

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 485**

51 Int. Cl.:

C09D 163/00 (2006.01)

C08K 5/54 (2006.01)

C08K 7/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.10.2014 PCT/EP2014/072991**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.05.2015 WO15063024**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.10.2014 E 14789299 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.01.2018 EP 3063242**

54 Título: **Composición de revestimiento en polvo**

30 Prioridad:

30.10.2013 EP 13190783

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

12.04.2018

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**PARK, TAESOO;
HYUN, DAEHWA y
KIM, SEOKJOO**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 663 485 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

Composición de revestimiento en polvo

Esta invención se refiere a una composición de revestimiento en polvo. Más específicamente, la presente invención se refiere a composiciones de revestimiento en polvo apropiadas para revestir sustratos metálicos para proporcionar resistencia a la corrosión y al desconchado.

Los muelles helicoidales de acero, y en particular los muelles helicoidales de acero de alta resistencia, en los conjuntos de ruedas de automóviles y otros vehículos están sometidos a condiciones muy exigentes. Los muelles helicoidales de acero de alta resistencia son sensibles a arañazos y muescas, por lo que requieren protección contra los daños por impacto causados por las piedras sueltas y la grava que se encuentran durante la conducción en carreteras pavimentadas o sin pavimentar. Por consiguiente, existe la necesidad de composiciones en polvo apropiadas para revestir un sustrato, particularmente un sustrato de acero tal como, por ejemplo, acero de alta resistencia a la tracción en el que un revestimiento formado a partir de la composición presenta un alto nivel de resistencia al desconchado así como resistencia a la corrosión.

El documento EP 230145 describe una composición de revestimiento en polvo de resina epoxi. Se dice que estas composiciones consiguen una alta resistencia al impacto y una excelente protección contra la corrosión. Sin embargo, encontramos que estas composiciones de revestimiento no cumplen los requisitos del ensayo de corrosión con incrustaciones.

El documento US 6,677,032 describe un revestimiento de doble capa que incluye una capa base de epoxi endurecida y rica en zinc que proporciona resistencia a la corrosión y una capa superior libre de zinc de la misma resina epoxi termoestable que proporciona resistencia al desconchado. Aunque los revestimientos endurecidos para acero de alta resistencia se podían procesar con un solo ciclo de calor, el grosor de los revestimientos superiores descritos en el mismo aumentaba el coste de un revestimiento que cumpliría un ensayo de revestimiento resistente al desconchado de OEM para automóviles.

El documento US 2009/0110934 también describe un revestimiento superior que incluye revestimientos en polvo formados a partir de una o más ceras y un componente de resina de una o más resinas epoxi endurecidas y revestimientos dobles de capas base epoxi endurecidas y capas superiores.

La invención proporciona revestimientos en polvo resistentes al desconchado para acero, especialmente acero de alta resistencia, mientras que proporciona revestimientos superiores más delgados y/o más económicos.

El documento US 7,244,780 describe composiciones de revestimiento en polvo que comprenden un polímero formador de película, un pigmento tal como copos de aluminio que proporciona un efecto metálico y un aditivo estabilizante que inhibe la degradación del pigmento metálico.

El documento US 7,018,716 describe revestimientos resistentes a la corrosión y al desconchado para componentes de acero de alta resistencia, tales como muelles helicoidales para automóviles, formados a partir de una composición de polvo de revestimiento de "resina epoxi endurecida". En una realización de un solo revestimiento, el revestimiento completo se carga con por lo menos 75 phr de polvo de zinc. En una realización de doble revestimiento, un revestimiento interno se carga con por lo menos 75 phr de zinc y un revestimiento externo libre de zinc se refuerza mediante la adición de fibras y/o mediante un agente espumante que lo hace poroso.

Finalmente, el documento US 2010/0256282 describe una composición en polvo que comprende una resina y de 5% a 70%, en peso basado en el peso de la composición de polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión, en el que la composición está sustancialmente libre de pigmento que proporciona un efecto metálico.

Por consiguiente, sigue existiendo la necesidad de una composición de revestimiento en polvo apropiada para revestir un sustrato, particularmente un sustrato de acero tal como, por ejemplo, acero de alta resistencia en el que una única capa de revestimiento formada a partir de la composición presenta un alto nivel de resistencia a la corrosión sin depender del uso de altos niveles de zinc metálico (por ejemplo, más de 25-40 phr) o el uso de pigmentos inhibidores de la corrosión. Además, el revestimiento debería ser apropiado para proporcionar un alto nivel de resistencia al desconchado y resistencia a la corrosión en un revestimiento de una sola capa.

En un aspecto, la presente invención se refiere a una composición de revestimiento en polvo. La composición de revestimiento en polvo comprende por lo menos una resina epoxi, por lo menos un promotor de adhesión y por lo menos una carga.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un método para revestir un sustrato de acero. El método comprende aplicar un sistema de revestimiento en polvo de una sola capa que comprende una composición de revestimiento en polvo que comprende por lo menos una resina epoxi, por lo menos un promotor de adhesión y por lo menos una carga. El método incluye además calentar la composición de revestimiento en polvo a una temperatura efectiva y un tiempo efectivo suficiente para fusionar la composición.

En otro aspecto más, la presente invención se refiere a un sustrato de acero revestido con un sistema de revestimiento en polvo de una sola capa. El sistema de revestimiento en polvo comprende una composición de revestimiento en polvo que comprende por lo menos una resina epoxi, por lo menos un promotor de la adhesión y por lo menos una carga.

5 La presente invención se refiere en general a composiciones de revestimiento en polvo que comprenden por lo menos una resina, por lo menos un promotor de adhesión y por lo menos una carga, métodos de revestimiento de sustratos, tales como sustratos de acero y sustratos revestidos con la composición de revestimiento. Las composiciones de revestimiento en polvo exhiben altos niveles de resistencia al desconchado y resistencia a la corrosión sin requerir altos niveles de zinc metálico o el uso de pigmentos inhibidores de la corrosión, y pueden proporcionar tales beneficios en un revestimiento de una sola capa. En consecuencia, las composiciones de revestimiento en polvo de la presente invención proporcionan una resistencia a la corrosión y/o al desconchado comparable o mejor con respecto a los sistemas convencionales de revestimiento en polvo de doble revestimiento y sistemas convencionales de revestimiento en polvo que dependen del uso de pigmentos inhibidores de la corrosión.

10 La composición en polvo de la presente invención incluye por lo menos una resina, es decir, una composición polimérica apropiada para revestimientos en polvo tal como, por ejemplo, resinas termoplásticas o termoendurecibles, particularmente una resina epoxi. La resina epoxi se puede elegir de entre una variedad de resinas útiles para revestimientos en polvo, tales como, sin limitación, las producidas por la reacción de epiclorohidrina o éter poliglicídilico y un polialcohol aromático tal como, sin limitación, bisfenol, por ejemplo, bisfenol A. En una realización, la resina epoxi típicamente tiene una funcionalidad epoxi mayor de 1,0 y más preferentemente mayor de 1,9. En general, el peso equivalente de epoxi debe ser de por lo menos de alrededor de 170 g/eq, pero valores más bajos pueden ser aceptables en algunos casos. Preferentemente, el peso equivalente de epoxi es menor de alrededor de 2.300 g/eq, y más preferentemente mayor de alrededor de 400 g/eq y menor de alrededor de 1.500 g/eq, y más preferentemente mayor de alrededor de 700 g/eq y menor de alrededor de 1.500 g/eq. Tales resinas epoxi se pueden producir, por ejemplo, mediante una reacción de eterificación entre un polialcohol aromático o alifático y epiclorohidrina o diclorohidrina en presencia de un álcali tal como sosa cáustica. El polialcohol aromático puede ser, por ejemplo, bis(4-hidroxifenil)-2,2-propano (es decir, bisfenol A), bis(4-hidroxifenil)-1,1-etano, bis(4-hidroxifenil)-1,1-isobutano, bis(4-hidroxi-t-butilfenil)-2,2-propano, bis(2-hidroxinaftil)metano, 4,4'-dihidroxibenzofenona o 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, polipropilenglicol o dipropilenglicol, por ejemplo, se pueden usar éteres diglicídilicos o éteres glicídilicos condensados de tales dialcoholes. Otros polímeros que contienen grupos oxirano que se pueden usar como la resina epoxi en composiciones híbridas de revestimiento en polvo según esta invención incluyen polímeros acrílicos con funcionalidad de poliglicídilo o resinas epoxi de novolaca. Las resinas epoxi preferidas para uso en la presente invención son las basadas en bisfenol A. En una realización de la invención, las composiciones de revestimiento en polvo pueden incluir una o más resinas epoxi.

15 Las resinas epoxi apropiadas para uso en la presente invención se pueden obtener de SIR Industriale, Kukdo, Dow, Huntsman, Cheil Ciba-Geigy, Kumho P & B Chemicals, Mitsui Chemicals, Anhui Hengyuan Chemicals Company Co. Ltd., Chang Chun Plastics, CVC Specialty Chemicals, Estron Chemical y Nan Ya Plastics y se pueden identificar por su intervalo de EEW. Algunas resinas epoxi pueden tener intervalos de EEW superpuestos, pero son, sin embargo, distinguibles. La resina epoxi puede ser, para un ejemplo no limitante, una resina epoxi de bisfenol A que tiene un EEW de alrededor de 730 g/eq a alrededor de 820 g/eq, una resina epoxi de bisfenol A que tiene un EEW de alrededor de 1.250 g/eq a alrededor de 1.400 g/eq, una resina epoxi de bisfenol A que tiene un EEW de alrededor de 780 g/eq a alrededor de 900 g/eq, una resina epoxi de bisfenol A que tiene un EEW de alrededor de 750 g/eq a alrededor de 850 g/eq, una resina epoxi de bisfenol A que tiene un EEW de alrededor de 730 g/eq a alrededor de 840 g/eq, una resina epoxi de bisfenol A que tiene un EEW de alrededor de 1.150 g/eq a alrededor de 1.300 g/eq, o una de sus combinaciones. Dichas resinas epoxi están disponibles de The Dow Chemical Company como D.E.R.TM 663U, D.E.R.TM 6155, D.E.R.TM 6330-A10, y D.E.R.TM 672U y de The Kukdo Chemical Company como EPOKUKDO KD213 y KD214M, respectivamente. También se pueden usar combinaciones de tales resinas epoxi.

20 Como se usa aquí y se ilustra adicionalmente en los ejemplos, la expresión "una cantidad efectiva" de una resina epoxi, una "cantidad efectiva" de un agente de curado fenólico con funcionalidad polihidroxilo y una "cantidad efectiva" de un material de carga respectivamente describen cantidades de resina epoxi, agente de curado fenólico con funcionalidad polihidroxilo y material de carga que contribuyen a un revestimiento que cumple con los estándares de resistencia a la corrosión industrialmente aceptables para la aplicación prevista, como en el caso de muelles de suspensión de alta resistencia la especificación de GM GMW14656.

25 Otras resinas epoxi para uso en la composición de revestimiento en polvo incluyen, para un ejemplo no limitante, resinas de fenol-novolaca epoxidizadas con un punto de ablandamiento entre alrededor de 80°C y alrededor de 125°C. En algunas realizaciones, el punto de ablandamiento está entre alrededor de 90°C y alrededor de 115°C. En algunas realizaciones, se usa una resina epoxi modificada con novolac de éter diglicídilico de bisfenol-A (DGEBA).

30 En algunas realizaciones de la invención, la resina epoxi de bisfenol A se obtiene, para un ejemplo no limitante, por polimerización por condensación de bisfenol A con epiclorohidrina. Se pueden emplear otras químicas de resina tales como, sin limitación, una resina epoxi de bisfenol A curada con diciandiamina o co-reaccionada con un poliéster con funcionalidad carboxi (híbrido).

La cantidad de resina epoxi o combinación de resinas epoxi en la composición de revestimiento en polvo puede variar en relación con las cantidades de los aditivos y cargas. Para un ejemplo no limitante, para la convención de fórmula de phr (partes por cien de resina), el total de resina y agente de curado se establece en 100 partes. El porcentaje de la resina epoxi total en la formulación varía por tanto en función de los aditivos y del nivel de phr de la carga. En algunas realizaciones, la resina epoxi o combinación de resinas epoxi está presente en una cantidad de alrededor de 35 a alrededor de 95 partes de las 100 partes disponibles. Alternativamente, en una realización, la resina epoxi o combinación de resinas epoxi está presente en una cantidad mayor de alrededor de 10% en peso, más preferentemente mayor de alrededor de 20% en peso, incluso más preferentemente mayor de alrededor de 30% en peso y más preferentemente más de alrededor de 40% en peso, y menos de alrededor de 75% en peso, más preferentemente menos de alrededor de 60% en peso y lo más preferentemente menos de alrededor de 55% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo.

La resina epoxi se puede endurecer mediante el uso de aditivos o co-reactantes tales como, por ejemplo, modificadores de impacto, agentes de flexibilización, plastificantes y endurecedores. Estos pueden incluir:

- modificaciones elastoméricas, dentro del polímero base, que han reaccionado en la composición de revestimiento por reticulación, o como aditivos sin reaccionar, tales como, por ejemplo, caucho de CTBN, butadieno/estireno, nitrilo, neopreno, acrílico, butilo, etileno/propileno/dieno, polisulfuro, poliisopreno, silicona y caucho de uretano;
- adición de copolímero aleatorio o de bloques que ofrece cierto grado de plastificación interna y se puede ejemplificar mediante los productos FORTEGA™ (Dow Chemical Co.);
- adición de plastificantes tales como aceite de soja epoxidizado;
- resinas de núcleo/envoltura reticuladas o no reticuladas con diversas composiciones tales como epoxi, acrílico, poliuretano que representan el núcleo o la porción de envoltura.

Además, los endurecedores pueden incluir partículas esféricas huecas que incluyen perlas poliméricas o de vidrio. Aún más, microdominios discretos de cualquiera de los anteriores pueden estar presentes y pueden contribuir a la resistencia al desconchado.

En una realización, la resina epoxi, preferentemente una resina de bisfenol A, forma un aducto con un elastómero que tiene una Tg de -30°C o inferior, preferentemente -40°C o inferior. El elastómero preferido es caucho de CTBN. Dichos aductos de epoxi/caucho de CTBN se describen, por ejemplo, en la memoria descriptiva de la patente U.K. 1,407,851 (C. G. Taylor) publicada el 24 de septiembre, 1975 y Powder Coatings, 184 "Elastomer-Modified Epoxy Powder Coatings: a Review", 13 de abril de 1994, No. 4347. Para proporcionar el endurecimiento (flexibilización) para la resistencia al desconchado a temperatura fría, el componente de CTBN debe estar presente por lo menos 5% en peso del total de los componentes CTBN y epoxi. Por encima de alrededor del 25% en peso de CTBN, no se obtienen más beneficios y no se desea exceder del 25% en peso para que no haya un componente epoxi insuficiente para un buen curado. El hecho de que el componente elastomérico esté químicamente unido al componente epoxi, es decir, mediante la reacción de esterificación de los grupos carboxilo del CTBN con grupos epoxi, asegura que no se produce una separación completa de fases durante la fusión y el curado del polvo de revestimiento. Sin embargo, hay microdominios de epoxi y caucho. Los ejemplos de una resina epoxi modificada con elastómero apropiada es un tipo de bisfenol-A modificado con caucho disponible de The Kukdo Chemical Company como EPOKUKDO KR-100, KR-102, KR 104L, KR170, KR-207 y KR-450. Otras resinas epoxi modificadas con elastómero apropiadas están disponibles de Nanya, The Dow Chemical Company como resina epoxi endurecida FORTEGRA 201, EPON como EPON 58005 DGE BPA modificada con CTBN, EPON 58006 DGE BPA modificada con CTBN, EPON 58120 DGE BPA modificada con CTBN, EPON 58901 DGE BPA modificada con CTBN, Huntsman como Araldite® LT 1108, aducto de resina epoxi de bisfenol F/CTBN terminada en epoxi, Araldite® LT 1115, aducto de resina epoxi de bisfenol F/CTBN terminada en epoxi, Araldite® LT 1146, aducto de resina epoxi de bisfenol F/CTBN terminada en epoxi, Araldite® LT 1134, aducto de resina epoxi de bisfenol F/CTBN terminada en epoxi, Araldite® LT 1522, aducto de resina epoxi de bisfenol F/CTBN terminada en epoxi sólido, u otras resinas similares disponibles de Kumho P & P, Asahi Kasei, Epoxital srl, Chang Chun Plastics (CCP), y Bakelite.

En una realización alternativa, se usa una resina de núcleo/envoltura en la que una resina de caucho acrílico forma el núcleo y la resina epoxi, preferentemente una resina epoxi de bisfenol A, forma la envoltura. De nuevo, la unión química entre la funcionalidad carboxílica de la resina de caucho acrílico del núcleo y la resina epoxi de la envoltura evita la separación de fases durante la fusión y curado del polvo de revestimiento formado usando la resina de núcleo/envoltura. Tales epoxis modificados con caucho acrílico se describen, por ejemplo, en Polymer Reprints, 32 (3), pp. 358-9 por H-J Sue y E. I. Garcia-Melfin.

En una realización, la composición de revestimiento en polvo incluye además una cantidad efectiva de una resina epoxi modificada con elastómero que tiene un EEW de alrededor de 700 g/eq a alrededor de 1.600 g/eq, y en otra realización, de 1.000 g/eq a alrededor de 1.600 g/eq. En una realización, la resina epoxi modificada con elastómero puede ser una resina epoxi de bisfenol A que ha formado aducto con caucho de CTBN (acrilonitrilo butadieno terminado en carboxilo) produciendo una resina compuesta que tiene un EEW de alrededor de 900 g/eq a alrededor

de 1.500 g/eq o de alrededor de 1.000 g/eq a alrededor de 1.300 g/eq. En algunas realizaciones, la Tg es de alrededor de 30°C a alrededor de 50°C. Tg es la temperatura de transición vítrea, que es la temperatura crítica a la que un material no cristalino cambia su comportamiento de un estado "vidrioso" a "gomoso". "Vidrioso" en este contexto quiere decir duro y quebradizo (y por lo tanto relativamente fácil de romper), mientras que 'gomoso' quiere decir elástico y flexible.

La cantidad de la resina epoxi modificada con elastómero o la combinación de resinas epoxi modificadas con elastómero en la composición de revestimiento en polvo puede variar en relación con las cantidades de los aditivos y la fibra de refuerzo. Por ejemplo, para la convención de fórmula de phr (partes por cien de resina), la resina epoxi, la resina epoxi modificada con elastómero y la resina de poliéster con funcionalidad carboxilo se establecen como 100 partes. El porcentaje de la resina epoxi modificada con elastómero total en la formulación varía por tanto en función del aditivo y nivel de phr de fibra de refuerzo. En algunas realizaciones, la resina epoxi modificada con elastómero o la combinación de resinas epoxi modificadas con elastómero está presente en una cantidad de alrededor de 5 a alrededor de 35 partes de las 100 partes disponibles. Alternativamente, en una realización, la resina epoxi modificada con elastómero está presente en la composición de revestimiento en polvo en una cantidad mayor de alrededor de 1% en peso, más preferentemente mayor de alrededor de 2% en peso y lo más preferentemente mayor de alrededor de 3% en peso, y menos de alrededor de 25% en peso, más preferentemente menos de alrededor de 15% en peso, y lo más preferentemente menos de alrededor de 10% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo.

En algunas realizaciones de la invención, la composición de revestimiento en polvo también puede incluir una cantidad efectiva de una resina de poliéster con funcionalidad carboxi con un índice de acidez de alrededor de 25 a alrededor de 85 mg de KOH/g o de alrededor de 45 a alrededor de 75 mg de KOH/g para resistencia al desconchado mejorada.

La cantidad de la resina de poliéster con funcionalidad carboxi o la combinación de resinas de poliéster con funcionalidad carboxi en la composición de revestimiento en polvo puede variar en relación con las cantidades de los aditivos y la fibra de refuerzo. Por ejemplo, para la convención de fórmula de phr (partes por ciento de resina), la resina epoxi, la resina epoxi modificada con elastómero y la resina de poliéster con funcionalidad carboxilo se establecen como 100 partes. El porcentaje de la resina de poliéster con funcionalidad carboxilo total en la formulación por tanto varía en función de los aditivos y del nivel de phr de la fibra de refuerzo. En algunas realizaciones, la resina de poliéster con funcionalidad carboxi o la combinación de resinas de poliéster con funcionalidad carboxi está presente en una cantidad de alrededor de 30 a alrededor de 85 partes de las 100 partes disponibles.

Las resinas de poliéster con funcionalidad carboxilo se pueden preparar por cualquier método comúnmente conocido, tal como, por ejemplo, reacciones de condensación entre alcoholes alifáticos di- o poli-hidroxiados y ácidos di- o poli-carboxílicos cicloalifáticos, acíclicos o alifáticos o sus anhídridos, o entre alcoholes dihidroxilados alifáticos y ácidos di- o poli-carboxílicos aromáticos o sus anhídridos. Para un ejemplo no limitativo, las resinas de poliéster con funcionalidad carboxilo se pueden preparar a partir de alcoholes alifáticos di- o poli-hidroxiados, particularmente dialcoholes alifáticos inferiores tales como, sin limitación, etilenglicol, 1,2-propanodiol, 1,3-propanodiol, 1,2-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 2,2-dimetilpropano-1,3-diol (es decir, neopentilglicol), 1,6-hexanodiol, 2,3-hexanodiol, 2,5-hexanodiol, dietilenglicol o dipropilenglicol. También se pueden usar polialcoholes tales como, trimetilolpropano para preparar los poliésteres con funcionalidad carboxilo. Los ejemplos de ácidos y anhídridos di- y poli-carboxílicos apropiados incluyen ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido dodecanodioico, ácido tetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico y ácido maleico y anhídridos de tales ácidos. En algunas realizaciones, la resina de poliéster con función carboxilo es un poliéster que contiene aromáticos, por ejemplo, un poliéster preparado a partir de ácido carboxílico aromático tal como ácido ftálico, ácido isoftálico o ácido tereftálico y un polialcohol tal como neopentilglicol.

Las composiciones de revestimiento de la presente invención incluyen además por lo menos un promotor de adhesión. Los promotores de adhesión apropiados incluyen promotores de adhesión basados en un copolímero modificado adsorbido en SiO₂. Los ejemplos de tales promotores de adhesión son BYK®-LP X 21725 disponible de BYK Additives and Instruments (BYK-Chemie GmbH) y SHO SHI T70 disponibles de Shanghai Zhongtian. En otra realización, los promotores de adhesión apropiados pueden ser silanos líquidos, tales como DOW A187, disponibles de The Dow Chemical Company. En una realización, el promotor de adhesión o combinación de promotores de adhesión están presentes en una cantidad de alrededor de 0,1% en peso o más, preferentemente alrededor de 0,5% en peso o más y más preferentemente alrededor de 1,0% en peso o más, hasta alrededor de 5,0% en peso, preferentemente alrededor de 3,0% en peso o menos, más preferentemente, alrededor de 2,5% en peso o menos, basado en el peso total de la composición.

En una realización, las composiciones de revestimiento en polvo de la invención también incluyen una cantidad efectiva de material de carga. Las cargas apropiadas incluyen aluminosilicato complejo (mica moscovita), metasilicato de calcio (wollastonita), silicato de magnesio micronizado (talco), polvo de óxido de zinc, polvo de zinc, polvo de cuarzo, silicatos de aluminio, silicatos de calcio, silicatos de magnesio, carbonato de calcio, sulfato de bario, sulfato de calcio, óxido de aluminio, copos de vidrio, copos de vidrio de composición modificada C, carga de nefelina

sienita y sus combinaciones. En una realización preferida, el material de carga se selecciona de carbonato de calcio, carga de nefelina sienita y sus combinaciones.

5 Algunas realizaciones de la invención incluyen metasilicato de calcio (wollastonita) de tamaño de partícula medio de alrededor de 2 a alrededor de 15 μm , y/o silicato de magnesio (talco) micronizado de tamaño de partícula medio de alrededor de 0,5 a alrededor de 3,0 μm . Estas cargas funcionan para mejorar la resistencia a la corrosión por medio de una combinación de regulación del pH y propiedades de absorción de humedad. Los tamaños medios de partícula para la wollastonita y el talco micronizado se han establecido mediante técnica de difracción láser y se usan en algunas realizaciones a de alrededor de 10 a alrededor de 40 phr y de alrededor de 1 a alrededor de 8 phr, respectivamente.

10 En algunas realizaciones, el material de carga puede incluir además material de carga laminar. Los materiales de carga laminar para usar en la presente invención incluyen, por ejemplo, un aluminosilicato complejo de tamaño de partícula medio de alrededor de 10 a alrededor de 35 μm (mica moscovita), silicato de magnesio (talco) de tamaño de partícula medio de alrededor de 10 a alrededor de 35 μm , copos de vidrio de composición modificada C de tamaño mediano de partículas de alrededor de 10 a alrededor de 200 μm , y sus combinaciones. Estas cargas tienen una geometría de partícula laminar y tienden a orientarse en paralelo a la capa de revestimiento de imprimación, lo que mejora la resistencia a la corrosión por medio de propiedades de barrera mejoradas. El tamaño medio de partícula para la mica moscovita, talco y copos de vidrio se ha establecido mediante sedígrafo (análisis de sedimentación) y se usa en algunas realizaciones de alrededor de 10 a alrededor de 50 phr (partes por ciento de resina), y en otras realizaciones de alrededor de 10 a alrededor de 40 phr.

20 En una realización opcional, está presente una cantidad efectiva de un aditivo de agente espumante/de soplado en la composición de revestimiento en polvo para establecer una estructura porosa dentro de la película de revestimiento. La estructura porosa imparte propiedades físicas al revestimiento, tales como la capacidad de absorber energía de impacto sin fracturarse.

25 En algunas realizaciones, los agentes espumantes y de soplado se usan de alrededor de 0,2 a alrededor de 2,0 phr (partes por ciento de resina). En algunas realizaciones se emplean agentes espumantes con p,p'-oxibis(bencenosulfonilhidrazida) y composiciones basadas en azodicarbonamida activada. Otros agentes espumantes incluyen agentes espumantes a base de p-toluenosulfonilhidrazida, azodicarbonamida modificada, p,p'-oxibis(bencenosulfonilhidrazida), p-toluenosulfonilhidrazida, bencenosulfonilhidrazida, ácido cítrico revestido en superficie y bicarbonato de sodio, derivados de urea, dibencenosulfonato de zinc, ditoluenosulfonato de zinc y perlas esféricas (por ejemplo, microesferas térmicas expandibles). Una cantidad efectiva de una fibra de refuerzo también está presente en la composición de revestimiento en polvo para recuperar cualquier pérdida de resistencia que pueda, por ejemplo, ser causada por la presencia opcional de un agente de espumante/de soplado. Por ejemplo, se puede emplear una gama de fibras de vidrio de aluminosilicato o fibras de metasilicato de calcio (wollastonita) naturales. Un diámetro medio de alrededor de 3 a alrededor de 15 μm y una relación de aspecto media (dentro del contexto de cargas de revestimientos, relación de aspecto se define como la relación de la dimensión más grande a la más pequeña de una partícula de carga) de alrededor de 5 a alrededor de 20 se emplea en algunas realizaciones. También se podrían usar otras fibras de refuerzo tales como aramida y carbono. Se emplean fibras de refuerzo en una cantidad de alrededor de 20 a alrededor de 70 phr en algunas realizaciones de la invención. En algunas realizaciones, la fibra de refuerzo es las fibras de vidrio tratadas con silano E-glass con un diámetro de 0,1 a 50 micrómetros y una longitud de 5-1.000 micrómetros, disponible comercialmente en Fibertec. Otras fibras de refuerzo de vidrio apropiadas están disponibles en Well Development Company Limited, Glass Flake, Johns Manville, Chance & Hunt (polvo de vidrio), Bead Brite Research (polvo de vidrio) y Owens Corning.

40 En una realización, las fibras de refuerzo de vidrio pueden estar presentes en una cantidad de más de 15% en peso a alrededor de 50% en peso, más preferentemente de 20% en peso a alrededor de 40% en peso y lo más preferentemente de alrededor de 25% en peso a alrededor 30% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo.

50 Las fibras de refuerzo de vidrio se emplean en una cantidad de 35 a 95 phr. Si la cantidad de fibras de refuerzo de vidrio es inferior a 35 phr, el efecto fortalecedor es demasiado débil, si la cantidad de fibras de refuerzo de vidrio es superior a 95 phr, se pueden comprometer varias propiedades del revestimiento, como flexibilidad, capacidad de pulverización y protección contra la corrosión.

Las composiciones de revestimiento de la presente invención también pueden incluir aditivos, tales como pigmentos, catalizadores/agentes de curado, agentes de desgasificación, ceras, agentes de control de flujo y antioxidantes.

55 Los pigmentos para uso en las composiciones de revestimiento en polvo de la invención incluyen, por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de hierro (amarillo, marrón, rojo, negro), negro de carbono y pigmentos orgánicos. Estos pigmentos se pueden agregar en cantidades convencionales conocidas por las personas de experiencia media en la técnica.

Aunque la presente invención es capaz de proporcionar los niveles requeridos de resistencia a la corrosión y al desconchado, se contempla que la presente invención puede incluir opcionalmente pigmentos inhibidores de la

corrosión para proporcionar resistencia a la corrosión adicional. Los pigmentos inhibidores de la corrosión pueden ser, por ejemplo, por lo menos uno de:

- molibdatos simples tales como molibdato de zinc, molibdato de estroncio y molibdatos complejos tales como molibdato de zinc y calcio, fosfomolibdato de zinc y calcio (por ejemplo, MOLYWHITE™ MZAP);
- 5 • cromatos simples tales como cromato de zinc, cromato de bario, cromato de estroncio, cromato de magnesio, cromato de calcio y cromatos complejos tales como cromato de plomo y silicio, tetraoxocromato de zinc;
- fosfuros metálicos tales como fosfuro de hierro (por ejemplo, fosfuro de hierro FERROPHOS™, OCCIDENTAL CHEMICAL CORP., Dallas, TX);
- silicatos tales como fosfosilicato de zinc y borosilicato de calcio; y
- 10 • fosfatos simples tales como fosfato de hierro, fosfato de zinc, pirofosfato de zinc, hidrogenofosfato de calcio y fosfatos complejos tales como ortofosfato borato de zinc, polifosfato de aluminio y estroncio, polifosfato de aluminio y zinc, ortofosfato de molibdeno y aluminio y ortofosfato de aluminio y zinc.

En una realización, la composición en polvo puede incluir de alrededor de 1% en peso a alrededor de 70% en peso, en peso basado en el peso de la composición de polvo, de un pigmento inhibidor de la corrosión. En otra realización, 15 la composición en polvo incluye de alrededor de 1% en peso a alrededor de 50% en peso, de un pigmento inhibidor de la corrosión, preferentemente de alrededor de 1 a alrededor de 40%, y más preferentemente de alrededor de 1% a alrededor de 35%, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo.

Los pigmentos pueden estar presentes en su forma básica, pueden ser orgánicos modificados, y pueden estar presentes como hidrato. Otras descripciones de pigmentos inhibidores de corrosión apropiados aparecen en la 20 patente de EE.UU. No. 3,884,705 y están resumidos por G.B. Rothenberg en Paint Additives, Noyes Data Corp, 1978, pp. 175-177. La patente de EE.UU. No. 7,244,780 también describe pigmentos inhibidores de la corrosión que incluyen "una fuente de aniones estabilizantes, ventajosamente iones fosfato, capaces de disolverse en presencia de agua".

Se contempla aquí que el fosfato de zinc incluye (a) fosfato de zinc di- o tetra-hidrato, preferentemente en forma de 25 partículas esféricas como se describe en la patente de EE.UU. No. 5,137,567 (un ejemplo de fosfato de cinc dihidrato es el material disponible con el nombre comercial DELAPHOS™ 2M y un ejemplo adicional de un fosfato de zinc que está disponible bajo el nombre comercial HISPAFOS™ SP, que comprende partículas esféricas de distribución de tamaño de partícula estrecha); (b) fosfato de zinc esférico como una fase cristalina mezclada con una fase amorfa que comprende fosfato de Fe (II) y fosfato de Fe (III). Se puede encontrar más información sobre 30 dichos materiales en la patente de EE.UU. No. 5,030,285; y (c) fosfato de cinc (preferentemente en forma esférica) modificado con molibdato de zinc (tal como ACTIROX™ 106; Microfine Minerals Ltd.).

En una realización, la composición de revestimiento en polvo también puede incluir aditivos de catalizador/agente de curado tales como, por ejemplo, sales de amonio cuaternario, sales de fosfonio cuaternario, fosfinas, sales de 35 metales de imidazoles y sus combinaciones. Los ejemplos de tales aditivos incluyen cloruro de tetrabutilamonio, bromuro de tetrabutilamonio o yoduro de tetrabutilamonio, acetato de etiltrifenilfosfonio, trifenilfosfina, 2-metilimidazol, dilaurato de dibutilestaño, dicianidamida y sus combinaciones. El catalizador/agente de curado, cuando se usa en algunas realizaciones, está presente en la composición en cantidades de entre alrededor de 0 y alrededor de 5 por ciento en peso, y alternativamente de alrededor de 0,2 a alrededor de 2 por ciento en peso basado en el peso total de la composición de revestimiento.

La composición de revestimiento en polvo puede incluir además una cantidad efectiva de un agente de curado o 40 reticulación en algunas realizaciones de la invención, tal como un compuesto de polihidroxi o un catalizador de curado para efectuar la autoreticulación de la resina epoxi. Por ejemplo, la resina epoxi se cura con una funcionalidad polihidroxi que tiene un peso equivalente de hidroxilo relativamente alto, es decir, por lo menos de alrededor de 180 a alrededor de 800, en otra realización preferentemente de 200 a alrededor de 600 y más 45 preferentemente por lo menos alrededor de 300. El relativamente alto peso equivalente de hidroxilo del agente de reticulación asegura una longitud de cadena relativamente larga entre los grupos OH, cuyas longitudes de cadena proporcionan flexibilidad al revestimiento curado, ayudando a que los revestimientos sean resistentes al desconchado. Los agentes de curado apropiados útiles en la práctica de esta invención se ejemplifican mediante 50 agentes de curado fenólicos, tales como éter diglicidílico de bisfenol A terminado en bisfenol A, que es el producto de reacción de un éter diglicidílico de bisfenol A y bisfenol A y resinas de poliéster con grupos ácido carboxílico libre que se sabe que forman revestimientos en polvo "Híbridos". Los ejemplos de agentes de curado fenólicos preferidos para el componente de resina epoxi incluyen los comercializados con las marcas registradas DEH™ 87 y DEH™ 85 (Dow Chemical Co.), se cree que ambos son éteres diglicidílicos de bisfenol A terminados en bisfenol A. Otras 55 clases de endurecedores fenólicos se pueden usar también, tales como agentes de curado de fenol y cresol-novolac comercializados por Dow Chemical Co. Hexion Specialty Chemicals.

Otros agentes de reticulación epoxídicos incluyen, por ejemplo:

- aminas, que incluyen aminas primarias o secundarias multifuncionales alifáticas o aromáticas, tales como diciandiamida, diaminodifenilsulfona;
 - aminas terciarias que promueven la autoreticulación tal como DMP 30 (Dow Chemical Co.);
 - trihaluros de boro y sus sales tales como la sal de monoetanolamina de trifluoruro de boro;
- 5
- Sales de ácidos orgánicos tales como VESTAGON™ B55 y VESTAGON™ B68 (Degussa Corp.);
 - di- y poli-anhídridos tales como dianhídrido benzofenonatetracarboxílico (BTDA);
 - di- y poli-fenoles tales como ácido metilendisalicílico; y,
 - imidazoles, imidazoles sustituidos y aductos de epoxi-imidazol tales como 2-metilimidazol o DEH 40 (Dow Chemical Co.).
- 10
- En algunas realizaciones, el agente de curado fenólico con funcionalidad polihidroxilo tiene un peso equivalente de hidroxilo (HEW) de alrededor de 180 a alrededor de 800, y en otra realización preferentemente de alrededor de 200 a alrededor de 600. El agente de curado fenólico con funcionalidad polihidroxilo se puede formar a partir de éteres diglicidílicos de bisfenol A terminados en bisfenol A de bajo peso molecular. En algunas realizaciones, el agente de curado es un agente de curado fenólico que tiene un HEW de alrededor de 230 a alrededor de 260 y contiene un acelerador de curado de 2-metilimidazol. En una realización preferida, el agente de curado fenólico tiene un HEW de
- 15
- alrededor de 300 a alrededor de 500, un ejemplo del cual es un agente de curado fenólico de The Kukdo Chemical Company como EPOKUKDO KD-426 que tiene un HEW de alrededor de 360 a alrededor de 440. Otro agente de curado fenólico apropiado también puede incluir Dow DEH 84, disponible de Dow Chemical Company.
- 20
- La cantidad del agente de curado o combinación de agentes de curado puede variar en relación con las cantidades de los aditivos y la fibra de refuerzo. Por ejemplo, para la convención de fórmulas de phr (partes por cien de resina), la resina epoxi modificada con elastómero y la resina de poliéster con funcionalidad carboxilo total se establece en 100 partes. El porcentaje del agente de curado total en la formulación varía por tanto en función de los aditivos y del nivel de phr de fibra de refuerzo. En algunas realizaciones, el agente de curado o combinación de agentes de curado está presente en una cantidad de alrededor de 5 a alrededor de 65 partes de las 100 partes disponibles.
- 25
- Alternativamente, en una realización, el agente de curado o combinación de agentes de curado están presentes en una cantidad de alrededor de 1% en peso a alrededor de 30% en peso, más preferentemente de alrededor de 5% en peso a alrededor de 25% en peso, y lo más preferentemente de alrededor de 8% en peso a alrededor 20% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo.
- 30
- Se puede añadir un agente de desgasificación a la composición para permitir que cualquier material volátil presente escape de la película durante la cocción. La benzoína es un agente desgasificante y cuando se usa en algunas realizaciones puede estar presente en cantidades de alrededor de 0,1 a alrededor de 1,0 por ciento en peso basado en el peso total de una composición de revestimiento en polvo, y en otra realización de alrededor de 0,2 a alrededor de 0,5 por ciento en peso.
- 35
- La una o más ceras en la composición de revestimiento en polvo puede ser cualquier cera que proporcione un valor de tangente de ensayo de deslizamiento de 0,335 o inferior (ASTM D 4518-85 (1985)). Las ceras apropiadas se pueden elegir de entre cera de polietileno (PE), cera de PE microcristalina, ceras de PE de alto peso molecular, ceras de politetrafluoroetileno (PTFE), aceite de ricino hidrogenado, combinaciones de PTFE con TiO₂, resinas de parafina parcialmente cloradas, por ejemplo, resinas de parafina cloradas al 70%, combinaciones de PE/PTFE, ceras que contienen organosiloxanos y sus mezclas. Preferentemente, la cera comprende una combinación de
- 40
- PE/PTFE o, más preferentemente, una combinación de PE/PTFE en la que la relación de PE a PTFE es de 1:1 a 3,0:1,0, por ejemplo, de 1,1:0,9 a 2,0:1,0. La una o más ceras se pueden usar en cantidades de 0,1 o más phr, a 5,0 phr, preferentemente 3,0 phr o menos, más preferentemente, 2,5 phr o menos. Alternativamente, la cera o combinación de ceras está presente en una cantidad de 0,1% en peso o más o 0,5% en peso o más, hasta 5,0% en peso, preferentemente 3,0% en peso o menos, más preferentemente 2,5% en peso o menos, basado en total peso de la composición.
- 45
- Los agentes de control de flujo incluyen polímeros acrílicos de bajo peso molecular, por ejemplo, polímeros acrílicos, tales como polímeros acrílicos que tienen un peso molecular promedio numérico de alrededor de 1.000 a alrededor de 50.000, tales como, sin limitación, poli(acrilato de aurilo), poli(acrilato de butilo), poli(acrilato de 2-etilhexilo), poli(acrilato de etilo-2-acrilato de etilhexilo), poli(metacrilato de laurilo) y poli(metacrilato de isodecilo), y polímeros fluorados tales como los ésteres de polietilenglicol o polipropilenglicol y ácidos grasos fluorados. También se pueden usar siloxanos poliméricos de pesos moleculares de alrededor de 1.000 como agente de control de flujo, para un ejemplo no limitante, poli(dimetilsiloxano) o poli(metilfenil)siloxano. Los agentes de control de flujo pueden ayudar en la reducción de la tensión superficial durante el calentamiento del polvo de revestimiento y en la eliminación de la formación de cráteres. En algunas realizaciones, el agente de control de flujo cuando se usa está presente en
- 50
- cantidades de alrededor de 0,05 a alrededor de 5,0 por ciento en peso basado en el peso total de una composición de revestimiento en polvo, más preferentemente de alrededor de 0,1 por ciento en peso a alrededor de 2 por ciento en peso.
- 55

Los antioxidantes incluyen antioxidantes fenólicos, fosfitos, fosfonitos y de tipo lactona, así como sus combinaciones. En algunas realizaciones, los antioxidantes están presentes en una cantidad de alrededor de 0 a alrededor de 3% en peso, más preferentemente de alrededor de 0,1% en peso a alrededor de 3% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo.

5 Aunque la presente invención es capaz de proporcionar los niveles requeridos de resistencia a la corrosión y al desconchado requeridos con el uso de altos niveles de zinc presentes en la composición de revestimiento, se contempla que la presente invención puede incluir opcionalmente zinc. En una realización, la composición de revestimiento en polvo incluye opcionalmente de alrededor de 1% en peso a alrededor de 65% en peso, más preferentemente de alrededor de 1% en peso a alrededor de 49% en peso, basado en el peso de la composición de revestimiento en polvo, zinc; típicamente el zinc está en forma de polvo o copos. Preferentemente, la composición de revestimiento en polvo incluye una cantidad mínima de zinc (es decir, menos de 15% en peso); más preferentemente, la composición de revestimiento en polvo está libre de zinc.

10 Las composiciones de revestimiento de la presente invención son especialmente apropiadas para su aplicación a metales, tales como muelles de automóviles. Sin embargo, también es posible aplicar las composiciones de revestimiento a carbono, madera, vidrio, polímeros y otros sustratos.

15 Las composiciones en polvo usadas para proporcionar los revestimientos resistentes a la corrosión y resistentes al desconchado de la presente invención se producen de la manera usual. Los componentes se mezclan, y a continuación se combinan en estado fundido con calentamiento por encima del punto de fusión de la resina durante un tiempo corto, por ejemplo, de 30 a 90 segundos, de modo que no se produce un curado significativo. El compuesto fundido se extruye, y después de la extrusión, la composición se enfría rápidamente. La composición se muele y, según sea necesario, las partículas se clasifican según el tamaño. Para el revestimiento electrostático, las partículas generalmente están en el intervalo de tamaño de 5 a 100 micrómetros, estando generalmente la porción principal en el intervalo de tamaño de 20 a 50 micrómetros. Las partículas más grandes son útiles para operaciones de revestimiento en lecho fluidizado.

20 En el método para revestir un sustrato de la presente invención, la composición en polvo de la presente invención se aplica al sustrato y se calienta para fusionar y curar la composición aplicada. En una realización, el sustrato es un sustrato metálico, típicamente un sustrato de acero, en el que se puede usar la composición en polvo, por ejemplo, como un revestimiento de tubería, revestimiento de varilla, o un revestimiento para equipo agrícola o de construcción. En otra realización, el sustrato es un sustrato de acero de alta resistencia tal como es apropiado para su uso, por ejemplo, en muelles helicoidales en la industria del transporte. Aquí, el acero de alta resistencia se define que tiene MPa (megapascal, N/m²) que varía de 1.800 Mpa a 2.100 Mpa o más; este incluye acero de super alta resistencia a la tracción de 1.950 MPa a 2.100 MPa o superior. Se contempla que los presentes sustratos de acero incluyen sustratos de acero pretratados, que incluyen tratamientos de, por ejemplo, fosfato de zinc, fosfato de hierro y tecnología de pretratamiento de secado in situ. La composición en polvo se calienta típicamente a una temperatura de más de 149°C (300°F) durante un tiempo suficiente para fundir y curar sustancialmente el revestimiento, tal como, por ejemplo, colocándolo en un horno eléctrico de circulación de aire mantenido a 160°C. (320°F) durante 20 minutos para un grosor de película curada de más de 50 micrómetros.

25 En algunas realizaciones, la aplicación de las composiciones de revestimiento en polvo descritas anteriormente al acero de alta resistencia se puede llevar a cabo mediante cualquier técnica conocida, tal como los siguientes Métodos 1 y 2. Independientemente de la técnica de aplicación usada, la composición de revestimiento en polvo formada sobre la aleación de acero de alta resistencia puede contener un revestimiento discreto, por ejemplo, de alrededor de 80 a alrededor de 1.000 micrómetros de grosor, en contacto con la superficie de acero pretratada.

Técnicas de aplicación

30 Método 1 - El acero se calienta a de alrededor de 104°C a alrededor de 194°C para una deposición más ideal seguido de la aplicación de la composición de revestimiento en polvo. El acero revestido se calienta nuevamente a continuación para crear una capa de revestimiento curada y conseguir el desarrollo completo de la propiedad del revestimiento.

35 Método 2 - La composición de revestimiento en polvo se aplica a acero de alta resistencia a temperatura ambiente seguido de un solo ciclo de calentamiento de alrededor de 140°C a alrededor de 195°C para crear la capa de revestimiento y conseguir el desarrollo completo de la propiedad del revestimiento.

40 La introducción de estructuras de espuma celular es la porción orgánica del sistema de protección. Por ejemplo, la etapa de limpieza y "pretratamiento" o pasivación del acero puede introducir y/o incluir componentes formadores de espuma que generan una estructura celular dentro de la capa de pretratamiento o la capa orgánica por encima de ella a medida que los gases desprendidos percolan a través de la película durante el calentamiento. Los ejemplos de tales generadores de gas son azocompuestos, que son bien conocidos en la industria. Dicha espuma también se puede producir por simple descomposición o deshidratación de los productos químicos de pretratamiento mismos. Se ha demostrado que el fosfato de zinc (hopeita y/o fosilita), por ejemplo, que se han depositado sobre paneles de acero laminados en frío, forma espuma calentando a alrededor de 200°C.

La presente invención se ilustrará ahora mediante los siguientes ejemplos. Se pretende que los ejemplos ejemplifiquen la presente invención. La amplitud y el alcance de la invención están limitados únicamente por las reivindicaciones adjuntas a la misma.

Ejemplos

- 5 La composición de revestimiento en polvo se formó a partir de los ingredientes enumerados en la Tabla 1 según un método en el que los ingredientes en bruto se mezclaron agitándolos en una bolsa de plástico durante alrededor de 1 minuto, a continuación se extruyeron durante un corto tiempo (60-90 segundos) en un extrusor Prisma Twin Screw TSE 24PC a 71,1°C (160°F) en forma de láminas, que se enfriaron con aire en una correa y se rompieron en trozos. Los trozos resultantes se mezclaron durante alrededor de 1 minuto en una bolsa de plástico con ayuda de flujo seco
- 10 en la cantidad indicada y a continuación se molieron a alta velocidad en un molino de laboratorio Brinkman Retsch ZM 1000 hasta obtener un polvo, y a continuación se cribaron usando un tamiz de 135 µm (malla 100) para retirar partículas gruesas

Ejemplo 1 - Contenido de composiciones en polvo

Composición	A	B*	C*	D*
Componente (% en peso)				
Resina epoxi A ¹	10,00	10,00	8,75	7,50
Resina epoxi B ²	30,00	30,00	26,25	22,50
Resina epoxi modificada con caucho ³	6,00	6,00		
Agente de curado fenólico ⁴	10,00	10,00	8,75	7,50
Ayuda de flujo acrílico	0,70	0,70	0,70	0,70
Catalizador 2MI	0,10	0,10	0,10	0,10
Agente de curado de diciandiamida	0,32	0,32	0,32	0,32
Agente de desgasificación	0,30	0,30	0,30	0,30
Cera de PTFE	1,00	1,00	1,00	1,00
Cera de PE	1,00	1,00	1,00	1,00
Agente humectante ⁵	1,00	1,00	1,00	1,00
Fibra de vidrio ⁶	25,00	15,00	25,00	25,00
Carga de nefelina sienita	6,37	6,37	6,37	6,37
Agente de soplado	0,43	0,43	0,43	0,43
Promotor de adhesión	2,00	2,00	2,00	2,00
Carbonato de calcio	5,00	15,00	17,43	23,68
Pigmento negro de carbono	0,60	0,60	0,60	0,60
Sílice pirógena	0,12	0,12	0,12	0,12

¹ Resina epoxi sólida derivada de resina epoxi líquida y bisfenol-A con un peso por epóxido de 730-840.

15 ² Resina epoxi de alto peso molecular derivada de resina epoxi líquida y bisfenol-A con un peso por epóxido de 1.150-1.300.

³ Copolímero de resina epoxi de tipo sólido de acrilonitrilo butadieno terminado en carboxílico (CTBN) con resina epoxi de tipo 4 con un peso por epóxido de 1.100-1.300.

⁴ Agente de curado fenólico que tiene un HEW de 360-440.

20 ⁵ Promotor de adhesión (copolímero modificado adsorbido sobre SiO₂).

⁶ Fibras molidas de microvidrio (filamentos de vidrio de clase E).

ES 2 663 485 T3

* Ejemplo comparativo

Ejemplo 2 - Evaluación de muelles helicoidales revestidos con una sola capa de polvo

5 Se realizaron ensayos para evaluar el rendimiento del sistema de una sola capa de la invención en comparación con otros sistemas comparativos. Los ensayos se realizaron usando los métodos estándar de ensayo aceptados por la industria identificados en las Tablas 2 y 3. En la Tabla 4 se presentan los resultados de los diversos ensayos:

Tabla 2

El procedimiento de ensayo:	Especificación GM9984164 para muelles de doble capa.
Sustratos ensayados:	Paneles formados para simular muelles de suspensión: CR
	Muelles helicoidales: (Tipo IV) acero de alta resistencia
Preparación del sustrato (tanto para paneles como muelles)	Pretratamiento: Máquina de chorreo (cumple con Sa $\frac{1}{2}$ o Sa 3 con respecto a ISO 8501-1, con bola S330 y S170) + fosfato de zinc
	Condición de curado: 20 min a 160°C (temperatura del metal)
	Grosor de la película: 500 ~ 700 μ m

Tabla 3

Asunto	Especificación de GM
Corrosión (ensayo de pulverización con sal 1.000 h)	GM4298P
Ensayo de desconchado (ensayo de desconchado a -18°C + SST 24 h)	GM9508P
* Ensayo de desconchado por corrosión con incrustaciones + 5 ciclos de corrosión con incrustaciones	GM9511P
Corrosión cíclica, 10 ciclos J	GM9505P
* En el caso de aplicación a muelles helicoidales, el ensayo de corrosión con incrustaciones se debe realizar después de finalizar el ensayo de desconchado	

Tabla 4

Composición		A	B*	C*	D*
Método de ensayo					
Tiempo de gel, a 200°C sobre placa caliente		33 s	33 s	33 s	33 s
Flujo/Aspecto		Aceptable	Aceptable	Aceptable	Aceptable
Resistencia al impacto (ASTM D2794)	60~80µm (0,6T CR)	500g×50cm	500g×50cm	500g×50cm	500g×50cm
	200µm (0,6T CR)	500g×50cm	500g×50cm	500g×50cm	500g×50cm
	700µm (5T CR Chorro)	1500g×50cm	1500g×50cm	1500g×50cm	1500g×50cm
Abrasión (CS-17.500g 1000ciclos) (GM9515P)		15,3 mg	N/A	7,5 mg	2,7 mg
Frote con MEK (20 veces) (GMW15891)		Bueno	Bueno	Bueno	Bueno
Ensayo de espumado (grosor del polvo - 600µm)		460 ~ 470µm	460 ~ 470µm	420 ~ 440µm	420 ~ 440µm
Desconchado (GM9508P)	Chorro del panel CR	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
	Muelle helicoidal	Pasa	Pasa	Pasa	No pasa
Corrosión (GM4298P)	Chorro del panel CR	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
	Muelle helicoidal	Pasa	Pasa	Pasa	Pasa
Corrosión con incrustaciones (GM9511P)		Pasa	No pasa	No pasa	No pasa
Corrosión cíclica (GM9505P)		Pasa	Pasa	N/A	N/A

* Ejemplo comparativo

5 Como se muestra en la Tabla 4, las composiciones de epoxi de un solo revestimiento sin zinc comparativas, aunque pasaban muchos de los ensayos de evaluación del rendimiento, no pasaron el ensayo de corrosión con incrustaciones. En consecuencia, no se consideró que el revestimiento proporcionara una resistencia a la corrosión aceptable, necesaria para la aplicación prevista.

Ejemplo 3 - Evaluación de muelles helicoidales revestidos con polvo por revestimiento de una capa frente a dos capas.

10 Se realizaron ensayos para evaluar el rendimiento del sistema de una sola capa de la invención en comparación con un sistema convencional de revestimiento de dos capas sobre muelles helicoidales. Los ensayos se realizaron usando los métodos de ensayo estándar aceptados por la industria identificados en las Tablas 5 y 6:

Tabla 5

El procedimiento de ensayo:	Especificación GM9984164 para muelles de doble capa.
Sustratos ensayados:	Muelles helicoidales

Tabla 6

		Composición de epoxi de un solo revestimiento sin zinc A	Revestimiento doble sin zinc convencional ¹
Tiempo de Gel		33 s	37 s
Flujo		Aceptable	Aceptable
Resistencia al impacto (ASTM D2794)	60~80 μm (0,6 T CR)	500 g \times 50 cm	500 g \times 50 cm
	200 μm (0,6 T CR)	500 g \times 50 cm	500 g \times 50 cm
	700 μm (chorreo 5T CR)	1.500 g \times 50 cm	1500 g \times 50 cm
Abrasión (CS-17.500g 1000 ciclos) (GM9515P)		15,3 mg	15,9 mg
Frote con MEK (20 veces) (GMW15891)		Buena	Buena
Ensayo de espuma (grosor del polvo – 600 μm)		460 ~ 470 μm	360 ~ 370 μm
Desconchado (GM9508P)	Chorro del panel CR	Pasa	Pasa
	Muelle helicoidal	Pasa	Pasa
Corrosión (GM4298P)	Chorro del panel CR	Pasa	Pasa
	Muelle helicoidal	Pasa	Pasa
Corrosión con incrustaciones (GM9511P)		Pasa	Pasa
Corrosión cíclica (GM9505P)		Pasa (Blister 4 ~ 6 mm)	Pasa (Blister 4 ~ 5 mm)

1. La imprimación es BL100K y la capa final es BN105K, cada una disponible en Akzo Nobel Powder Coatings.

Como se muestra, el sistema de un solo revestimiento de la invención funcionó tan bien como el sistema de doble revestimiento convencional en todas las categorías.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento en polvo resistente a la corrosión y al desconchado que comprende:
 - de 40 a 75% en peso, basado en el peso total de la composición, de una o más resinas epoxi, en la que la una o más resinas epoxi tiene un EEW de 700 a 1.500;
- 5 - más de 15% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos una fibra de refuerzo, en la que la por lo menos una fibra de refuerzo es una fibra de vidrio y en la que la cantidad de fibra de vidrio está entre 35 y 95 phr; y
 - de 0,1% en peso a 5% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos un promotor de adhesión.
- 10 2. La composición de la reivindicación 1, en la que la una o más resinas epoxi tiene un EEW de 730-840.
3. La composición de la reivindicación 1, en la que la una o más resinas epoxi tiene un EEW de 1.150 a 1.300.
4. La composición de la reivindicación 1, en la que la una o más resinas epoxi es un aducto de epoxi/caucho de CTBN que tiene un EEW de 1.000 a 1.300.
- 15 5. La composición de la reivindicación 1, en la que la una o más resinas epoxi comprende una primera resina epoxi que tiene un EEW de 730-840 y una segunda resina epoxi que tiene un EEW de 1.150 a 1.300.
6. La composición de la reivindicación 5, en la que la una o más resinas epoxi comprende además un aducto de epoxi/caucho de CTBN que tiene un EEW de 1.000 a 1.300.
7. La composición de la reivindicación 1, en la que el por lo menos un promotor de adhesión es un copolímero modificado adsorbido en SiO₂.
- 20 8. La composición de la reivindicación 1, que comprende además por lo menos una carga en la que la por lo menos una carga se selecciona del grupo que consiste en carbonato de calcio, carga de nefelina sienita y sus combinaciones.
9. La composición de la reivindicación 8, en la que el por lo menos un carbonato de carga está presente en una cantidad de 1% en peso a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.
- 25 10. La composición de la reivindicación 1 que comprende además por lo menos un agente de curado fenólico.
11. La composición de la reivindicación 1 que comprende además una o más ceras.
12. Un método para revestir un sustrato de acero que comprende:
 - aplicar un sistema de revestimiento en polvo de una sola capa que comprende una composición de revestimiento de polvo resistente a la corrosión y al desconchado que comprende de 40 a 75% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos una resina epoxi; en el que la por lo menos una resina epoxi tiene un EEW de 700 a 1.500, más de 15% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos una fibra de refuerzo, en el que la por lo menos una fibra de refuerzo es una fibra de vidrio, y en el que la cantidad de fibra de vidrio está entre 35 y 95 phr, y de 0,1% en peso a 5% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos un promotor de adhesión; y
- 30 - calentar la composición de revestimiento en polvo a una temperatura efectiva y un tiempo efectivo suficiente para fundir la composición.
- 35 13. Un sustrato de acero revestido con un sistema de revestimiento en polvo de una sola capa, en el que dicho sistema de revestimiento en polvo de una sola capa comprende una composición de revestimiento en polvo resistente a la corrosión y al desconchado que comprende:
 - de 40 a 75% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos una resina epoxi, en el que la por lo menos una resina epoxi tiene un EEW de 700 a 1.300;
 - más de 15% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos una fibra de refuerzo, en el que la por lo menos una fibra de refuerzo es una fibra de vidrio y en el que la cantidad de fibra de vidrio está entre 35 y 95 phr;
- 40 - de 0,1% en peso a 5% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos un promotor de adhesión.
- 45 - de 0,1% en peso a 5% en peso, basado en el peso total de la composición, de por lo menos un promotor de adhesión.