

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 609 928**

51 Int. Cl.:

B64D 15/02 (2006.01)
B64D 15/12 (2006.01)
C08G 18/66 (2006.01)
C08G 18/08 (2006.01)
C08G 18/42 (2006.01)
C09J 7/02 (2006.01)
C09J 133/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.07.2008** **PCT/US2008/071293**
87 Fecha y número de publicación internacional: **19.02.2009** **WO09023424**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.07.2008** **E 08782429 (8)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.10.2016** **EP 2183331**

54 Título: **Películas resistentes a la erosión para usar en superficies aerodinámicas calentadas**

30 Prioridad:

10.08.2007 US 837293

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.04.2017

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY-3M
CENTER (100.0%)
P.O. Box 33427
St. Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

**MARX, RYAN E.;
FEISEL, BRYAN C. y
WEISS, DOUGLAS E.**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 609 928 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

Películas resistentes a la erosión para usar en superficies aerodinámicas calentadas

5 Esta invención se refiere a películas protectoras resistentes a la erosión que pueden usarse en superficies aerodinámicas junto con aparatos de deshielo.

10 La patente US-5.544.845 describe supuestamente un aparato de protección del hielo que incluye una capa de poliuretano superior, una capa activa y una capa base curada conjuntamente en una matriz unitaria, en donde la capa base es poliuretano o cloropreno.

15 La patente US-2005/271.881 describe supuestamente un método que se refiere a recubrimientos resistentes a la abrasión que comprende depositar sobre un sustrato uno más recubrimientos, en donde un recubrimiento comprende un prepolímero de poliuretano terminado en isocianato y un agente de curado; en donde los agentes de curado comprenden ésteres poliaspárticos, cetiminas, aldiminas o una combinación que comprende, al menos, uno de los agentes de curado anteriores; hacer reaccionar el prepolímero de poliuretano terminado en isocianato con un agente de curado; en donde la reacción se puede llevar a cabo opcionalmente en presencia de humedad o calor; y curar el prepolímero de poliuretano terminado en isocianato para formar el recubrimiento. La referencia describe supuestamente el uso del recubrimiento para proteger algunas superficies de aeronaves.

20 WO 2006/085054 describe supuestamente una malla calefactora electrotérmica antihielo o de deshielo de un aspa de rotor de helicóptero o de otra superficie aerodinámica, que comprende un sustrato que lleva unas pistas de un material de resistividad eléctrica seleccionada, estando formadas estas pistas por impresión sobre el sustrato con una tinta termoendurecible cargada con partículas conductoras de electricidad. También se pueden imprimir buses/terminales eléctricos para el suministro de energía eléctrica a las pistas resistivas utilizando una tinta cargada con partículas de material de mayor conductividad, tal como cobre o plata.

30 WO 2006/118883 describe una película protectora multicapa que comprende una primera capa, una segunda capa y una capa de PSA. La primera capa comprende, al menos, un poliuretano con base de poliéster, un poliuretano con base de policarbonato o una combinación o mezcla de ambos. La segunda capa comprende, al menos, un poliuretano termoplástico con base de policaprolactona. La capa de PSA comprende un adhesivo sensible a la presión. Una superficie principal de la primera capa se une a una superficie principal de la segunda capa y la capa de PSA se une a una superficie principal opuesta de la segunda capa, de tal manera que la segunda capa se intercala entre la primera capa y la capa de PSA.

35 WO 99/19414 describe una película multicapa dispuesta sobre un sustrato, comprendiendo la película multicapa: (a) una capa de red de polímero interpenetrante (IPN); y (b) al menos una capa de polímero que contiene flúor.

40 En resumen, la presente descripción proporciona una construcción resistente a la erosión que comprende, en primer lugar, un elemento de aeronave que comprende: un segmento de piel de aeronave que tiene una superficie externa y un mecanismo de deshielo asociado a dicho segmento de piel de aeronave capaz de calentar dicha superficie externa a temperaturas superiores a 65 °C; y, en segundo lugar, una cinta que comprende: al menos una capa que comprende una red de polímero semiinterpenetrante que comprende un polímero acrílico reticulado y un polímero no reticulado, seleccionado del grupo consistente en poliuretano, poliurea y polímero mixto de poliuretano/poliurea y una capa adhesiva; en donde la cinta se une a la superficie externa del segmento de piel de aeronave mediante la capa adhesiva. En una realización, la cinta contiene polímero no reticulado además del adhesivo. El polímero reticulado puede comprender, de forma adicional, un componente de acrilato. El polímero reticulado puede ser un polímero reticulado por radiación. El polímero reticulado puede ser un polímero reticulado por haz de electrones o un polímero reticulado por UV. La capa adhesiva puede comprender un adhesivo acrílico. La superficie externa del segmento de piel de aeronave puede incluir una o más capas de pintura, imprimación, o ambas. El segmento de piel de aeronave es, de forma típica, una parte de un ala de avión o una parte de un rotor de helicóptero.

55 La presente descripción proporciona una construcción resistente a la erosión que comprende, en primer lugar, un elemento de aeronave que comprende: un segmento de piel de aeronave que tiene una superficie externa y un mecanismo de deshielo asociado a dicho segmento de piel de aeronave capaz de calentar dicha superficie externa a temperaturas superiores a 65 °C; y, en segundo lugar, una cinta que comprende: al menos una capa que comprende una red de polímero semiinterpenetrante que comprende un polímero acrílico reticulado y un polímero no reticulado, seleccionado del grupo consistente en poliuretano, poliurea y polímero mixto de poliuretano/poliurea y una capa adhesiva; en donde la cinta se une a la superficie externa del segmento de piel de aeronave mediante la capa adhesiva. El polímero reticulado puede comprender, de forma adicional, un componente de acrilato. El polímero reticulado puede ser un polímero reticulado por radiación. El polímero reticulado puede ser un polímero reticulado por haz de electrones o un polímero reticulado por UV. La capa adhesiva puede comprender un adhesivo acrílico.

65 El segmento de piel de aeronave puede ser cualquier segmento externo asociado a un mecanismo de deshielo y es, de forma típica, una parte de un ala de avión o una parte de un rotor de helicóptero. El segmento de piel y su superficie externa pueden ser de cualquier material adecuado, incluidos metales, compuestos y similares. En

algunas realizaciones, la superficie externa del segmento de piel del avión puede incluir una o más capas de pintura, imprimación, o ambas. En esas realizaciones, la superficie externa del segmento de piel de aeronave incluye una o más capas de imprimación sobre la que se aplican una o más capas de pintura, que puede incluir capas originales de fábrica o capas de reimprimación o repintado o combinaciones de las mismas. En otras realizaciones, la superficie externa del segmento de piel de aeronave puede ser material de metal o compuesto sin pintar.

El mecanismo de deshielo puede ser cualquier mecanismo adecuado capaz de calentar dicha superficie externa a temperaturas superiores a 65 °C, de forma más típica, superiores a 80 °C, de forma más típica, superiores a 100 °C y de forma más típica superiores a 120 °C. Los mecanismos típicos pueden incluir mecanismos alimentados con electricidad, como calentadores con resistencias o calentadores por radiación, o mecanismos que incluyan conductos de conducción del chorro de escape redireccionado.

De forma típica, la cinta puede permanecer sustancialmente sin burbujas después de un ciclo de la prueba siguiente: humidificación en una cámara de humedad a 45 °C y HR del 95% durante 7 horas, seguido de calentamiento a una temperatura de 123 °C con una duración de 5 minutos, seguido de un enfriamiento a 25 °C. De forma más típica, la cinta puede permanecer sustancialmente sin burbujas después de diez ciclos y, de forma más típica, cien ciclos.

En algunas realizaciones, la cinta comprende un polímero elastomérico reticulado. Puede utilizarse cualquier polímero elastomérico reticulado adecuado, incluidos cauchos, cauchos naturales, cauchos de butilo, poliisoprenos, polibutadienos, cauchos de SBR, de NBR, de HNBR, de EPM, de EPDM, flouroelastómeros, siliconas, cauchos de polisulfuro, polietilenos clorosulfonados, polietilenos clorados, poliuretanos, poliureas y similares, o mezclas de los mismos. Otros polímeros elastoméricos reticulados adicionales que pueden ser útiles pueden ser los descritos en Gent, ed., Engineering with Rubber: How to Design Rubber Components, 2ª ed. (Hanser Gardner 2001).

En algunas realizaciones, la cinta comprende, al menos, una capa que comprende un polímero reticulado seleccionado del grupo que consiste en poliuretano reticulado, poliurea reticulada y polímero reticulado mixto de poliuretano/poliurea y una capa adhesiva. Se puede usar cualquier poliuretano reticulado o poliurea reticulada adecuados. Los poliuretanos adecuados pueden incluir polímeros de poliisocianatos y polioles. Las poliureas adecuadas pueden incluir polímeros de poliisocianatos y poliaminas. En algunas realizaciones, el polímero reticulado puede ser un polímero mixto de poliuretano/poliurea derivado de poliisocianatos y una mezcla de polioles y poliaminas. Se puede usar cualquier poliisocianato, poliol o poliamina adecuado. Los poliisocianatos adecuados pueden incluir isocianatos aromáticos, isocianatos alifáticos, poliisocianatos o combinaciones de los mismos. Los isocianatos aromáticos adecuados pueden incluir diisocianato de difenil-metileno, diisocianato de 1,4-fenileno, diisocianato de 1,3-fenileno, difenilmetano-4,4'-diisocianato de 3,3'-dimetilo, 2,2'-diisocianato de difenilmetano, diisocianato de naftaleno, diisocianato de 4,4'-bifenilo, diisocianato de 1,5-naftaleno, diisocianato de 2-metil-1,5-naftaleno, diisocianato de 2,4-tolueno y diisocianato de 2,6-tolueno y mezclas de los dos isómeros, 2,4'-diisocianato de difenilmetano, diisocianato de 4-etil-m-fenileno y similares o mezclas de los mismos. Los isocianatos alifáticos adecuados pueden incluir diisocianato de 2,4,4-trimetilhexametileno, diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno, diisocianato de 1,4-ciclohexano, diisocianato de 1,3-ciclohexilo, diisocianato de trimetilhexametileno, diisocianato de isoforona (IPDI), diisocianato de decametileno, diisocianato de metileno, metileno-bis(4-ciclohexilisocianato) (H12MDI), diisocianato de dimerilo, diisocianato de trans-1,4-ciclohexano, diisocianato de hexametileno y similares, o mezclas de los mismos. Otros isocianatos adecuados pueden incluir poliisocianatos, incluidos aquellos con base de cualquiera de los anteriores. Los polioles adecuados pueden incluir polioles de poliéster, polioles de policaprolactona, polioles de poliéter, polioles de polibutadieno terminado en hidroxilo y polibutadieno hidrogenado, polioles de policarbonato y similares, o mezclas de los mismos. Las poliaminas adecuadas pueden incluir polieteraminas JEFFAMINE® y similares, o mezclas de los mismos. Además, se pueden incluir extensores de cadena, que son, de forma típica, compuestos difuncionales monoméricos o de bajo peso molecular. Extensores de cadena hidroxílicos adecuados pueden incluir etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, neopentilglicol, 1,4-butanodiol y 2-metil-1,3-propilenodiol y similares, o mezclas de los mismos. Extensores de cadena amínicos adecuados pueden incluir 1,4-diaminobutano, etilendiamina, 1,2-diaminopropano, 1,3-diaminopropano, 1,2-diaminociclohexano, isoforondiamina, diaminas cicloalifáticas secundarias, dietiltoluenodiamina y similares, o mezclas de los mismos.

En una realización, el polímero reticulado puede comprender, de forma adicional, un componente de acrilato. El componente de acrilato se deriva de cualquier precursor de componente adecuado de acrilato, que es cualquier monómero, oligómero o polímero adecuado con un enlace doble de acrilato disponible para la polimerización. En algunas realizaciones, los precursores de componente de acrilato son reticulados por haz de electrones u otra radiación durante la formación de la cinta para formar el componente de acrilato que estará presente fundamentalmente en la cinta terminada.

En una realización, el precursor del componente de acrilato es copolimerizado en el poliuretano o la poliurea antes de la reticulación del precursor del componente de acrilato. Los acrilatos adecuados de este tipo, tal como el SR495B utilizado en los ejemplos siguientes, incluyen uno o más grupos que polimerizan con el poliuretano o la poliurea, como el alcohol o grupos amino y uno o más enlaces dobles de acrilato disponibles para la polimerización. Otras especies adecuadas pueden incluir acrilatos de caprolactona, acrilato de hidroxietilo, pentaacrilato de dipentaeritritol y similares, o mezclas de los mismos.

En una realización, el precursor del componente de acrilato es mezclado con el poliuretano o la poliurea antes de la reticulación del precursor del componente de acrilato. En esta realización, el poliuretano o la poliurea forman

una red de polímero interpenetrante o semiinterpenetrante con el componente de acrilato reticulado en la cinta final. Se forma una red de polímeros interpenetrantes cuando tanto el componente de acrilato como el poliuretano o la poliurea son reticulados. Se forma una red de polímeros semiinterpenetrantes cuando el componente de acrilato es reticulado y el poliuretano o la poliurea no lo son. Los acrilatos adecuados de este tipo incluyen CN996, utilizado en los ejemplos siguientes. Los acrilatos adecuados de este tipo son, de forma típica, al menos parcialmente miscibles en el poliuretano o la poliurea.

El polímero reticulado se puede reticular por cualquier medio adecuado, incluida la reticulación por radiación, como por haz de electrones, UV, luz visible, IR y similares, o reticulación covalente obtenida mediante la inclusión de agentes de reticulación o monómeros polifuncionales en el polímero durante la fabricación. Los monómeros polifuncionales pueden incluir poliisocianatos, polioles, poliaminas y similares, o mezclas de los mismos. En una realización, la cinta contiene polímero no reticulado además del adhesivo. En una realización, la cinta no contiene ninguna capa de polímero además del adhesivo que no contenga polímero reticulado.

La cinta es, de forma típica, transparente o translúcida, aunque también puede estar pigmentada. La cinta puede tener cualquier espesor adecuado. Un espesor típico es de entre 0,01 mm y 3,0 mm, de forma más típica entre 0,01 mm y 1,0 mm, de forma más típica entre 0,1 mm y 1,0 mm, de forma más típica entre 0,25 mm y 1,0 mm, y de forma más típica entre 0,25 mm y 0,75 mm.

Se puede usar cualquier capa adhesiva adecuada. En una realización, la capa adhesiva puede comprender un adhesivo acrílico. En una realización, el adhesivo es un adhesivo sensible a la presión. Los adhesivos adecuados pueden incluir acrílicos, poliuretanos, siliconas, copolímeros en bloques de estireno y butadieno, copolímeros en bloques de estireno e isopreno, y similares.

La cinta puede hacerse por cualquier método adecuado, incluidos aquellos demostrados en los ejemplos siguientes. Los métodos adecuados pueden incluir el mezclado de poliuretano o poliurea con un acrilato (p. ej., Ej. 1), extrusión reactiva (p. ej. Ejs. 2-4), o recubrimiento reactivo (p. ej. Ejs. 5 y 6).

Esta invención es útil, por ejemplo, en el diseño, fabricación y mantenimiento de aeronaves, por ejemplo, para proporcionar resistencia a la erosión en una aeronave que utilice un sistema de deshielo interno.

Los objetos y ventajas de la presente memoria se ilustran adicionalmente por los siguientes ejemplos, pero los materiales y cantidades particulares de los mismos citados en dichos ejemplos, así como otras condiciones y detalles, no deberán tomarse como una limitación indebida de la presente invención.

Ejemplos

Salvo que se indique lo contrario, todos los reactivos estuvieron o están disponibles en Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI, o pueden sintetizarse mediante métodos conocidos. La Tabla I describe los materiales usados en los ejemplos.

Tabla I

Material	Descripción
H12MDI	4,4'-diisocianato de diciohexilmetano comercializado como Desmodur W® por Bayer, Pittsburgh, PA, EE. UU.
TONE™ 2221	Caprolactonadiol lineal iniciado con neopentiglicol con un peso molecular de 1000 M comercializado por Dow, Midland, MI, EE. UU.
TONE™ 2241	Caprolactonadiol lineal iniciado con neopentiglicol con un peso molecular de 2000 M comercializado por Dow, Midland, MI, EE. UU.
BDO	1,4-Butanodiol, comercializado por Sigma Aldrich Corp., St. Louis, MO, EE. UU.
CAPA® 3091	Un poliéster triol con grupos terminales primarios hidroxilo que tiene un peso molecular de 900 M comercializado por Solvay Caprolactones, Warrington, Cheshire, Reino Unido.
DBTDL	Catalizador dibutiltindilaureato comercializado como Dabco® T-12 por Air Products, Allentown, PA, EE. UU.
SR495B	SR495B Acrilato de caprolactona, peso molecular 344 M, comercializado por Sartomer, Exton, PA, EE. UU.
CN996	Oligómero de acrilato de uretano alifático comercializado por Sartomer, Exton, PA, EE. UU.
Tinuvin® 292	Estabilizante de luz de amina impedida comercializado por Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY, EE. UU.
Tinuvin® 1130	Absorbente de UV de tipo hidroxifenilbenzotriazol comercializado por Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY, EE. UU.
D-2000	Poliéterdiamina JEFFAMINE® D-2000, peso molecular de aproximadamente 2000 M, comercializado por Huntsman Corp., The Woodlands, TX, EE. UU.
T-5000	Poliétertriamina JEFFAMINE® T-5000, peso molecular de aproximadamente 5000 M, comercializado por Huntsman Corp., The Woodlands, TX, EE. UU.

Pigmento gris	Concentrado de poliuretano gris, comercializado por Americhem, Inc., Cuyahoga Falls, OH, EE. UU.
Cinta de transferencia 965	Cinta adhesiva de transferencia 965 comercializada por 3M Company, St. Paul, MN, EE. UU.
PPT 8681 HS	Cinta protectora de poliuretano gris de 0,3556 mm (0,014 pulg) de espesor con 0,0508 mm (0,002 pulg) de un adhesivo sensible a la presión acrílico de alta resistencia al esfuerzo cortante comercializado por 3M Company, St. Paul, MN, EE. UU.
PPT 8673	Cinta protectora de poliuretano de 0,3556 mm (0,014 pulg) de espesor con 0,0508 mm (0,002 pulg) de un adhesivo sensible a la presión acrílico comercializado por 3M Company, St. Paul, MN, EE. UU.
PPT 8667 HS	Cinta protectora de poliuretano gris de 0,7112 mm (0,028 pulg) de espesor con 0,762 mm (0,03 pulg) de un adhesivo sensible a la presión acrílico de alta resistencia al esfuerzo cortante comercializado por 3M Company, St. Paul, MN, EE. UU.
Krystalgran®	Krystalgran® PN3429-108, un poliuretano termoplástico alifático a base de poliéster comercializado por Huntsman Chemical, The Woodlands, TX, EE. UU.

Se hicieron películas por extrusión, extrusión reactiva o recubrimiento reactivo, como se describe a continuación. Algunas películas se trataron además con irradiación de haz de electrones, como se describe a continuación.

5 Extrusión y extrusión reactiva

Se hicieron los Ejemplos 1, 2, 3 y 4 usando un extrusor de doble husillo de 25 mm corrotatorio Berstorff modelo ZE25 (comercializado por Berstorff USA, Florence, KY, EE. UU.). El extrusor contenía 10 zonas del cañón, cada una calentada de forma independiente. Se utiliza una bomba de masa fundida al final del extrusor para alimentar el polímero fundido en una boquilla plana de 30,5 cm (12 pulg) comercializada por Extrusion Dies, Inc Chippewa Falls, WI, EE. UU. La boquilla tenía una abertura de boquilla nominal de 1,27 mm (0,050 pulg) con un labio ajustable. Las películas extrudidas a través de la boquilla de película se depositaron entonces sobre un recubrimiento de papel antiadherente sin fluoropolímero y sin silicona soportado por un rodillo de presión. El espesor de la película se controló mediante obturadores de boquilla dentro de la boquilla y mediante el mantenimiento de la velocidad de bobinado.

En el Ejemplo 1, se mezclaron un poliuretano y un oligómero de acrilato de uretano en el extrusor y se extrudieron para formar una película. En los Ejemplos 2, 3 y 4, los monómeros se alimentaron en el extrusor y la polimerización se llevó a cabo en el extrusor, dejando que una masa fundida de polímero se extrudiera saliendo por el extremo. En los Ejemplos 2, 3 y 4, había por lo menos dos monómeros de alimentación: un isocianato (Desmodur W) y una carga de polioli.

Las condiciones del proceso de extrusión se muestran abajo en la Tabla II.

Tabla II

Condición del proceso	Ajustes para Ej. 1	Ajustes para Ej. 2	Ajustes para Ej. 3	Ajustes para Ej. 4
rpm del extrusor	100	150	150	150
Amperaje del extrusor	40%	15%	20%	25%
Agua atemperada (°C)	15	15	15	15
Zona 2 (°C)	160	160	160	160
Zona 3 (°C)	165	165	165	165
Zona 4 (°C)	170	170	170	170
Zona 5 (°C)	170	170	170	170
Zona 6 (°C)	170	170	170	170
Zona 7 (°C)	170	175	175	175
Zona 8 (°C)	170	175	175	175
Zona 9 (°C)	170	175	175	175
Zona 10 (°C)	170	175	175	175
Zona de la boquilla (exterior)	187, 778 °C (370 °F)	190,556 °C (375 °F)	180 °C (356 °F)	196,11 °C (385 °F)
Zona de la boquilla (centro)	187, 778 °C (370 °F)	180 °C (356 °F)	187, 778 °C (370 °F)	180 °C (356 °F)
Zona de la boquilla (exterior)	187, 778 °C (370 °F)	190,556 °C (375 °F)	180 °C (356 °F)	190,556 °C (375 °F)
Tubo del cuello	173,889 °C (345 °F)	180 °C (356 °F)	180 °C (356 °F)	180 °C (356 °F)
rpm de la bomba de masa fundida	22	16,7	16,4	22,1

Entrada de la bomba de masa fundida	0,55 MPa (80 psi)	0,517 MPa (75 psi)	2,275 MPa (330 psi)	0,344 MPa (50 psi)
Salida de la bomba de masa fundida	8,2 MPa (1200 psi)	0,1378 MPa (20 psi)	2,275 MPa (330 psi)	7,997 MPa (1160 psi)
Rodillo de presión	48,88 °C (120 °F)	60 °C (140 °F)	48,88 °C (120 °F)	Apagado
Bobinadora	1,117 cm/s (2,2 pies/min)	1,107 cm/s (2,18 pies/min)	1,117 cm/s (2,2 pies/min)	

Para el Ejemplo 1, se alimentaron escamas de poliuretano en la zona 2 usando un alimentador gravimétrico equipado con tornillos de doble espiral, disponibles bajo la denominación comercial "alimentador gravimétrico K-Tron, modelo K-CL-SFS-KT20" de K-Tron International, Pitman, Nueva Jersey, EE. UU. Se alimentó pigmento gris en la zona 2 usando un segundo alimentador gravimétrico K-Tron. El oligómero de acrilato de uretano se calentó a 55 °C en un recipiente calentado eléctricamente y alimentado en la zona 3 a 55 °C con una bomba de engranajes Zenith®, comercializada por Zenith® Pumps, Monroe, NC, EE. UU.

Para los Ejemplos 2, 3 y 4, el isocianato (Desmodur W) y la carga de poliol se alimentaron en la zona 3 del extrusor. Se alimentó el Desmodur W al extrusor con una bomba de engranajes Zenith®, comercializada por Zenith® Pumps, Monroe, NC, EE. UU. La solución de poliol se mezcló antes de alimentarla. La solución de poliol se calentó a 55 °C en un recipiente calentado eléctricamente y se alimentó a 55 °C con una bomba de engranajes Zenith®, comercializada por Zenith® Pumps, Monroe, NC, EE. UU. Se alimentó pigmento gris en la zona 2 usando un alimentador gravimétrico K-Tron.

Recubrimiento reactivo

Los Ejemplos 5 y 6 demuestran el recubrimiento reactivo. En el recubrimiento reactivo, se mezclaron los monómeros y se aplicaron entre dos revestimientos de liberación sin fluoropolímero ni silicona. Los monómeros se curaron térmicamente para crear películas poliméricas. Los monómeros de poliol o poliamina se premezclaron, de forma opcional, con un catalizador, en un recipiente de polietileno de 25 ml. A esta mezcla se añadió y mezcló el isocianato (Desmodur W). Esta mezcla de reacción se vertió inmediatamente sobre un revestimiento de liberación de 0,05 o 0,10 mm (2 o 4 mil) de espesor. Se colocó un revestimiento de liberación adicional encima de la mezcla de reacción, creando una estructura en forma de sándwich. Este conjunto se pasó entonces bajo un cuchillo de revestimiento ajustado a una profundidad predeterminada para crear una película de espesor uniforme que después se calentó a 70 °C durante 1 hora para curarla.

Reticulación por haz de electrones

Las películas de los Ejemplos 1, 2 y 3 se reticularon por irradiación de haz de electrones utilizando un acelerador de haz de electrones ESI "Electrocurtain" CB-300 accionado a una tensión de aceleración máxima de 300 keV y a una corriente suficiente para aplicar una dosis de 20 kGy en una sola pasada.

Determinación de la consecución de la reticulación

Para determinar si se había logrado eficazmente la reticulación de las películas, se expusieron las muestras a una pistola de aire caliente. Las que no se fundieron rápidamente se indicaron como reticuladas eficazmente. En particular, las que se irradiaron con haz de electrones y no se fundieron rápidamente, en donde las muestras no irradiadas de la misma película se fundieron, se indicaron como reticuladas.

Ensayo de determinación de formación de burbujas

Se prepararon paneles de aluminio de 7,62 cm (tres pulgadas) por 20, 32 cm (ocho pulgadas) pintando con imprimación de epoxi Deft 02-Y-40A (especificación MIL-PRF-23377j) seguido de pintura gris militar Deft 99-GY-001 (especificación MDL-PRF-85285D). Se aplicaron, a un panel pintado, un cuadrado de 7,6 cm x 7,6 cm (3 pulg x 3 pulg) de la cinta del Ejemplo para probar y un cuadrado de 7,6 cm x 7,6 cm (3 pulg x 3 pulg) de una cinta comparativa seleccionada de: PPT 8681 HS, PPT 8673 y PPT 8667 HS. Se dejaron los paneles a condiciones ambiente durante 24 horas y luego se acondicionaron en una cámara de humedad a 45 °C con una HR del 95% durante 7 horas. Los paneles se retiraron de la cámara de humedad y se colocaron inmediatamente en una placa caliente puesta a 125 °C. Las muestras se calentaron durante 5 minutos y luego se retiraron.

Ejemplo 1

La película del Ejemplo 1 se hizo por extrusión. Se mezclaron gránulos de poliuretano Krystalgran y CN996, se extrudieron y formaron en una película con un espesor nominal de 0,66 mm (26 mil) sobre un papel protector recubierto con polietileno. Las velocidades de flujo del material en el extrusor fueron: poliuretano 5,443 kg/h (12,0 lb/h), pigmento gris 0,2267 kg/h (0,5 lb/h), CN996 0,453 kg/h (1,0 lb/h). Las películas se irradiaron entonces con haz de electrones a 0,16 mGy (16 Mrad) sobre la cara abierta y luego se irradiaron a través del papel protector a 0,04 mGy (4 Mrad), ambas a una velocidad de 0,11 m/s (22 pies/min). Se determinó que la película se había reticulado.

La película del Ejemplo 1 se trató con una descarga en corona, se revistió con una mezcla de monómero de acrilato de isooctilo/ácido acrílico 90/10 con fotoiniciador a un espesor de recubrimiento de 0,076 mm (3 mil), y luego se curó con UV para formar un adhesivo acrílico sensible a la presión. (Este adhesivo se describe en las patentes US-4.329.384 y US-4.330.590). Después se sometió la cinta al ensayo de determinación de formación de burbujas en comparación con PPT 8667 HS. La cinta del Ejemplo 1 no presentó formación de burbujas y la superficie permaneció sin cambios, mientras que la muestra PPT 8667 HS formó burbujas y se hizo ligeramente más brillante.

Ejemplo 2

La película del Ejemplo 2 se hizo por extrusión reactiva. En la Tabla III se muestra la composición de la solución de poliol usada en el Ejemplo 2. En la Tabla IV se muestran las velocidades de alimentación y los ajustes de la bomba para tanto el isocianato como para la solución de poliol. El polímero se extruyó como una película con un espesor nominal de 0,76 mm (30 mil) sobre un papel protector recubierto con polietileno.

Tabla III

Ej.	Tone 2221 (g)	Tone 2241 (g)	CAPA 3091 (g)	SR 495B (g)	BDO (g)	DBTDL (g)	Tinuvin 292 (g)	Tinuvin 1130 (g)
2	0,0	2738,0	32,9	109,5	547,6	3,4	34,3	34,3
3	2714,2	0,0	84,1	114,0	515,7	3,4	34,3	34,3
4	2844,8	0,0	102,4	0,0	480,8	3,4	34,3	34,3

Tabla IV

Ej.	H12MDI Ajuste de la bomba (rpm)	H12MDI (g/min)	Poliol Ajuste de la bomba (rpm)	Poliol (g/min)	Pigmento gris (g/min)
2	109,5	33,6	45,2	57,2	3,8
3	118,9	36,4	42,5	54,3	3,8
4	144	44,3	54,5	69,2	3,8

La película del Ejemplo 2 se irradió con haz de electrones a 0,1 mGy (10 Mrad) sobre la cara abierta y luego se irradiaron a través del papel protector a 0,02 mGy (2 Mrad), ambas cosas a una velocidad de 11,176 cm/s (22 pies/min). Se determinó que la película se había reticulado.

La película del Ejemplo 2 se trató con una descarga en corona, se revistió con una mezcla de monómero de acrilato de isooctilo/ácido acrílico 90/10 con fotoiniciador a un espesor de recubrimiento de 0,076 mm (3 mil), y luego se curó con UV para formar un adhesivo acrílico sensible a la presión. Después se sometió la cinta al ensayo de determinación de formación de burbujas en comparación con PPT 8667 HS. La cinta del Ejemplo 2 no presentó formación de burbujas y la superficie permaneció sin cambios, mientras que la muestra PPT 8667 HS formó burbujas y se hizo ligeramente más brillante.

Ejemplo 3

La película del Ejemplo 3 se hizo por extrusión reactiva. En la Tabla III se muestra la composición de la solución de poliol usada en el Ejemplo 3. En la Tabla IV se muestran las velocidades de alimentación y los ajustes de la bomba para tanto el isocianato como para la solución de poliol. El polímero se extruyó como una película con un espesor nominal de 0,64 mm (25 mil) sobre un papel protector recubierto con polietileno.

La película del Ejemplo 3 se irradió con haz de electrones a 0,04 mGy (4 Mrad) a una velocidad de 11,176 cm/s (22 pies/min) solo sobre la cara abierta. Se determinó que la película se había reticulado.

La película del Ejemplo 3 se trató con una descarga en corona, se revistió con una mezcla de monómero de acrilato de isooctilo/ácido acrílico 90/10 con fotoiniciador a un espesor de recubrimiento de 0,076 mm (3 mil), y luego se curó con UV para formar un adhesivo acrílico sensible a la presión. Después se sometió la cinta al ensayo de determinación de formación de burbujas en comparación con PPT 8667 HS. La cinta del Ejemplo 3 no presentó formación de burbujas y la superficie permaneció sin cambios, mientras que la muestra PPT 8667 HS formó burbujas y se hizo ligeramente más brillante.

Ejemplo 4

La película del Ejemplo 4 se hizo por extrusión reactiva. En la Tabla III se muestra la composición de la solución de poliol usada en el Ejemplo 4. En la Tabla IV se muestran las velocidades de alimentación y los ajustes de la bomba para tanto el isocianato como para la solución de poliol. El polímero se extrudió como una película con un espesor nominal de 0,89 mm (35 mil) sobre un papel protector recubierto con polietileno.

La película del Ejemplo 4 no se irradió con haz de electrones. Una semana después de la formación de la película se determinó que la película se había reticulado.

La película del Ejemplo 4 se trató con una descarga en corona, se revistió con una mezcla de monómero de acrilato de isooctilo/ácido acrílico 90/10 con fotoiniciador a un espesor de recubrimiento de 0,076 mm (3 mil), y luego se curó con UV para formar un adhesivo acrílico sensible a la presión. Después se sometió la cinta al ensayo de determinación de formación de burbujas en comparación con PPT 8667 HS. La cinta del Ejemplo 4 no presentó formación de burbujas y la superficie permaneció sin cambios, mientras que la muestra PPT 8667 HS formó burbujas y se hizo ligeramente más brillante.

Ejemplo 5

La película del Ejemplo 5 se hizo mediante recubrimiento reactivo usando un revestimiento de liberación de PET de 0,05 mm (2 mil) de espesor antiadherente sin silicona ni fluoropolímero para hacer una película de 0,15 mm (6 mil) de espesor. En la Tabla V se muestra la composición usada.

Tabla V

H12MDI (g)	Tone 2221 (g)	Pigmento gris (g)	Capa 3091 (g)	BDO (g)	DBTDL (g)
4,10	4,39	0,49	0,29	0,94	0,01

La película del Ejemplo 5 no se irradió con haz de electrones. 24 horas después de la formación de la película se determinó que la película se había reticulado.

Para añadir adhesivo a la película del Ejemplo 5, se trató la película con descarga en corona, se laminó con cinta de transferencia 965 y después se retiró el soporte de la cinta de transferencia dejando detrás adhesivo laminado a la película. Después se sometió la cinta resultante al ensayo de determinación de formación de burbujas en comparación con PPT 8681 HS. La cinta del Ejemplo 5 no presentó formación de burbujas y la superficie permaneció sin cambios, mientras que la muestra PPT 8681 HS formó burbujas y se hizo ligeramente más brillante.

Ejemplo 6

La película del Ejemplo 6 se hizo mediante recubrimiento reactivo usando un revestimiento de liberación de polietileno lineal de baja densidad de 0,10 mm (4 mil) de espesor para hacer una película de 0,25 mm (10 mil) de espesor. En la Tabla VI se muestra la composición usada.

Tabla VI

H12MDI (g)	D-2000 (g)	T-5000 (g)	Ethacure 100-LC (g)
4,46	10,00	1,60	2,00

La película del Ejemplo 6 no se irradió con haz de electrones. Veinticuatro horas después de la formación de la película se determinó que la película se había reticulado.

Para añadir adhesivo a la película del Ejemplo 6, se trató la película con descarga en corona, se laminó con cinta de transferencia 965 y después se retiró el soporte de la cinta de transferencia dejando detrás adhesivo laminado a la película. Después se sometió la cinta resultante al ensayo de determinación de formación de burbujas en comparación con PPT 8673. La cinta del Ejemplo 5 no presentó formación de burbujas y la superficie permaneció sin cambios, mientras que la muestra PPT 8673 formó burbujas.

REIVINDICACIONES

1. Una construcción resistente a la erosión que comprende:
 - a) un elemento de una aeronave que comprende:
 - i) un segmento de piel de aeronave que tiene una superficie externa, y
 - ii) un mecanismo de deshielo asociado a dicho segmento de piel de aeronave capaz de calentar dicha superficie externa a temperaturas superiores a 65 °C;
 - b) una cinta que comprende:
 - i) al menos una capa que comprende una red de polímero semiinterpenetrante que comprende un polímero acrílico reticulado y un polímero no reticulado, seleccionado del grupo consistente en poliuretano, poliurea y polímero mixto de poliuretano/poliurea y
 - ii) una capa adhesiva;
en donde la cinta se une a la superficie externa del segmento de piel de aeronave mediante la capa adhesiva.
2. La construcción según la reivindicación 1, en donde la cinta no comprende ninguna capa de polímero que no contenga polímero reticulado además de la capa adhesiva.
3. La construcción según la reivindicación 1, en donde dicha al menos una capa es una sola capa que consiste esencialmente en una red de polímero semiinterpenetrante que comprende un polímero acrílico reticulado y un polímero no reticulado, seleccionado del grupo que consiste en poliuretano, poliurea y polímero mixto de poliuretano/poliurea.
4. La construcción según la reivindicación 3, en donde dicho polímero no reticulado es un poliuretano.
5. La construcción según la reivindicación 3, en donde dicho polímero no reticulado es una poliurea.