; y
opcionalmente, curar al menos parcialmente la imprimación.

10 13. El método de la reivindicación 12, que después de dicha aplicación de una etapa de imprimación y antes de dicha aplicación de una etapa de composición de recubrimiento, comprende además las etapas adicionales de:

15 aplicar una capa intermedia al sustrato, incluyendo la capa intermedia al menos un polímero fluorado; y
opcionalmente, curar al menos parcialmente la capa intermedia.

14. El método de la reivindicación 11, en el que la composición de recubrimiento es una composición tal como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 11.

20 15. El método de la reivindicación 11, en el que el sustrato se selecciona del grupo que consiste en:

un sustrato rígido; y
un sustrato flexible.

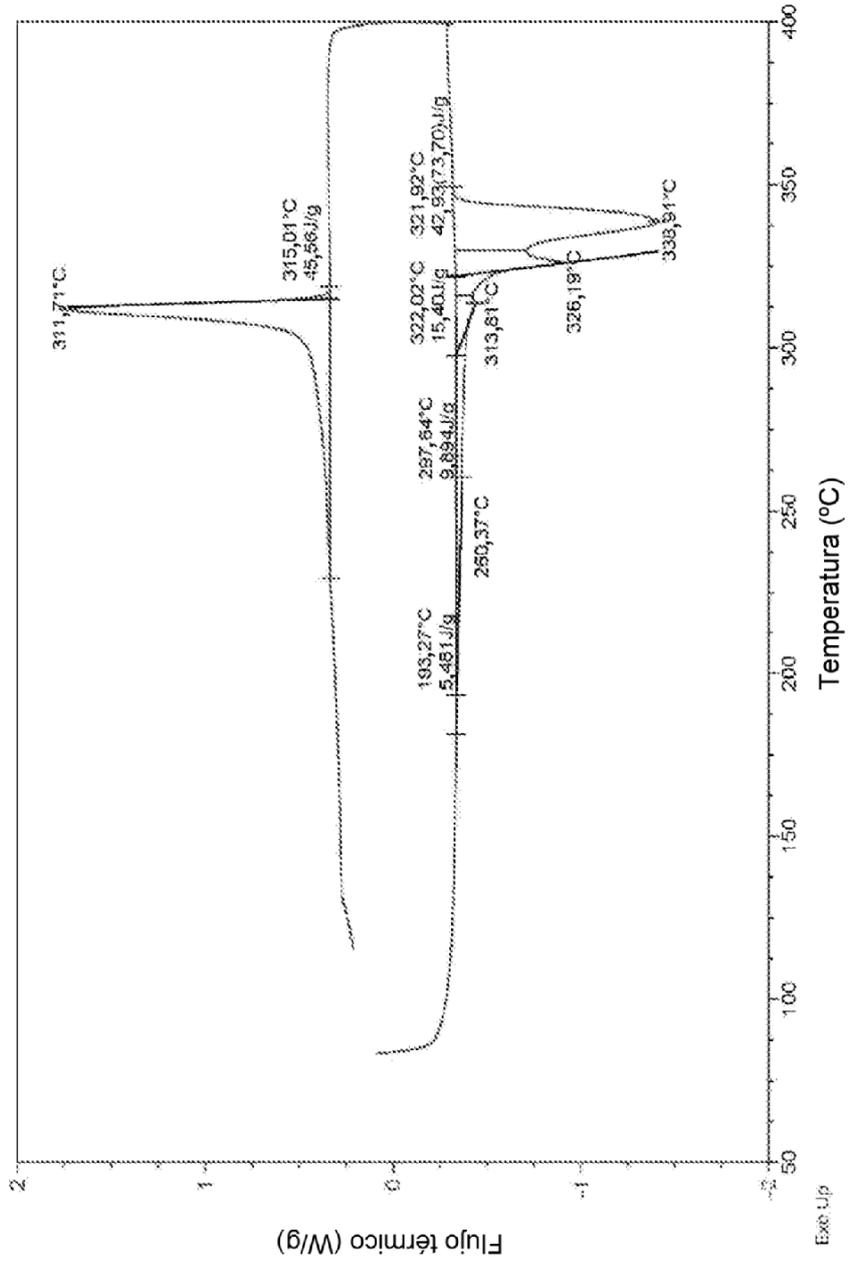


Fig. 1: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 31

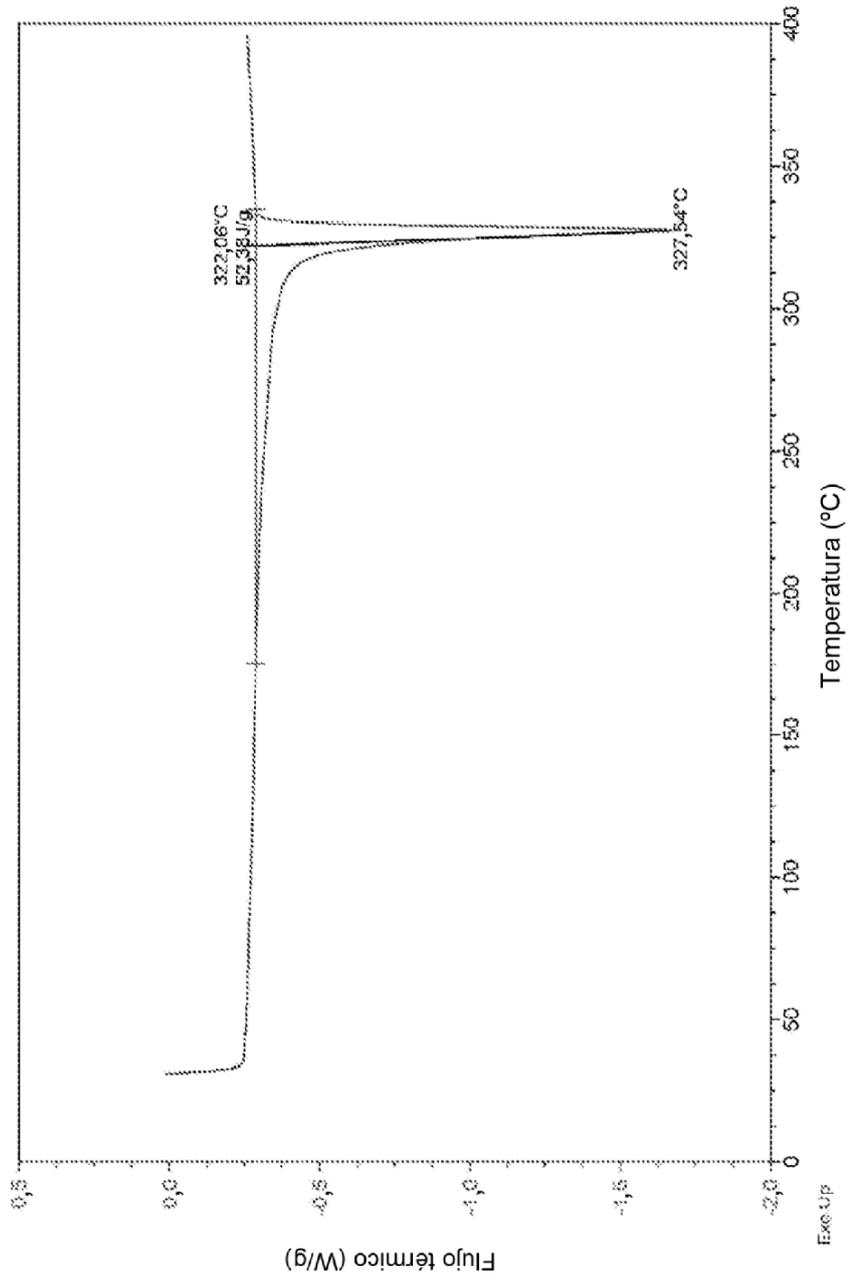


Fig. 2: DSC del pico de refusión del Experimento 31

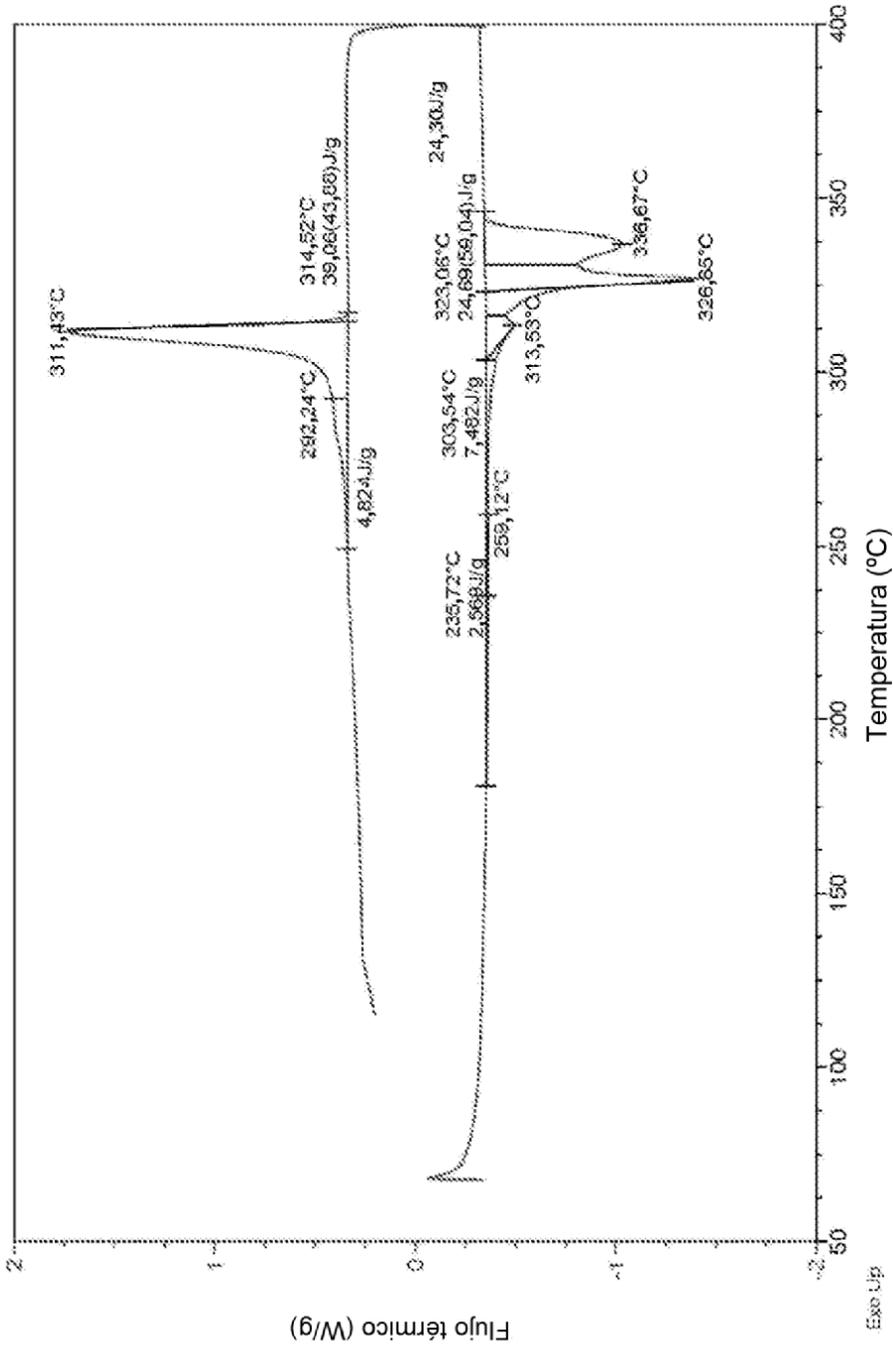


Fig. 3: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 23

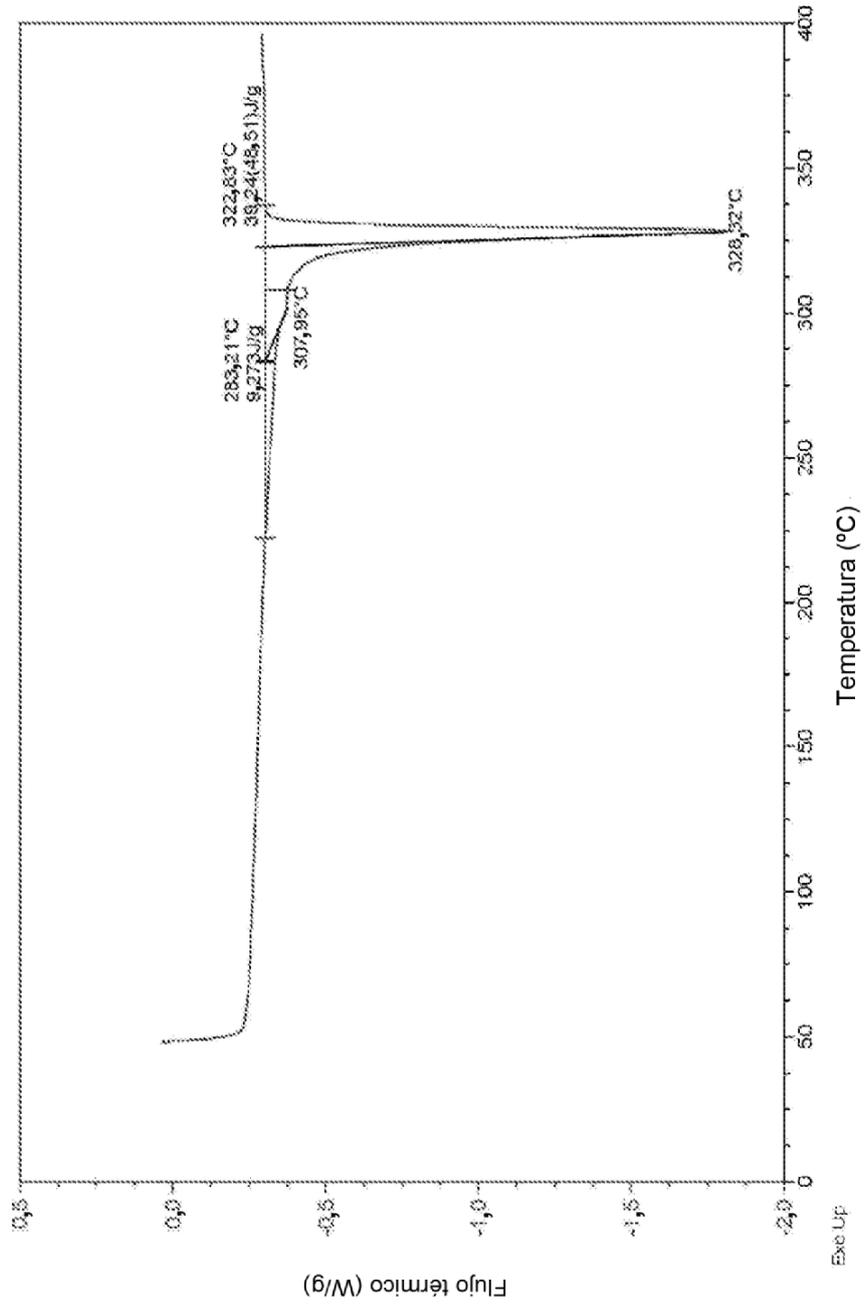


Fig. 4: DSC del primer pico de refusión del Experimento 23

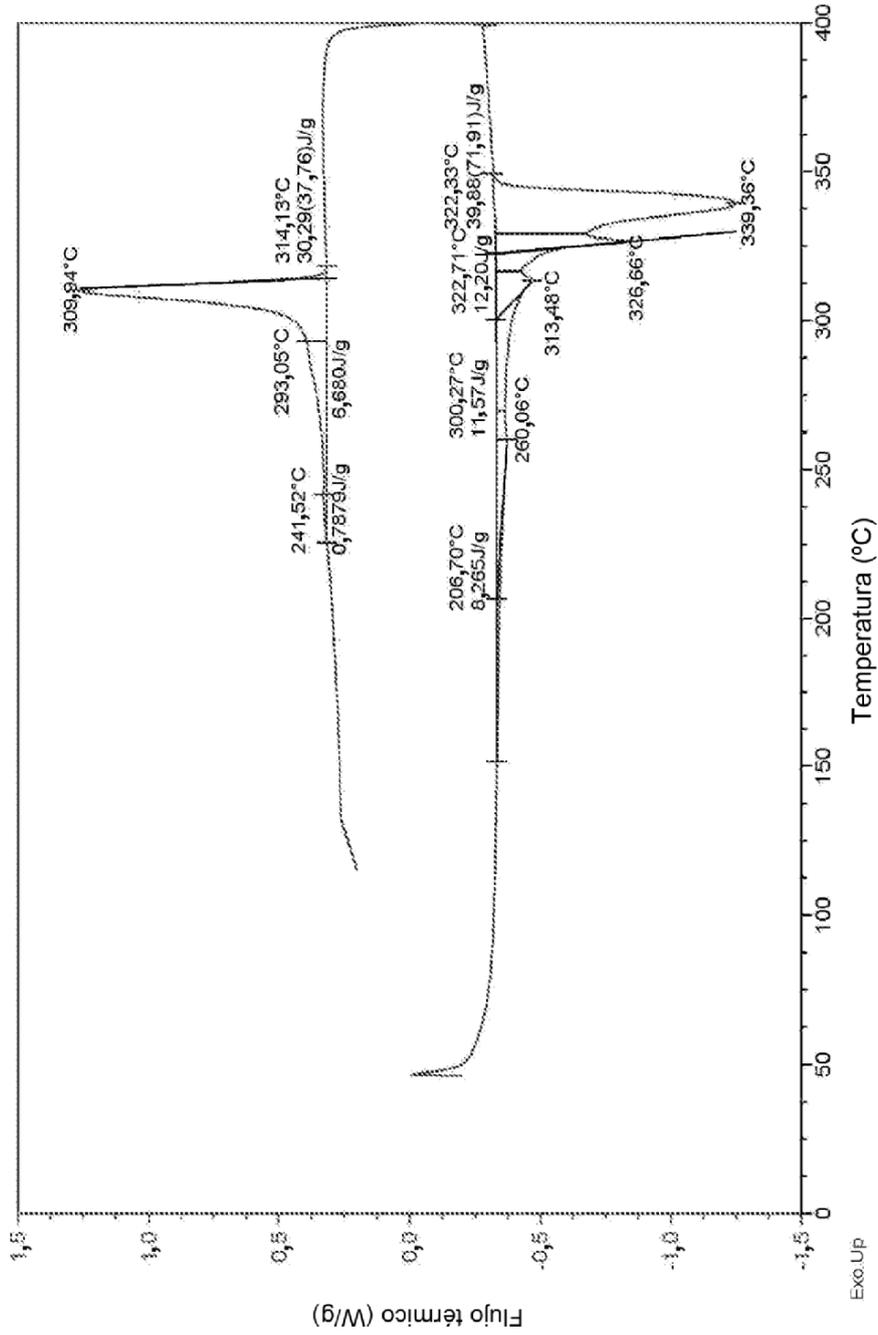


Fig. 5: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 30

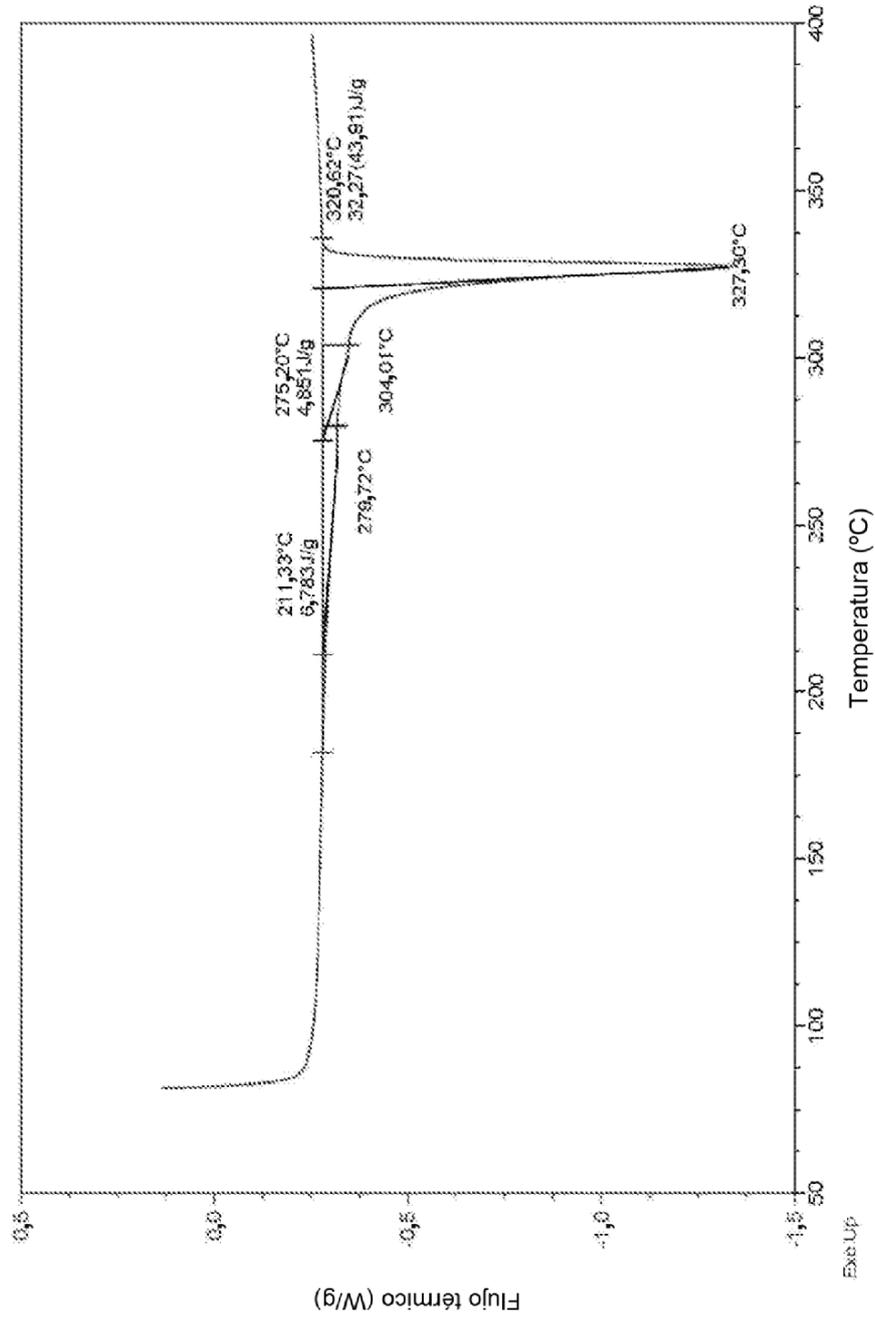


Fig. 6: DSC del pico de refusión del Experimento 30

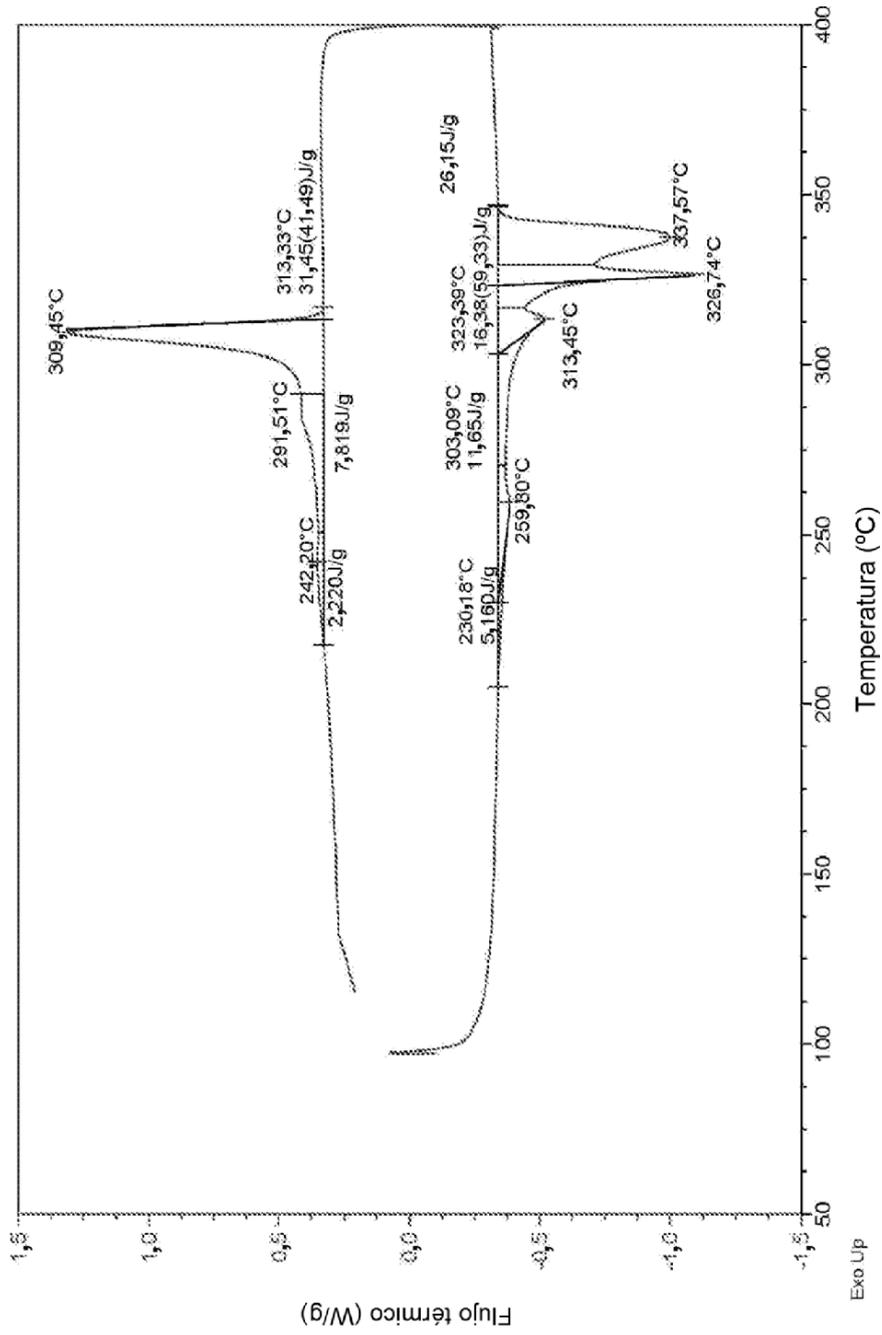


Fig. 7: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 22

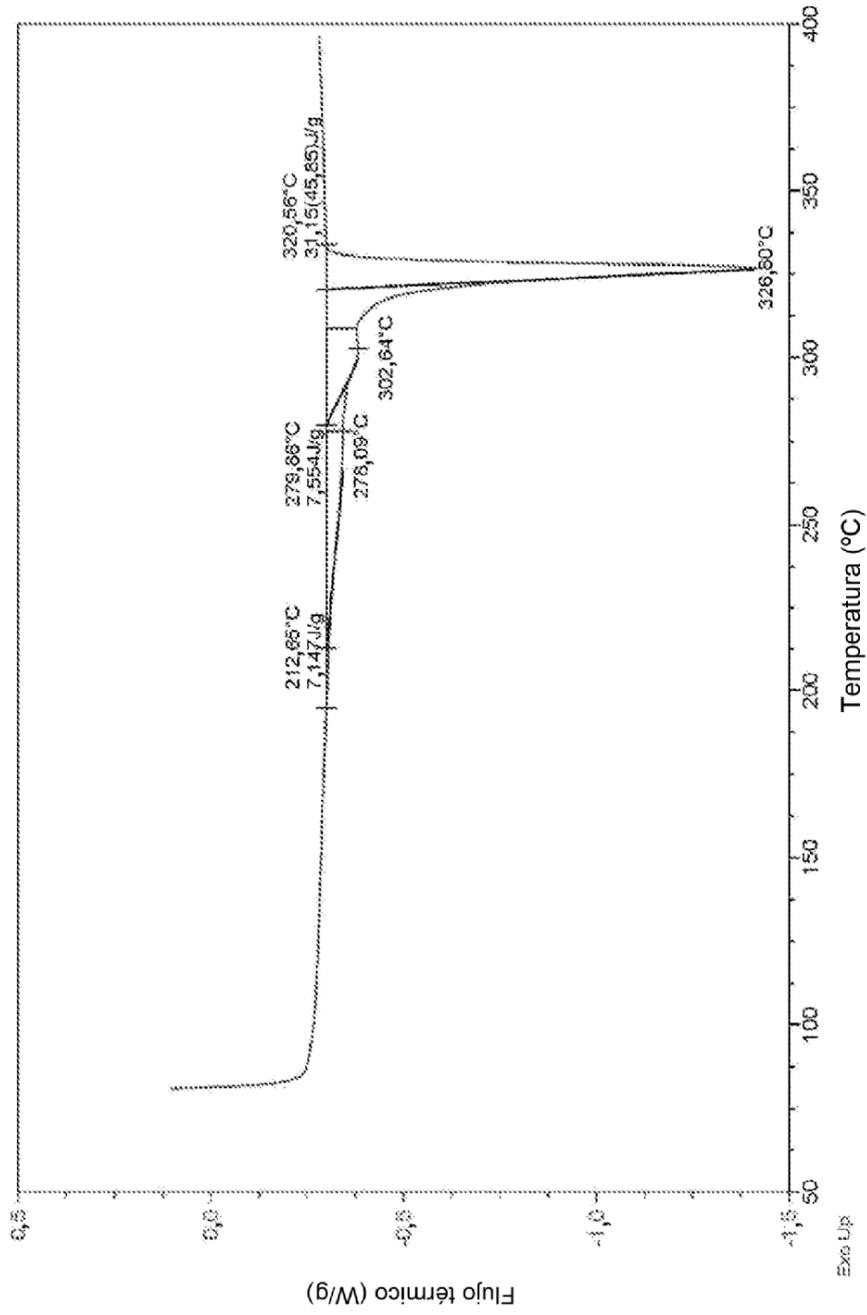


Fig. 8: DSC del pico de refusión del Experimento 22

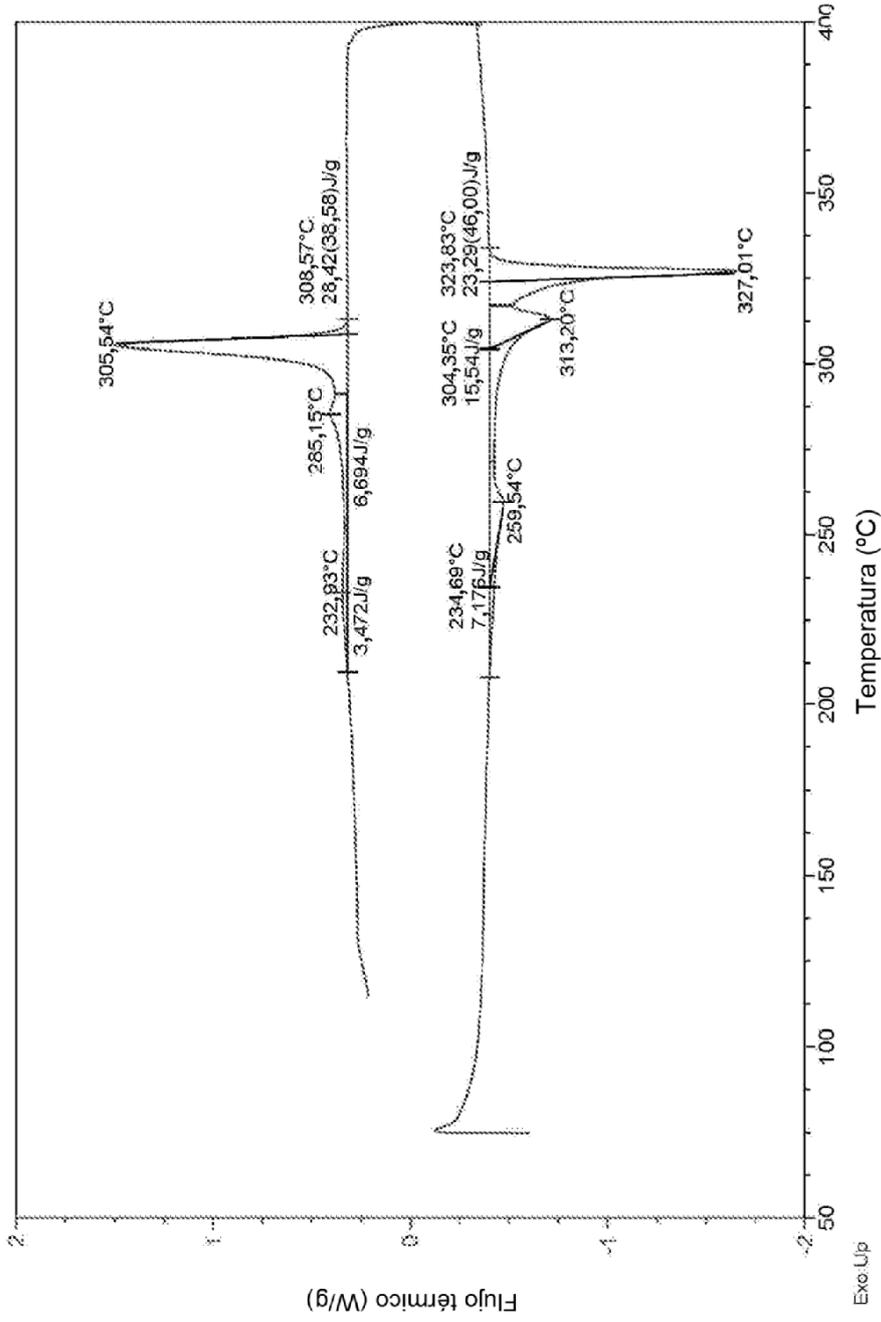


Fig. 9: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 03

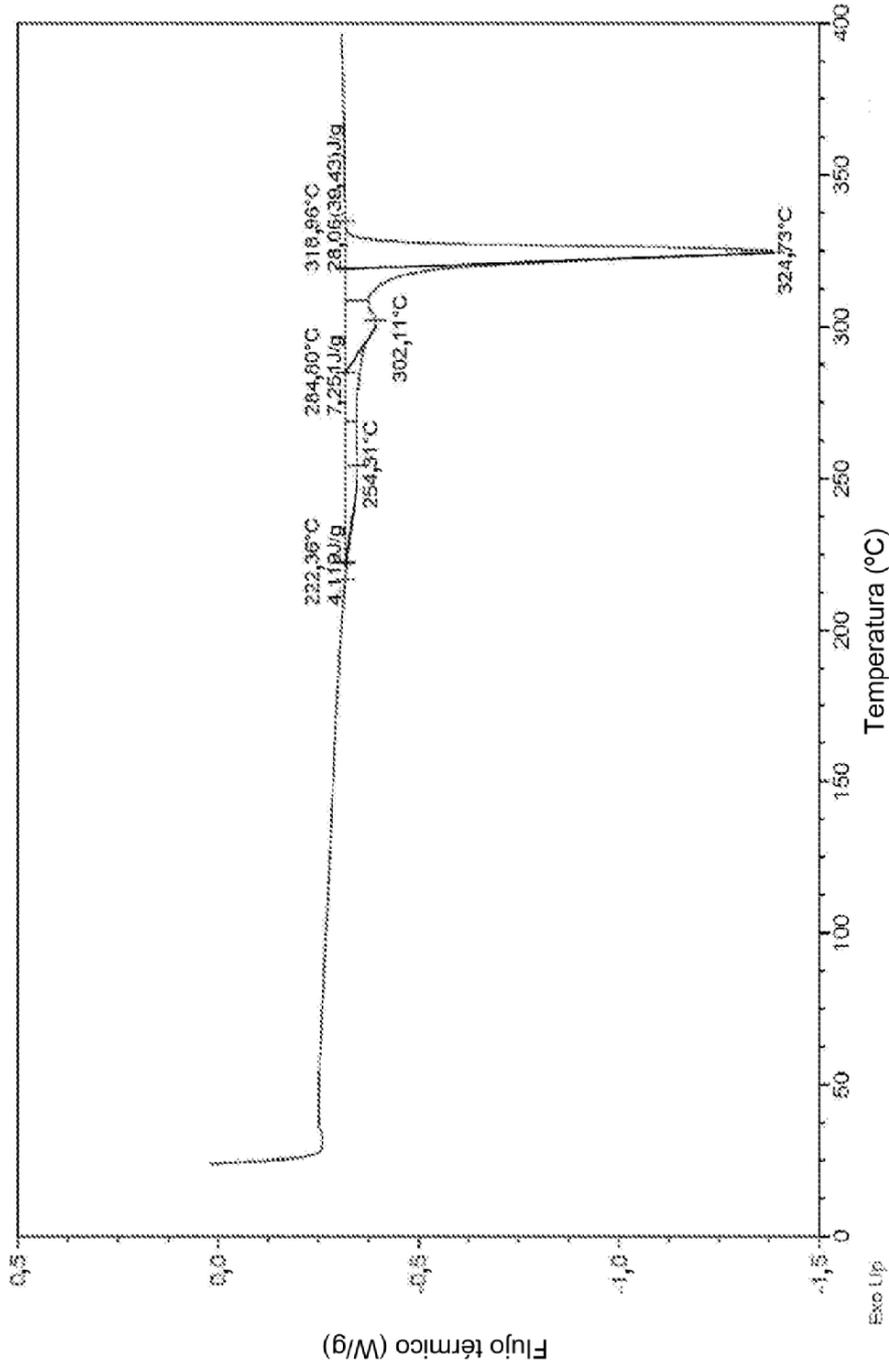


Fig. 10: DSC de los picos de refusión del Experimento 03

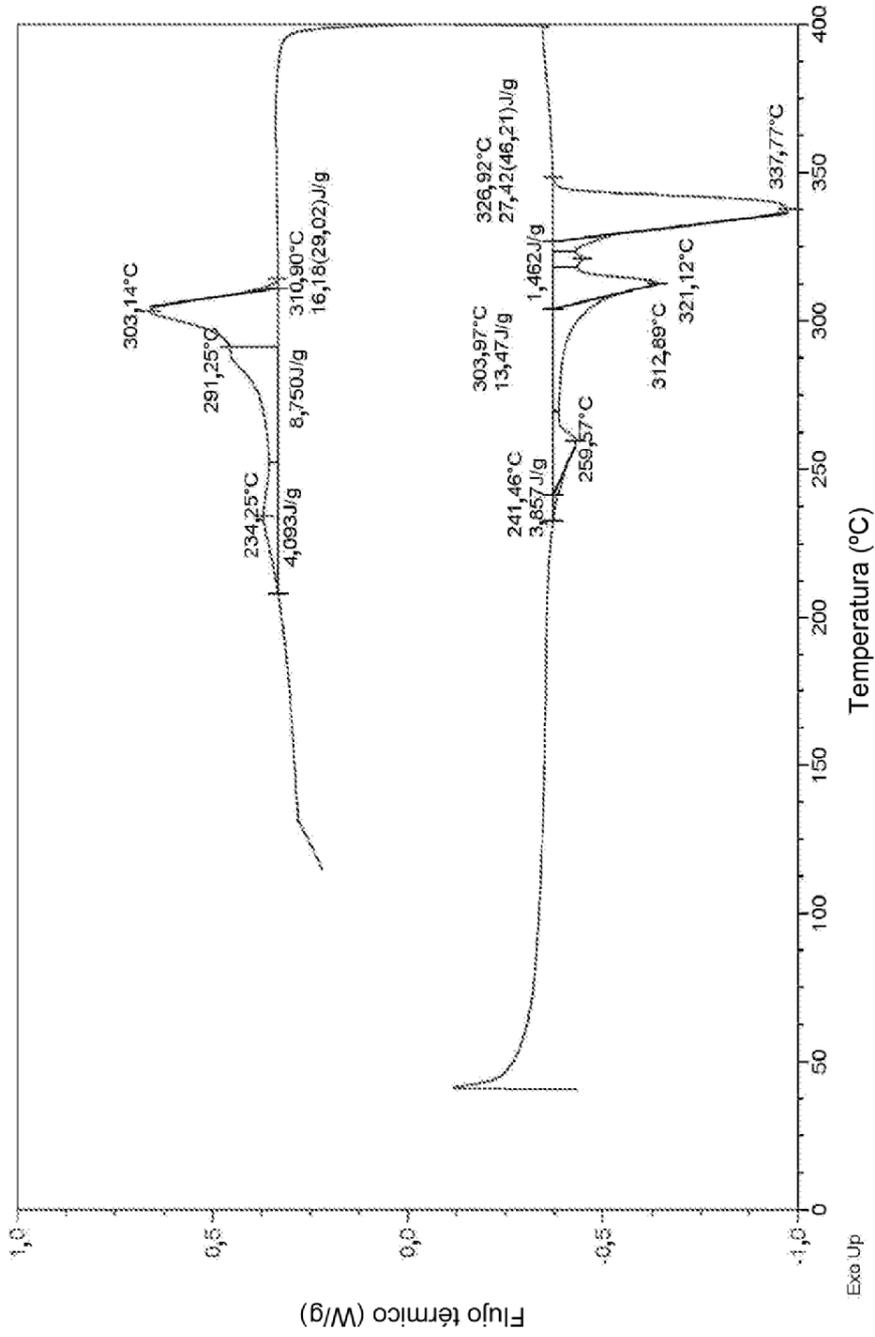


Fig. 11: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 41

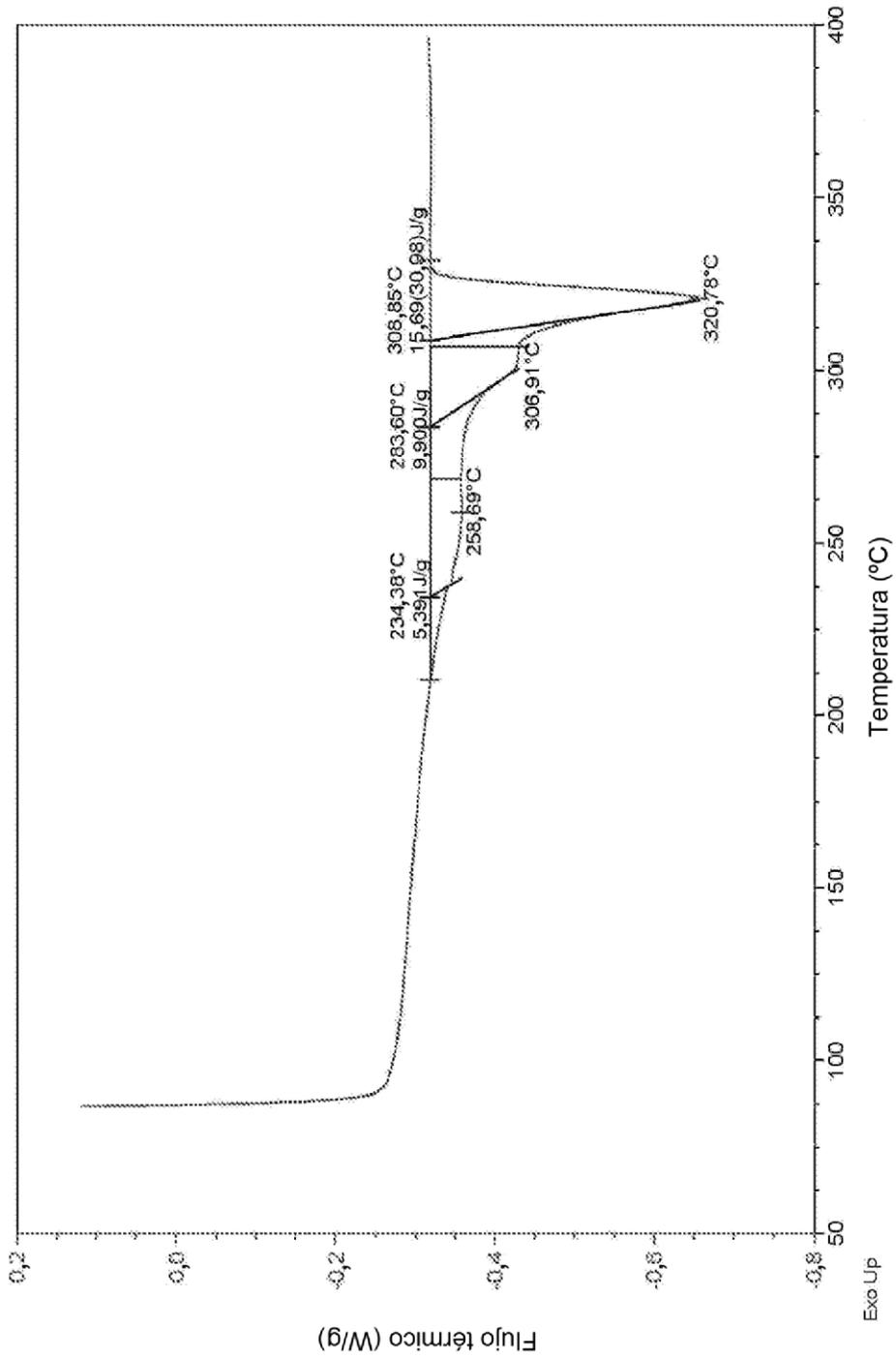


Fig. 12: DSC de los picos de refusión del Experimento 41

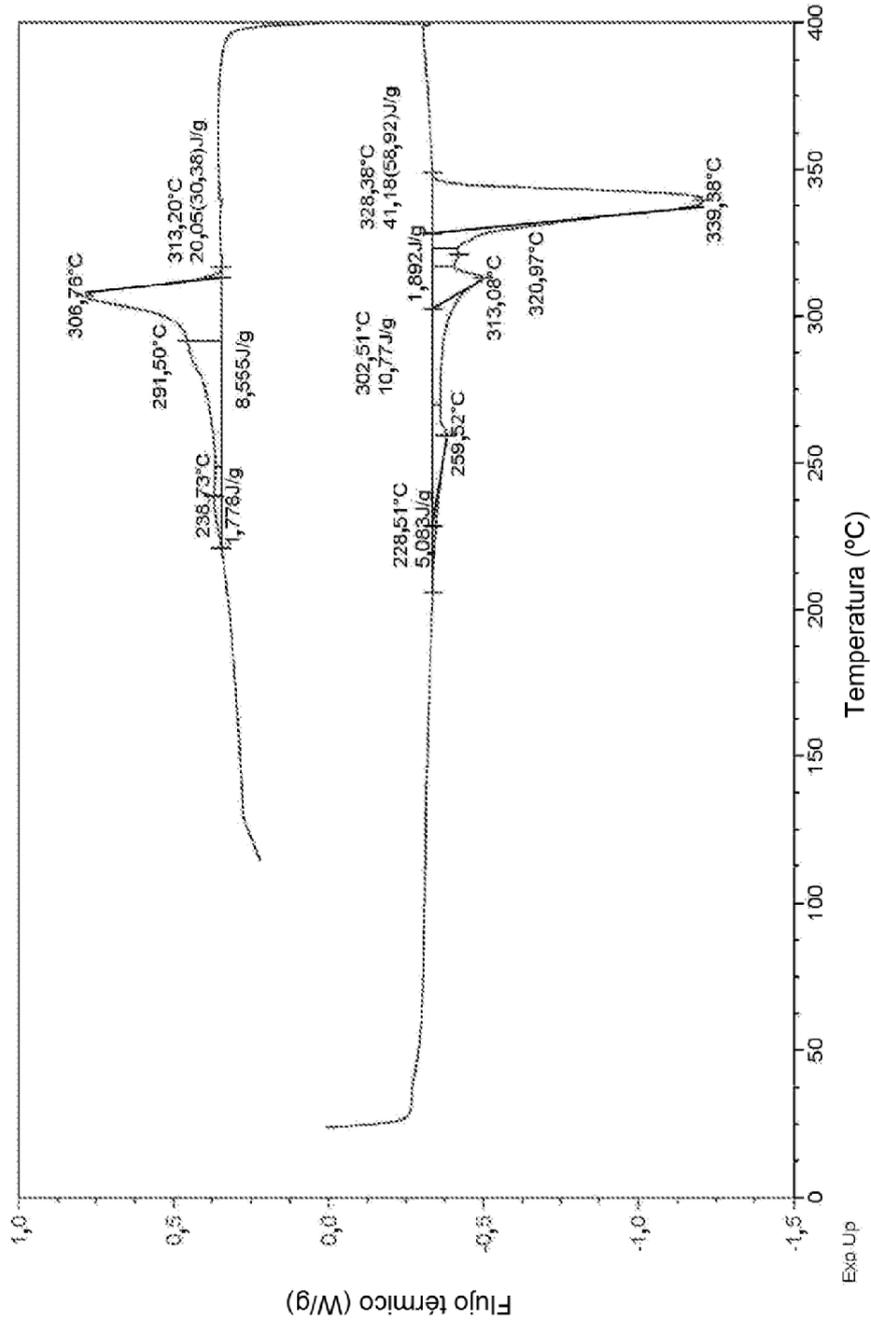


Fig. 13: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 29

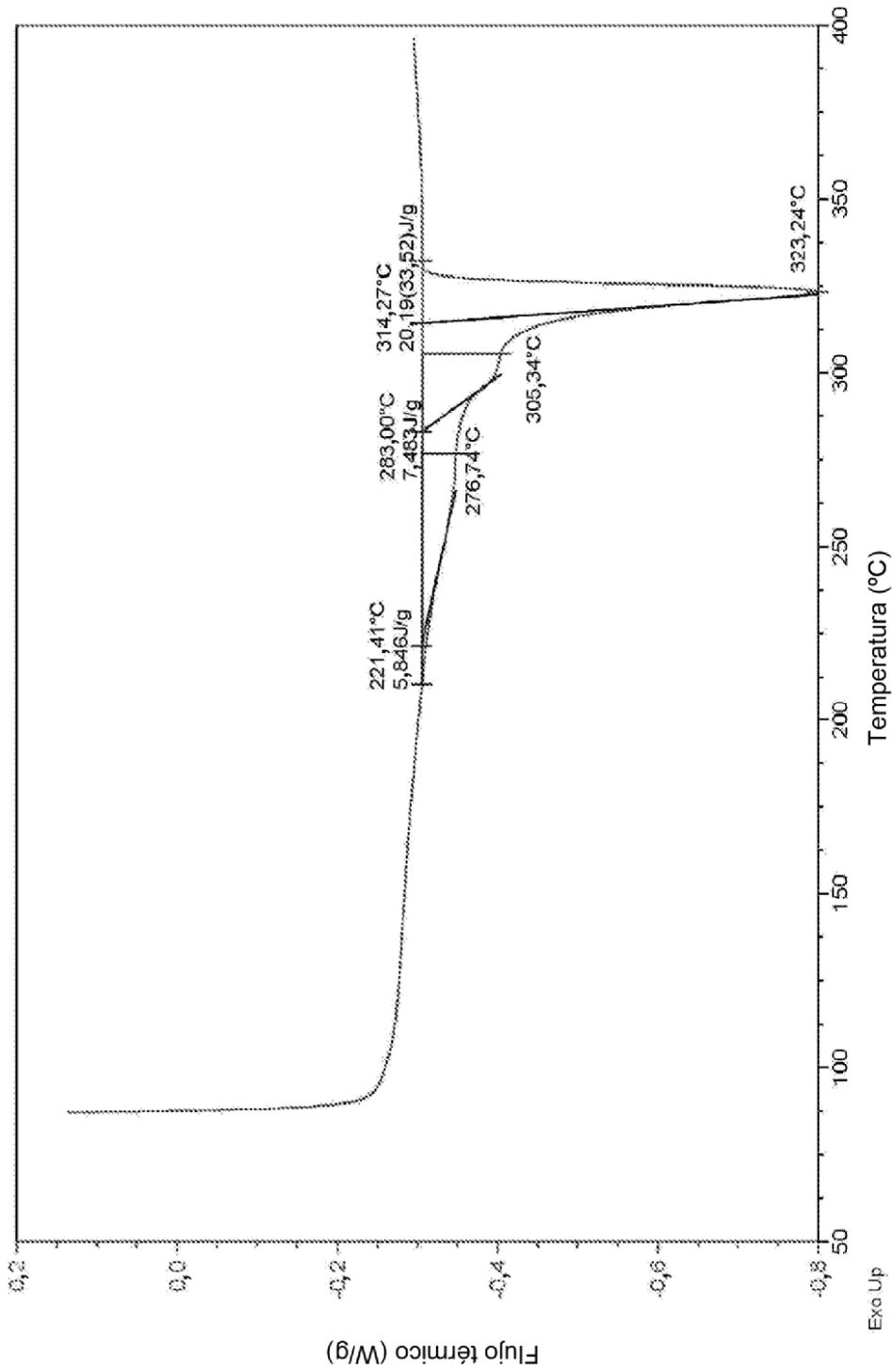


Fig. 14: DSC de los picos de refusión del Experimento 29

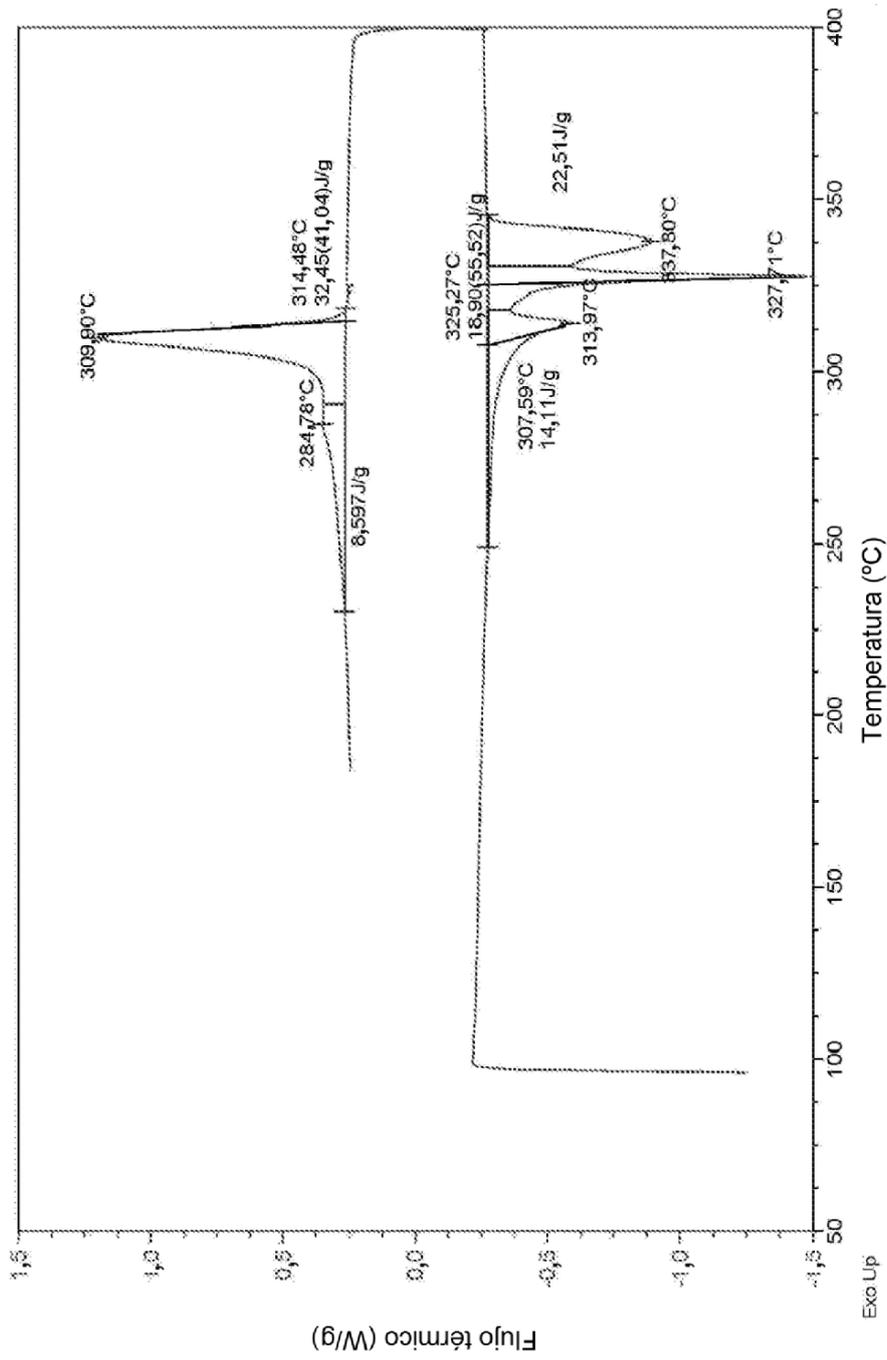


Fig. 15: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 38

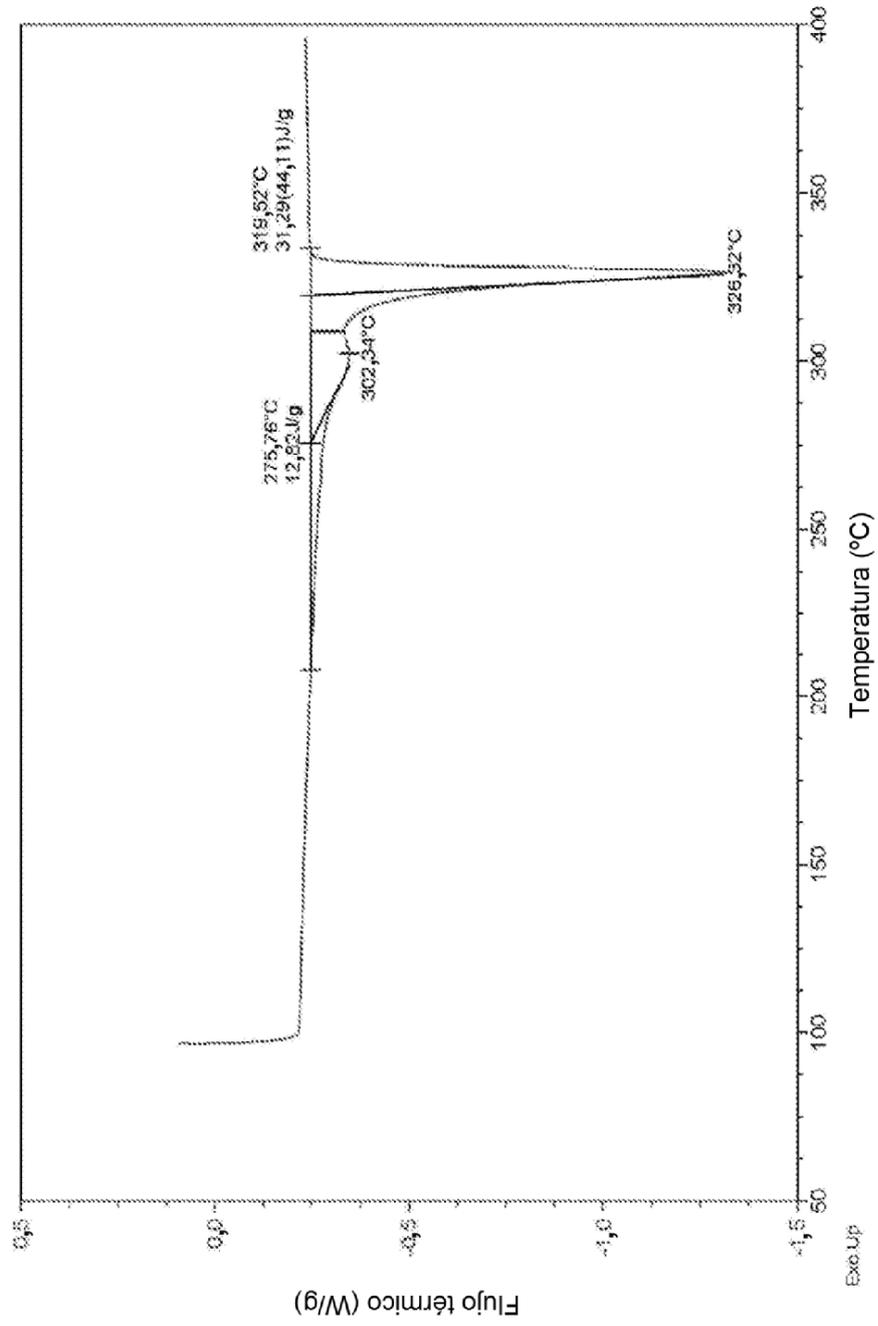


Fig. 16: DSC de los picos de refusión del Experimento 38

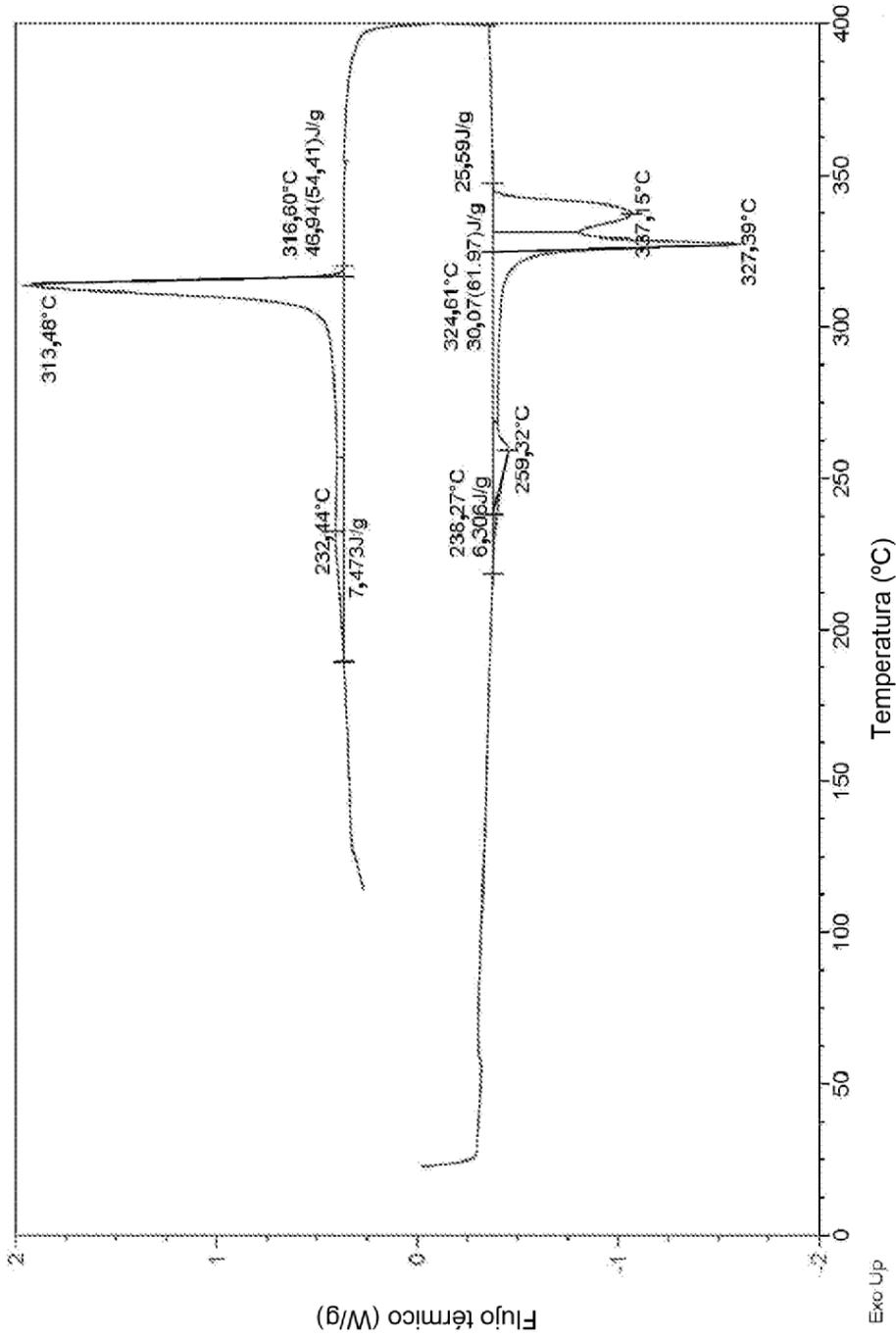


Fig. 17: DSC de los primeros picos de fusión y del pico de fusión del Experimento 39

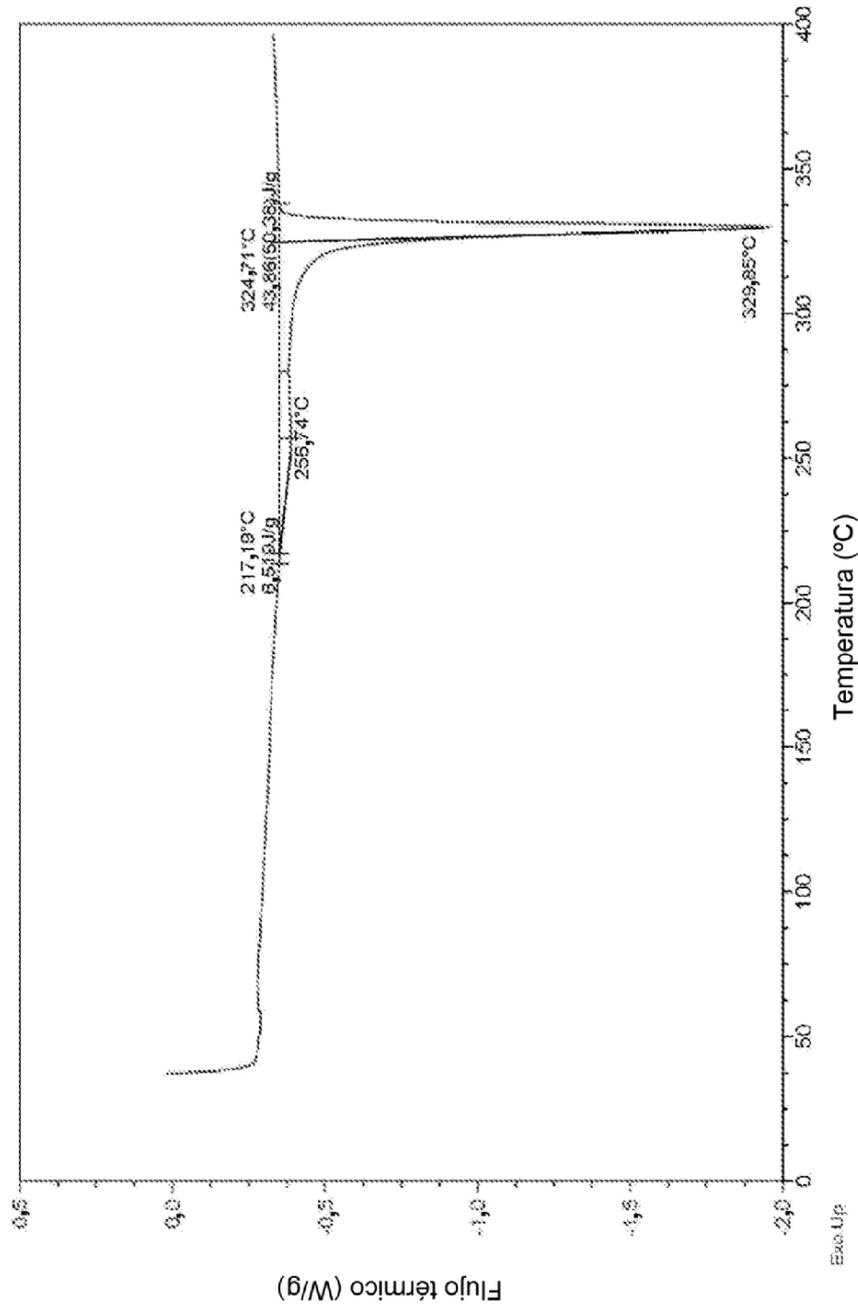


Fig. 18: DSC de los picos de refusión del Experimento 39

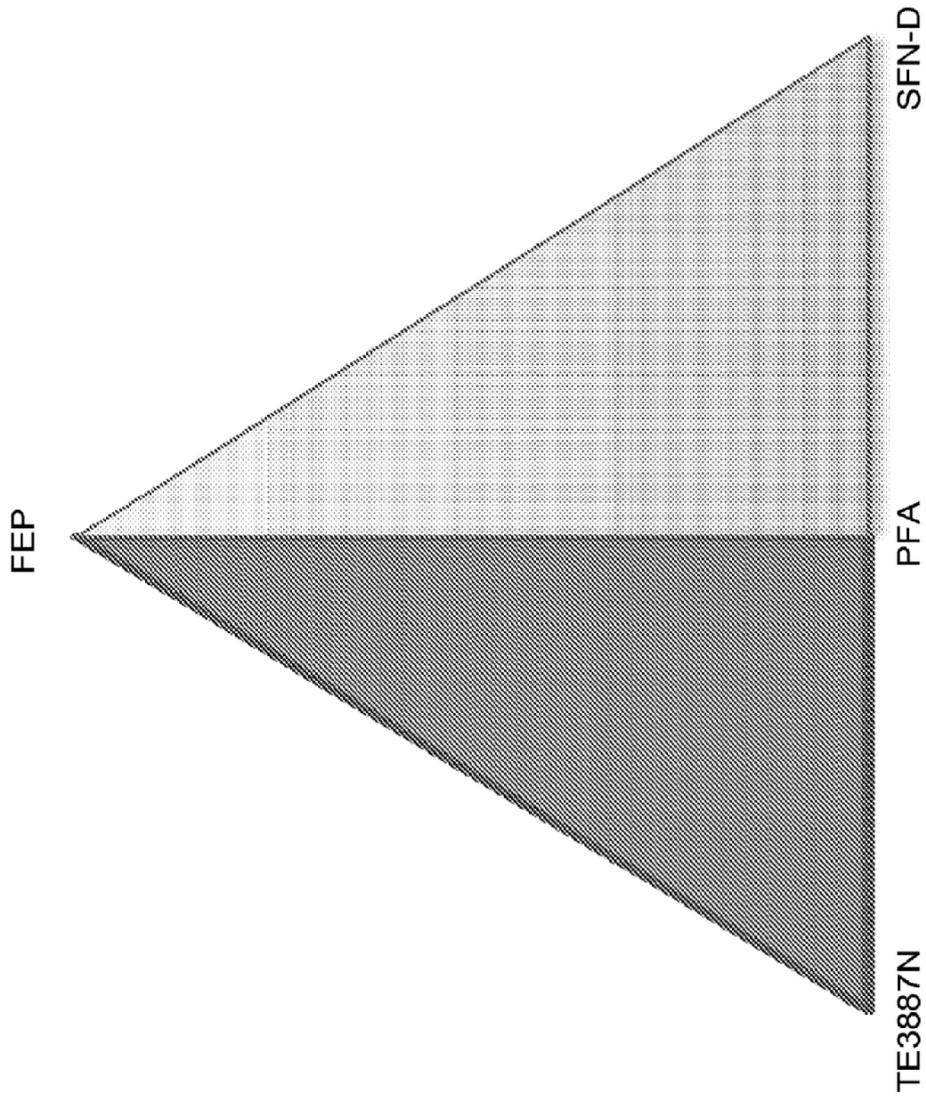


Fig. 19

Gráfico de contorno del BRILLO

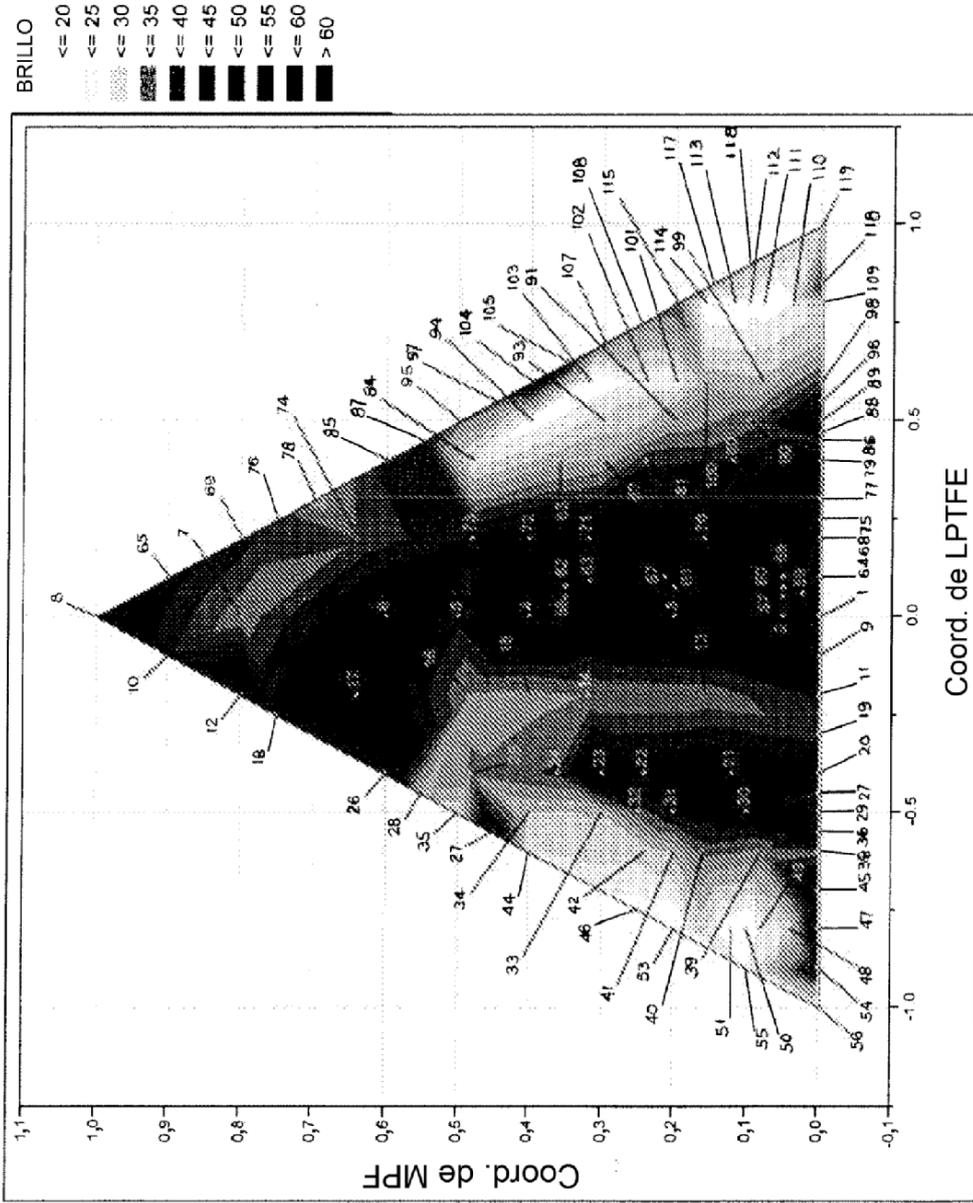


Fig. 20

Gráfico de contorno de ángulo de contacto

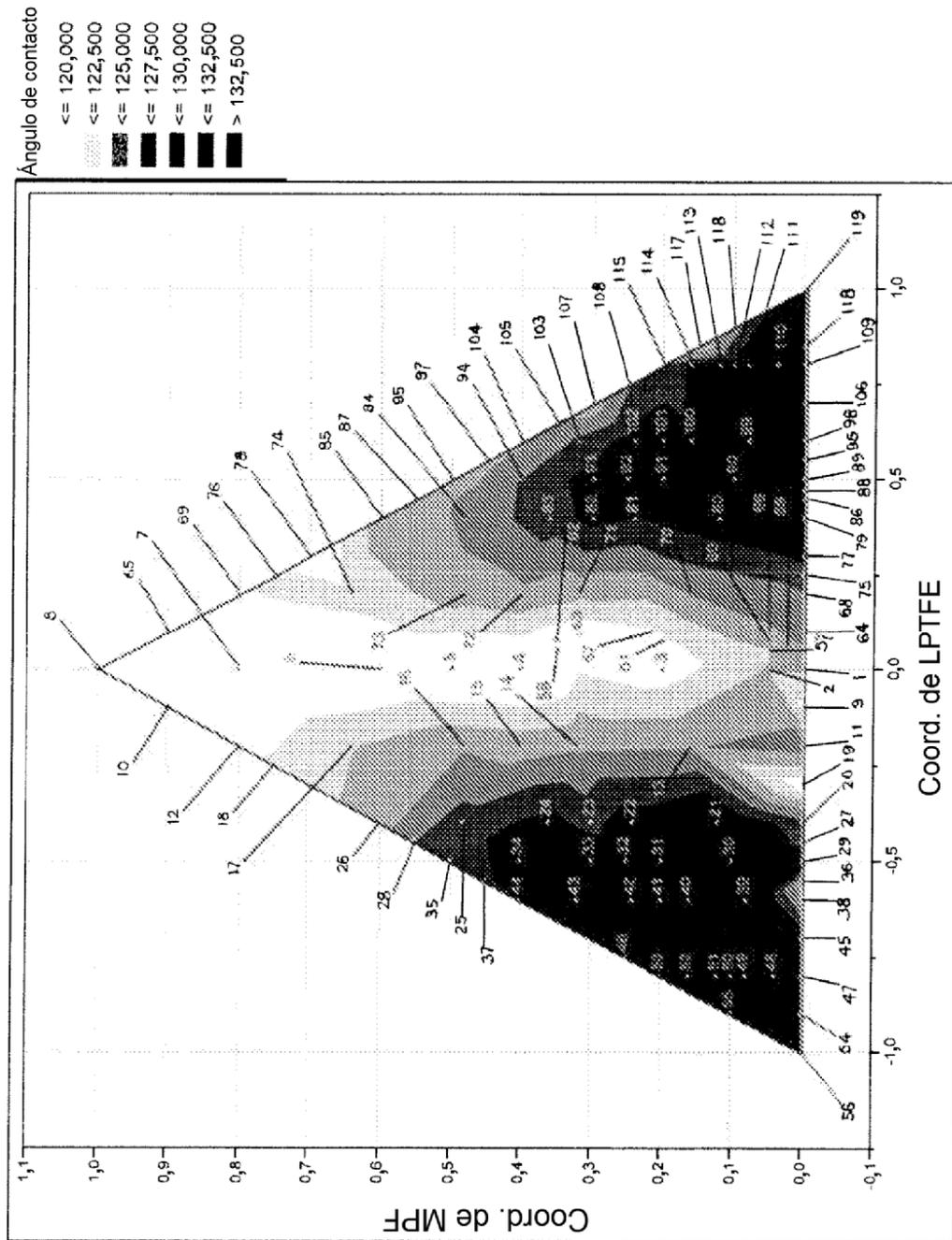


Fig. 21

Gráfico de contorno para el lápiz

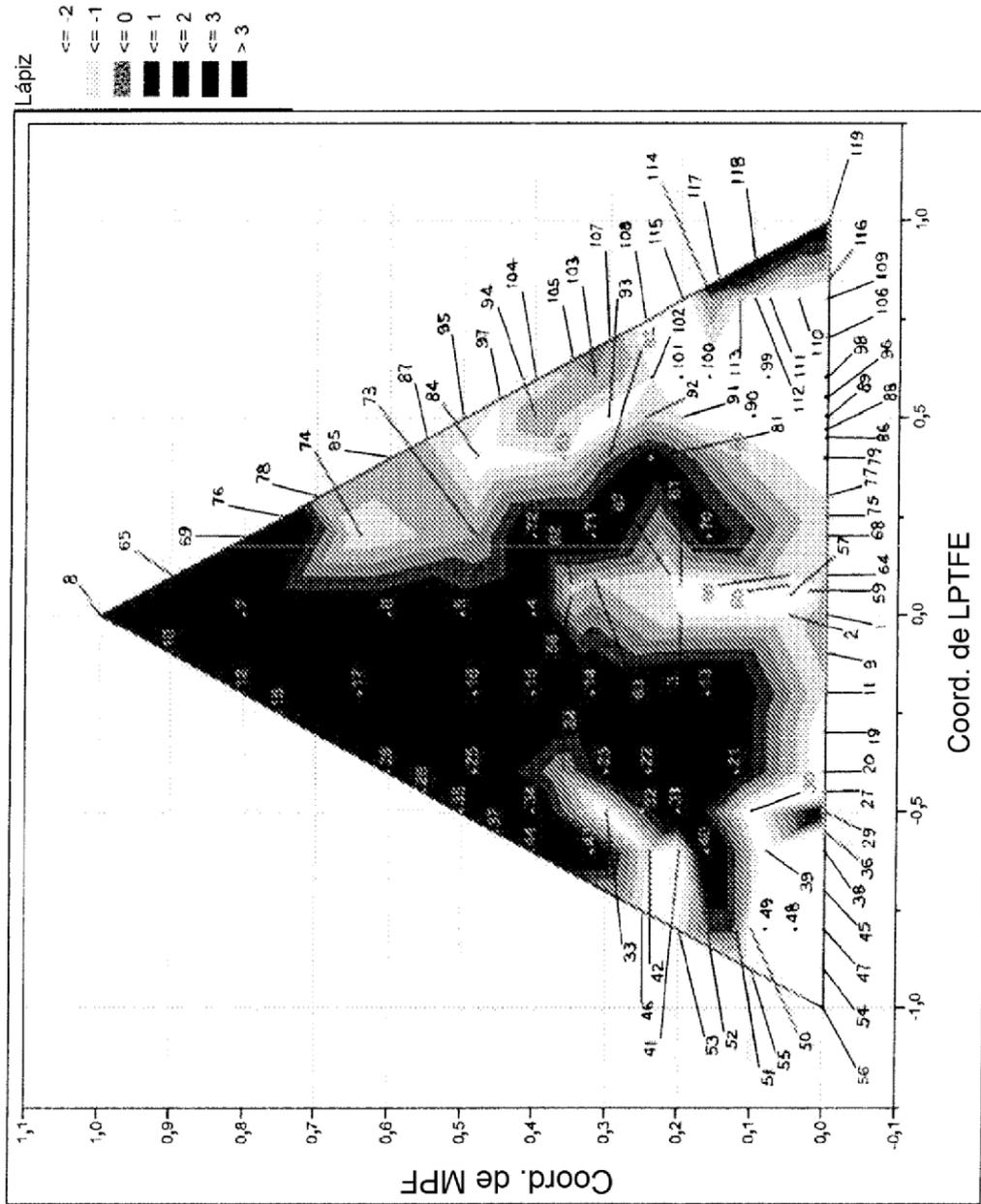


Fig. 22

Gráfico de contorno para la 1ª fusión

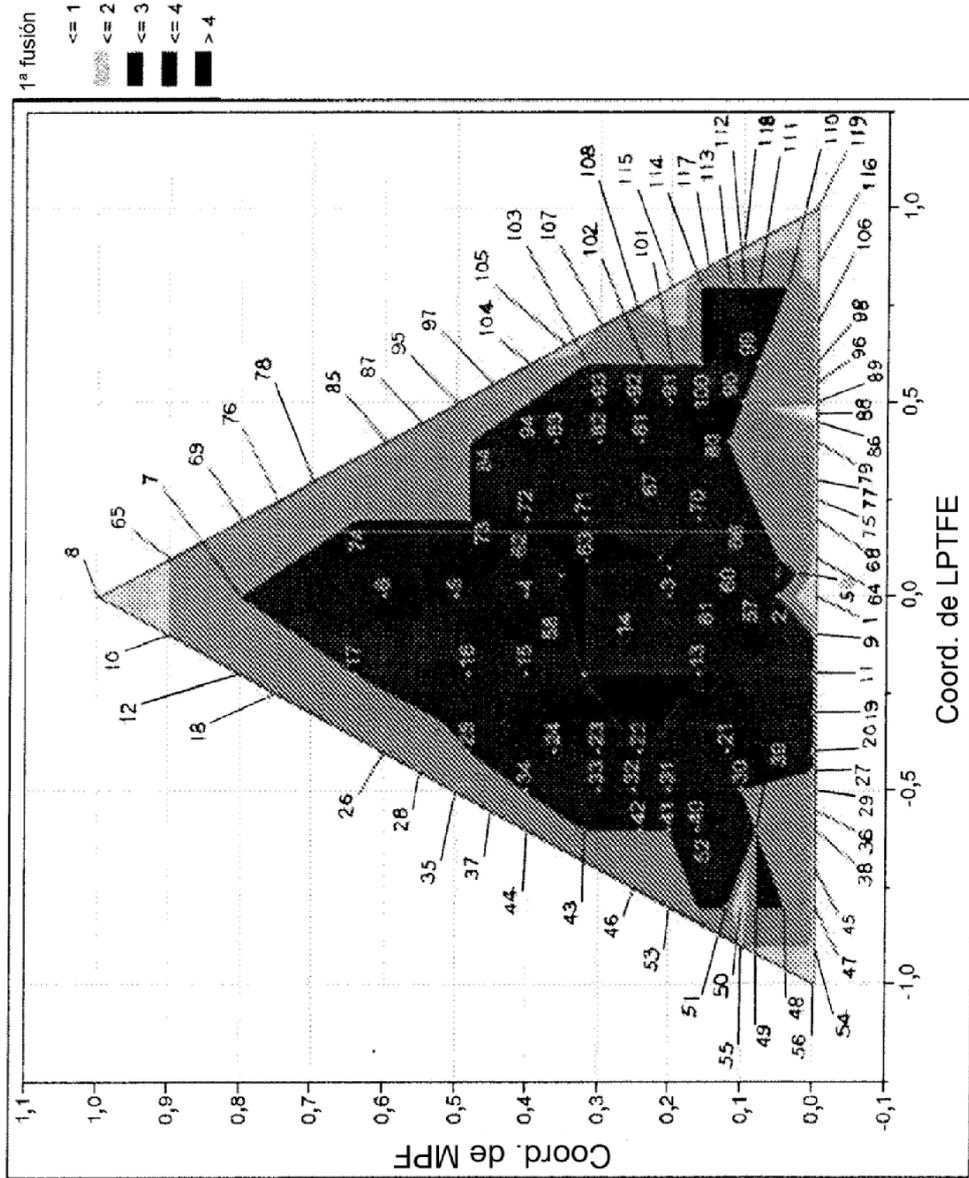


Fig. 25a

Gráfico de contorno para la diferencia de DHF

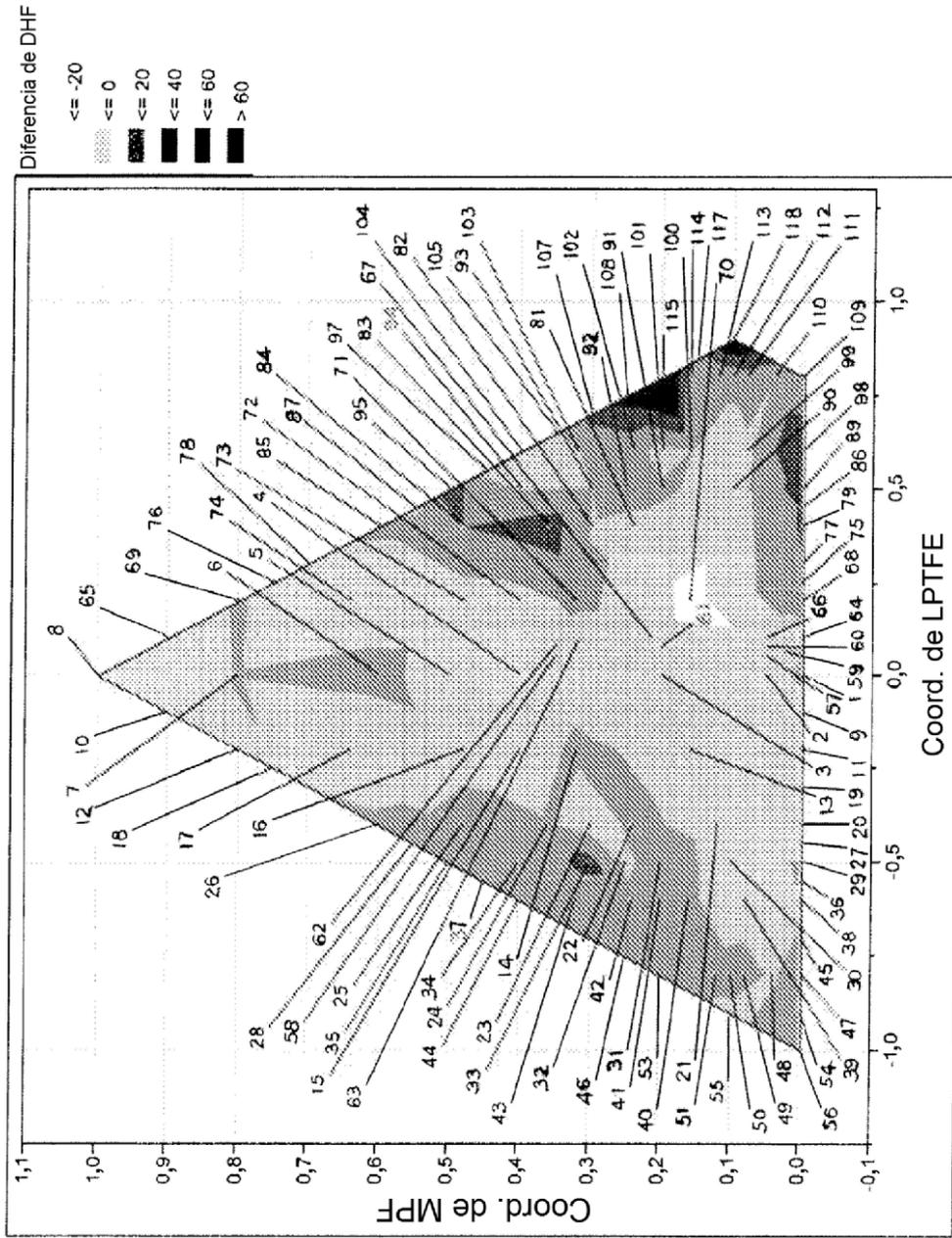


Fig. 26

Gráfico de contorno para la diferencia de DH2

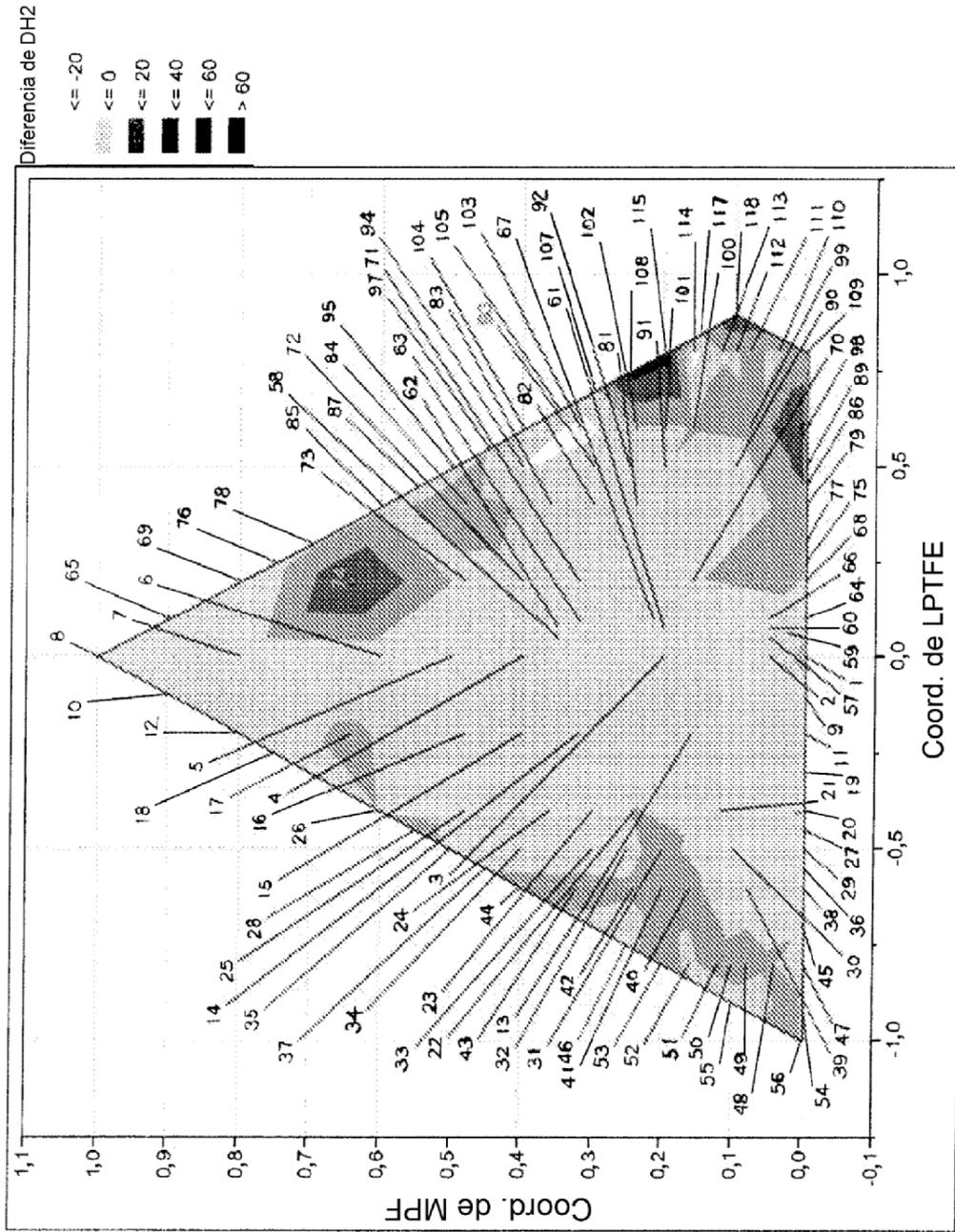


Fig. 27

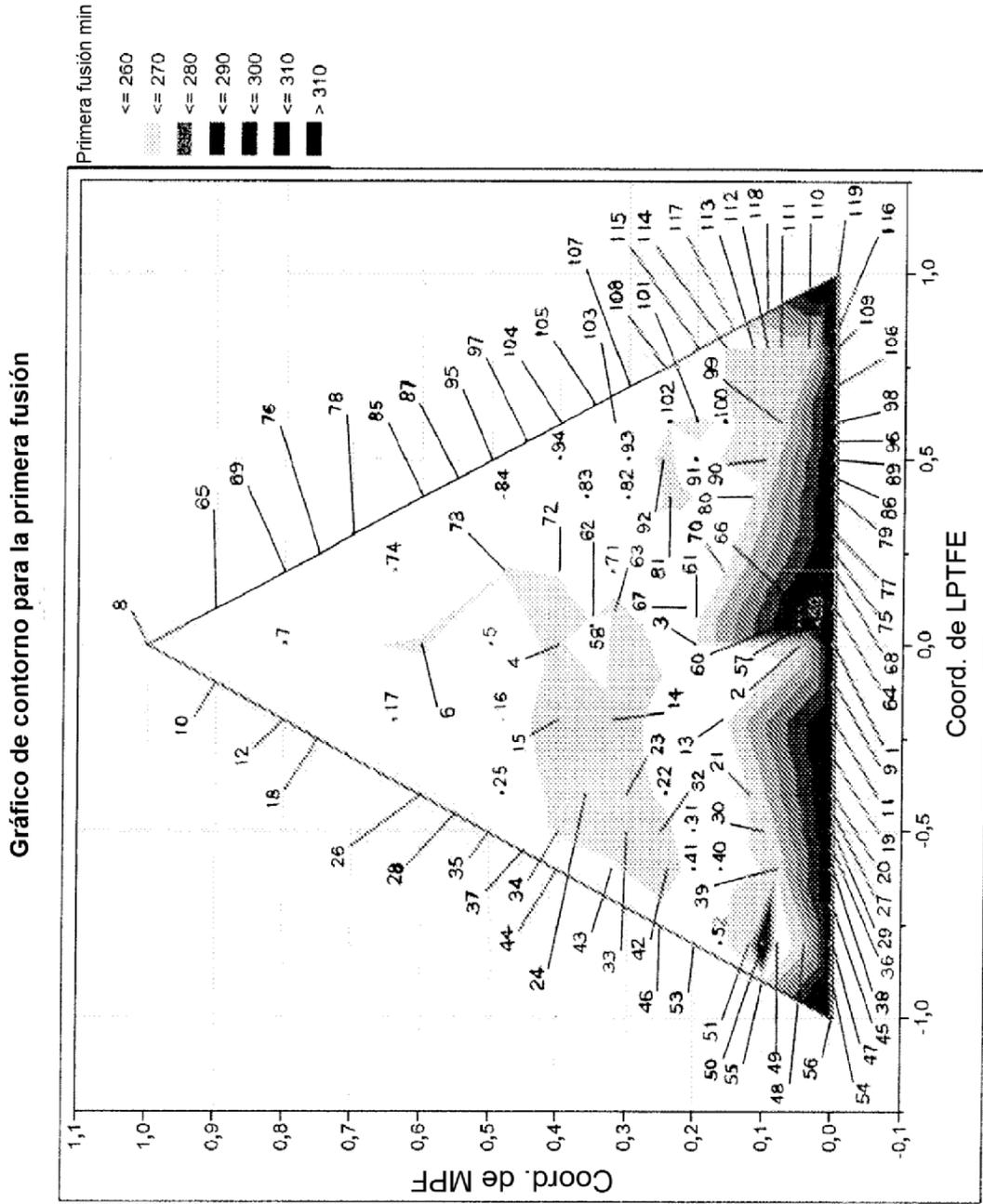


Fig. 28

Gráfico de contorno para la fusión min

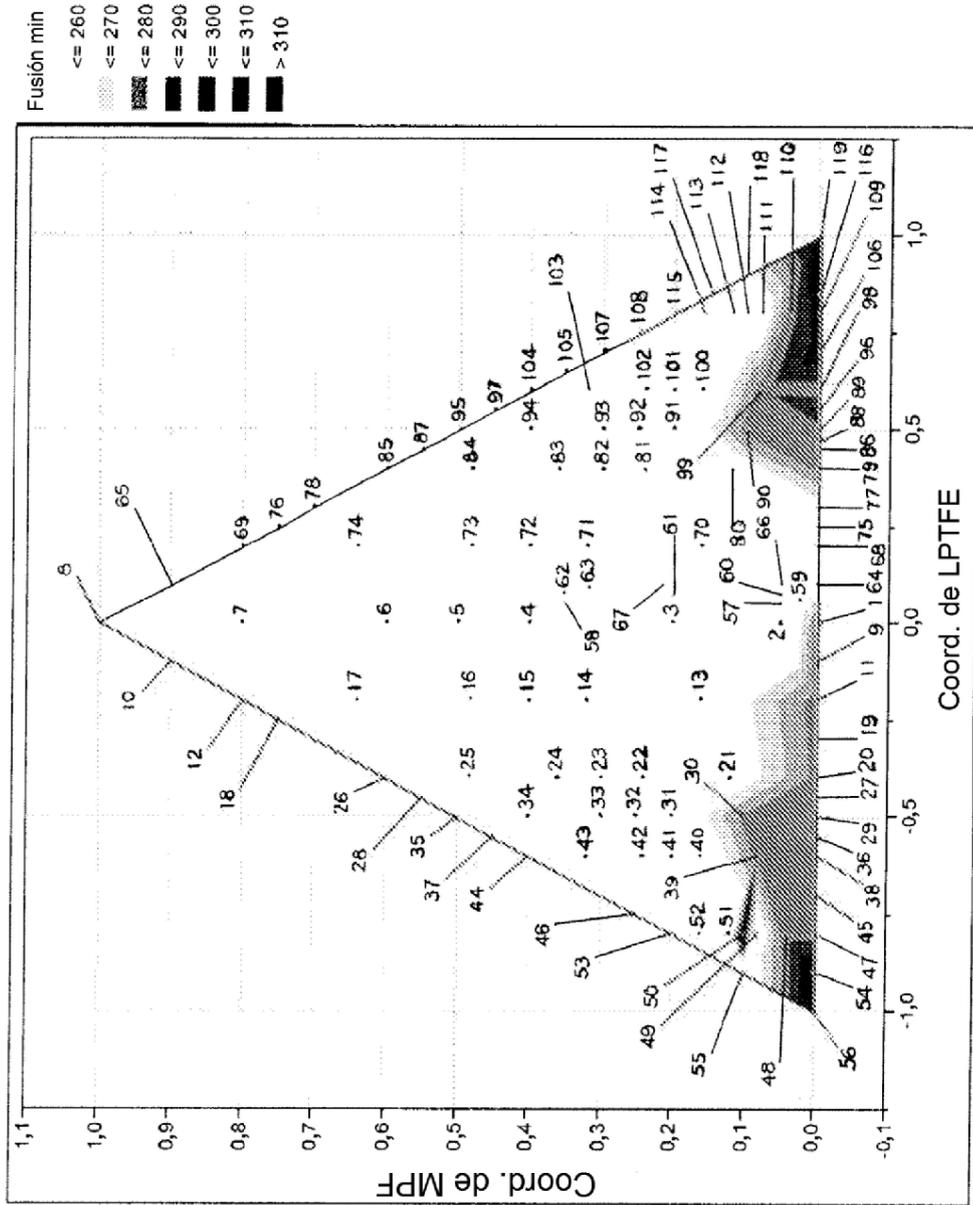


Fig. 29

Gráfico de contorno para la segunda fusión min

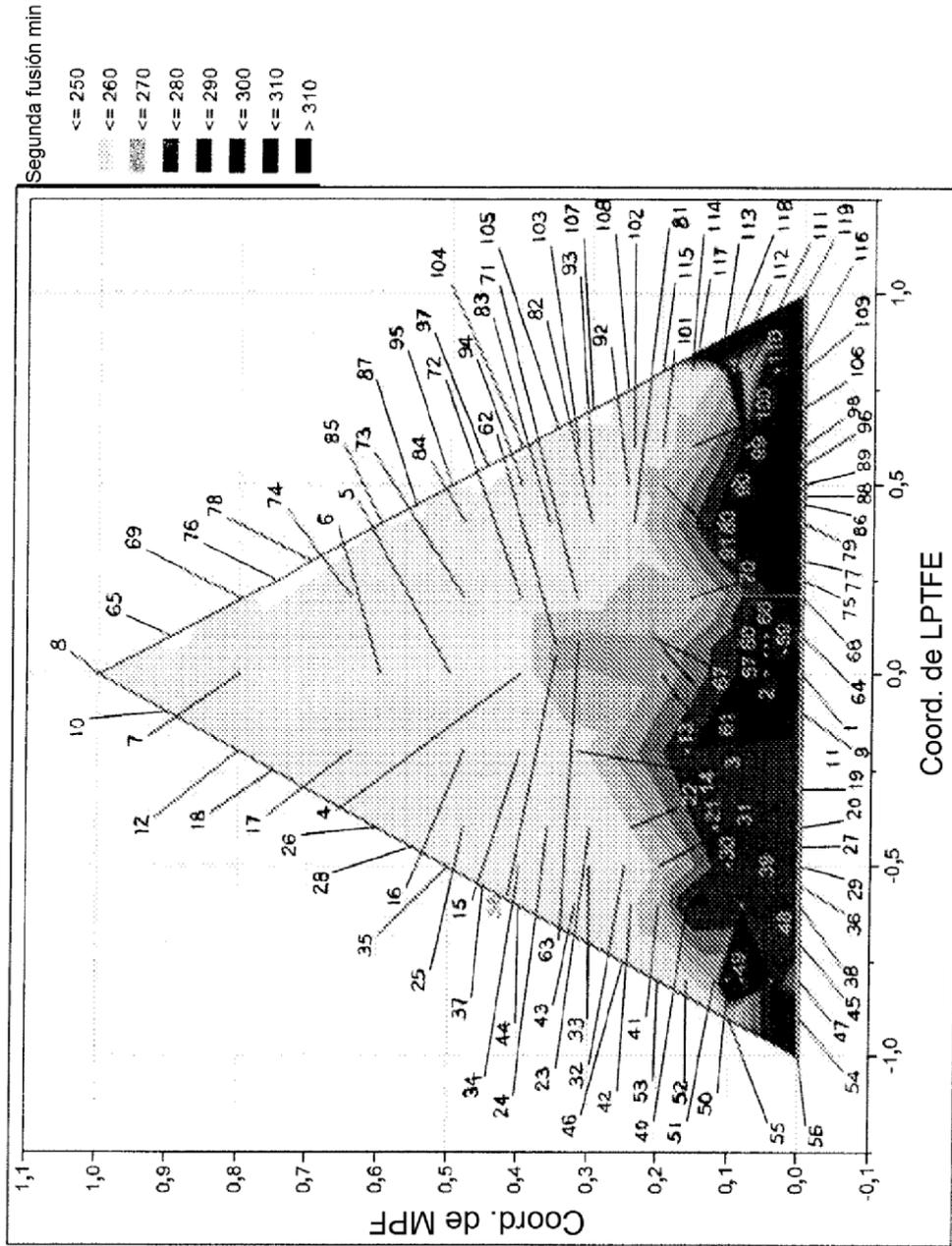


Fig. 30