

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 726 194**

51 Int. Cl.:

C09D 161/06 (2006.01)
C09D 109/00 (2006.01)
C09D 133/14 (2006.01)
C09D 133/24 (2006.01)
C09D 133/26 (2006.01)
C09D 5/02 (2006.01)
C09D 5/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.10.2014 PCT/US2014/062141**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **30.04.2015 WO15061664**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.10.2014 E 14793738 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2019 EP 3060617**

54 Título: **Composición de revestimiento de base acuosa que contiene polibutadieno con terminación de hidroxilo**

30 Prioridad:

25.10.2013 US 201314062928

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.10.2019

73 Titular/es:

**PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)
3800 West 143rd Street
Cleveland, OH 44111, US**

72 Inventor/es:

**MOST, CHRISTOPHER L. y
MCVAY, ROBERT**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 726 194 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 de base acuosa que contiene polibutadieno con terminación de hidroxilo

5 **Campo de la invención**

La presente invención hace referencia a composiciones de revestimiento de base acuosa apropiadas para revestimientos de recipientes, en particular para el interior de la superficie de latas expuestas a productos alimentarios corrosivos.

10

Antecedentes de la invención

Los revestimientos se aplican normalmente al interior de recipientes metálicos de alimentos y bebidas para evitar que los contenidos entren en contacto con la superficie metálica del recipiente. El contacto con determinados alimentos, En particular con productos ácidos, puede provocar que el recipiente metálico experimente corrosión. Esta corrosión tiene como resultado la contaminación y el deterioro de aspecto y sabor del producto de alimento o bebida.

15

20

Muchas de las composiciones de revestimiento para recipientes de alimentos y bebidas se basan en resinas epoxi que son poli(éteres de glicidilo) de bisfenol A. El bisfenol A en los revestimientos de envasado puede ser bien el propio bisfenol A (BPA) o derivados del mismo, tales como éteres diglicidílicos de bisfenol A (BADGE) y resinas de novolaca epoxi. Estos revestimientos tienen excelente flexibilidad y adhesión a sustratos metálicos. Sin embargo, el bisfenol A y los derivados del mismo resultan problemáticos. Aunque el equilibrio de la evidencia científica disponible hasta la fecha indica que las pequeñas cantidades de traza de BPA o BADGE que se podrían liberar de los revestimientos existentes no representan riesgos de salud para las personas, sin embargo, estos compuestos se perciben por parte de algunas personas como nocivos para la salud de las personas. En consecuencia, existe un fuerte deseo de eliminar estos compuestos de los revestimientos para los recipientes de alimentos y bebidas.

25

30

La sustitución de las composiciones de revestimiento normalmente se basa en polímeros que contienen grupos hidroxilo y agentes de curado de fenoplasto o aminoplasto. Aunque estos revestimientos presentan buena adhesión, carecen de la flexibilidad necesaria para evitar la corrosión que tienen lugar cuando el revestimiento experimenta microfisuración debido a deformación grave del metal. En las latas para alimentos de 2 piezas, por ejemplo, tiene lugar la microfisuración en el espacio de cabecera debido al proceso de doble sellado que fija el extremo de la lata tras el llenado. Esto se conoce comúnmente como fallo por "cresta de presión". Los alimentos corrosivos se infiltran en el revestimiento a través de las microfisuras y provocan la corrosión de la superficie metálica generando corrosión, deslaminado del revestimiento y perforación con el tiempo de la lata lo cual estropea el alimento. Debido a la susceptibilidad de los revestimientos de base acrílica frente al fallo por cresta de presión, actualmente son inferiores a los revestimientos industriales que contienen BPA convencional en la industria de revestimientos para envasado, ya que no pueden albergar alimentos altamente corrosivos tales como alimentos basados en tomate.

35

40

Sumario de la invención

La presente invención proporciona una composición de revestimiento de base acuosa apropiada para revestir la superficie de un recipiente en contacto con productos alimentarios que comprende:

45

(A) una fase resinosa de

(i) un polímero funcional de ácido al menos parcialmente neutralizado que contiene grupos funcionales reactivos en cantidades de un 20 a un 35 por ciento en peso,

50

(ii) un compuesto fenólico y un aldehído o el producto de reacción de los mismos en cantidades de un 15 a un 60 por ciento en peso,

(iii) un polibutadieno con terminación hidroxilo en cantidades de un 2,5 a un 10 por ciento en peso, estando los porcentajes en peso basados en el peso de los sólidos de resina en la composición de revestimiento;

55

la fase resinosa dispersada en

(B) el medio acuoso.

Descripción detallada

60

Como se usa en el presente documento, a menos que se especifique expresamente lo contrario, todos los números tales como los que expresan valores, intervalos, cantidades o porcentajes se pueden leer como si fueran precedidos por la palabra "aproximadamente", incluso si el término no aparece de forma expresa. Además, debe señalarse que los términos y/o frases en plural abarcan sus equivalentes en singular y viceversa. Por ejemplo, "un" polímero, "un" agente de reticulación, y cualquier otro componente, se refiere a uno o más de estos componentes.

65

Cuando se hace referencia a cualquier intervalo numérico de valores, se entiende que dichos intervalos incluyen todos y cada uno de los números y/o fracciones entre el mínimo y el máximo del intervalo fijado.

5 Tal como se emplea en el presente documento, el término "poliol" o variaciones del mismo, se refiere ampliamente a un material que tiene un promedio de dos o más grupos hidroxilo por molécula. La expresión "poli(ácido carboxílico)" se refiere a los ácidos y derivados funcionales de los mismos, incluyendo los derivados anhídridos en los que existen, y ésteres alquílicos inferiores que tienen 1-4 átomos de carbono.

10 Como se usa en el presente documento, el término "polímero" se refiere ampliamente a prepolímeros, oligómeros y tanto a homopolímeros y como a copolímeros. El término "resina" se usa de forma intercambiable con «polímero».

15 Los términos "acrílico" y "acrilato" se usan de forma intercambiable (a menos que hacerlo altere el significado deseado) e incluyen ácidos acrílicos, anhídridos y sus derivados, tales como sus ésteres de alquilo C₁-C₅, ácidos acrílicos sustituidos por alquilos inferiores, por ejemplo, ácidos acrílicos C₁-C₂ sustituidos, tales como ácido metacrílico, ácido etacrílico, etc., y sus ésteres de alquilo C₁-C₅, a menos que se indique claramente lo contrario. Se pretende que los términos "(met)acrílico" o "(met)acrilato" incluyan las formas tanto acrílica/acrilato como metacrílica/metacrilato del material indicado, por ejemplo, un monómero de (met)acrilato. La expresión "polímero acrílico" o "polímero (met)acrílico" se refiere a polímeros preparados a partir de uno o más monómeros acrílicos.

20 Como se usa en el presente documento, los pesos moleculares se determinan por cromatografía de permeación de gel usando un patrón de poliestireno. A menos que se indique de otro modo, los pesos moleculares están basado en el promedio en número (M_n).

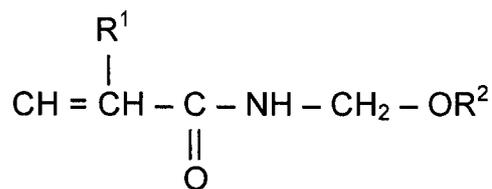
25 Como se indica, un componente esencial de la composición es un polímero funcional de ácido al menos parcialmente neutralizado que contiene grupos funcionales reactivos (i). Los ejemplos de dichos grupos funcionales son hidroxilos que son reactivos con el producto de reacción de formaldehído-compuesto fenólico y grupos N-alcoximetilo que también son reactivos con el producto de reacción de compuesto fenólico y con cada uno de los otros. El polímero funcional de ácido puede ser un polímero (met)acrílico.

30 Entre los monómeros usados en la preparación del polímero (met)acrílico están los ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados tales como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotónico y ácido maleico.

35 El ácido carboxílico etilénicamente insaturado se usa en cantidades de un 20 a un 35 por ciento, tal como de 22 a un 33 por ciento en peso, basado en el peso total de monómero usado en la preparación del polímero (met)acrílico.

40 El monómero con el grupo funcional reactivo puede estar seleccionado entre ésteres hidroxialquílicos de ácido (met)acrílico, que normalmente contienen de 2 a 4 átomos de carbono en el grupo hidroxialquílico y entre grupos N-alcoximetílicos procedentes de (met)acrilamida que contienen de 1 a 4 átomos de carbono en el grupo N-alcoxi.

Los ejemplos incluyen (met)acrilato de hidroxietilo y (met)acrilato de hidroxipropilo y monómeros de la estructura:



45 en la que R¹ es hidrógeno o metilo y R² es alquilo inferior que contiene de 1 a 4 carbonos. Los ejemplos específicos de tales monómeros son N-etoximetil (met)acrilamida y N-butoximetil (met)acrilamida.

50 Los monómeros que contienen grupos funcionales reactivos están normalmente presentes en cantidades de un 0,2 a un 30, tal como de un 5 a un 40 por ciento en peso, basado en el peso total de monómeros usados en la preparación del polímero (met)acrílico.

55 Normalmente, se usan otros monómeros en la preparación del polímero (met)acrílico. Los ejemplos incluyen monómeros aromáticos tales como estireno y vinil tolueno que están presentes en cantidades de hasta un 10, tal como un 35 por ciento en peso, basado en el peso total de monómeros usados en la preparación del polímero (met)acrílico; ésteres alquílicos de ácido (met)acrílico que contienen de 1 a 8 átomos de carbono en el grupo alquílico, tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de butilo y (met)acrilato de 2-etilhexilo que están presentes en cantidades de hasta un 15, tal como un 45 por ciento en peso, basado en el peso total de monómeros usados en la preparación del polímero (met)acrílico.

60 El polímero (met)acrílico se forma por medio de polimerización de radicales libres en presencia de un iniciador de

radicales libres. Los ejemplos de iniciadores son compuesto azo, tales como, por ejemplo, alfa, alfa'-azobis(isobutironitrilo). Otros iniciadores útiles son perbenzoato de butilo terciario, pivalato de butilo terciario, percarbonato de isopropilo, peróxido de benzoílo e hidroperóxido de cumeno.

5 Normalmente, el polímero (met)acrílico tiene un peso molecular promedio expresado en número de 3.000 a 20.000, determinados mediante cromatografía de permeación en gel usando un poliestireno convencional.

10 El polímero con funcionalidad de ácido parcialmente neutralizado que contienen grupos funcionales (i) está presente en la composición en cantidades de 20 a 35, tal como de 25 a 30 por ciento en peso, basado en el peso de los sólidos de resina en la composición de revestimiento. Cantidades menores de un 20 por ciento en peso no proporcionan dispersiones estables, mientras que cantidades mayores de un 35 por ciento en peso tienen como resultado la formación de ampollas en la película tras el calentamiento.

15 El componente (ii) es una fuente de fenol y formaldehído o el producto de reacción de los mismos. Los ejemplos de fenoles son fenol, cresol, *p-terc*-butilfenol, *p*-octilfenol, *p*-nonilfenol y la fuente de formaldehído puede ser paraformaldehído.

20 La relación molar de la sustancia que da lugar a formaldehído con respecto a fenol es, de manera apropiada, de 1,0 a 2,5:1, tal como de 1,5 a 2,0:1.

25 La cantidad del componente (ii) de un 15 a un 60 por ciento en peso, tal como de un 20 a un 35 por ciento en peso. Si la cantidad del componente (ii) supera un 60 por ciento en peso, el revestimiento se vuelve frágil y se fractura cuando el extremo, el borde, se une a la lata. Cantidades menores de un 15 por ciento en peso tienen como resultado una resistencia a la corrosión pobre.

30 El componente (iii) es un polibutadieno con terminación de hidroxilo. Los polibutadienos con terminación de hidroxilo se encuentran comercialmente disponibles. Los ejemplos incluyen productos POLY BD R45HTLO, POLY BD R20LM, KRASOL LBH 2000, KRASOL LBH 2040, KRASOL LBH 3000, KRASOL LBH 5000, KRASOL LBH 10000, KRASOL LBH-P 2000, KRASOL LBH-P 3000 y KRASOL LBH-P 5000 (todos ellos disponibles en Cray Valley). Normalmente los polibutadienos con terminación de hidroxilo tienen un peso molecular promedio expresado en número ("M_n") de aproximadamente 500 a aproximadamente 10.000, tal como de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 5.000 y de aproximadamente 2.000 a aproximadamente 3.000.

35 Los polibutadienos con terminación de hidroxilo están presentes en la composición en cantidades de un 2,5 a un 10, tal como de un 5 a 7,5 por ciento en peso, basado en el peso de los sólidos de resina en la composición de revestimiento. Cantidades menores de un 2,5 por ciento en peso no proporcionan suficiente flexibilidad, mientras que cantidades mayores de un 10 por ciento en peso tienen como resultado la pérdida de aroma de las bebidas o productos alimentarios envasados.

40 Los ingredientes anteriormente mencionados en la fase resinosa se pueden mezclar de forma conjunta y se pueden calentar, normalmente a 80 a 130 °F (27-54 °C.) durante 60 a 180 minutos. Los ingredientes se pueden calentar puros o en un disolvente orgánico y la mezcla se puede neutralizar de forma parcial con amina y se pueden dispersar en un medio acuoso. Como alternativa, los ingredientes se pueden dispersar primero en un medio acuoso y se pueden calentar a las temperaturas y tiempos anteriormente mencionados.

45 El contenido de sólidos de resina de la composición de revestimiento de base acuosa es normalmente de un 25 a un 30 por ciento en peso.

50 El producto resultante puede combinarse entonces con el polímero con funcionalidad de ácido que contiene funcionalidad reactiva y la mezcla se puede dispersar en agua con ayuda de un agente de neutralización. Como alternativa, el producto se puede mezclar con una dispersión acuosa del componente (i).

55 Además de (i), (ii) y (iii), se pueden incluir otros ingredientes resinosos en la fase resinosa. Los ejemplos incluyen poli(resinas de silicona) y poliamidas con funcionalidad de amina, todos ellos con una adhesión mejorada adicional y resistencia a la corrosión del revestimiento.

60 Las resinas de silicona que se usan en la práctica de la invención son resinas de silicona funcionales, es decir, contienen grupos funcionales que son reactivos con los grupos funcionales asociados a (ii). Normalmente, estos grupos son grupos de hidrógeno activo tales como hidroxilo. Asimismo, las resinas de silicona son normalmente resinas de silicona feniladas que contienen un enlace C₆H₅-S≡. El grupo fenilo es beneficioso ya que compatibiliza la resina de silicona con los otros ingredientes resinosos en la composición de revestimiento ya que todos los ingredientes resinosos se pueden disolver o dispersar de manera uniforme en un diluyente, es decir, la resina de silicona no forma una fase por separado del resto de ingredientes resinosos en la composición de revestimiento. Las resinas de silicona feniladas normalmente usadas en la composición son resinas de alquil-fenil silesquioxano como se describe en la Patente de Estados Unidos N°. Serie de Aplicación 13/707.741, presentada el 7 de diciembre de 2012. Cuando están presentes, la poli(resina de silicona) está presente en cantidades de hasta un 20 por ciento en

peso basado en el peso de sólidos de resina.

Dichas poliamidas con terminación de amina se describen en la patente de EE.UU. n.º 7.475.786. Cuando están presentes, las poliamidas con terminación de amina están presentes en cantidades de hasta un 20 por ciento en peso basado en los sólidos de resina.

5 Las composiciones de la invención están en forma de una dispersión acuosa en la que la fase acuosa se dispersa en un medio acuoso. El medio acuoso de la dispersión puede consistir completamente en agua en algunos casos pero, más habitualmente, consiste en una mezcla de agua y disolventes orgánicos miscibles en agua o solubles en agua. Los disolventes orgánicos apropiados son alcoholes de tipo éter, tales como éter monobutílico de etilen glicol (butil celosolve), éter monoetílico de etilen glicol (etil celosolve) y similares, y alcanos inferiores que tienen de 2 a 4 átomos de carbono tales como etanol, propanol, isopropanol, butanol y similares. También pueden estar presentes proporciones menores de disolventes de hidrocarburo tales como xileno, tolueno y similares en el medio acuoso. El medio acuoso puede contener de aproximadamente un 60 por ciento a aproximadamente un 100 por cien en peso de agua y de aproximadamente un 0 por ciento a aproximadamente un 40 por ciento en peso de disolvente orgánico. El porcentaje en peso está basado en el peso total del medio acuoso.

20 Para dispersar la fase resinosa en el medio acuoso, el polímero (met)acrílico está al menos parcialmente neutralizado con una base tal como una amina. Los ejemplos de aminas incluyen amoníaco, monoetanolamina y dietanolamina. Normalmente, la amina neutraliza al menos un 25 por ciento, tal como al menos un 50 por ciento de equivalentes de ácido en el polímero (met)acrílico.

El otro ingrediente resinoso puede combinarse posteriormente con la sal de polímero (met)acrílico y la mezcla se puede dispersar en el medio acuoso. El contenido de sólidos de resina de la dispersión acuosa es normalmente de un 25 a un 30, tal como de un 26 a un 28 por ciento en peso, basado en el peso total de la dispersión acuosa.

25 En determinadas realizaciones, las composiciones usadas en la práctica de la invención están sustancialmente libres, puede estar esencialmente libres y pueden estar completamente libres de bisfenol A y sus derivados o residuos, incluyendo bisfenol A ("BPA") y éter diglicídico de bisfenol A ("BADGE"). A veces, dichas composiciones se denominan «sin intención de BPA» ya que el BPA, incluyendo sus derivados y residuos, no se añaden de forma intencionada pero pueden estar presentes en cantidades de traza debido a la contaminación inevitable del medio ambiente. Las composiciones también pueden estar sustancialmente libres y pueden estar esencialmente libres y pueden estar completamente libres de Bisfenol F y derivados y residuos del mismo, incluyendo bisfenol F y éter diglicídico de bisfenol F ("BPF"). La expresión «sustancialmente libre», tal como se usa en el presente contexto, significa que las composiciones contienen menos de 1000 partes por millón (ppm), "esencialmente libre" significa menos de 100 ppm y "completamente libre" significa menos de 20 partes por billón (ppb) de cualquiera de los compuestos anteriormente mencionados, derivados o residuos de los mismos.

Las composiciones de revestimiento de la presente invención se pueden aplicar a recipientes de todo tipo y se adaptan particularmente bien para su uso en latas de alimentos y bebidas (por ejemplo, latas de tres piezas, etc.).

40 Las composiciones se pueden aplicar al recipiente de alimento o bebida mediante cualquier medio conocido en la técnica tal como revestimiento por rodillos, pulverización y electro-revestimiento. Se aprecia que para las latas de alimentos de dos piezas, el revestimiento normalmente se puede pulverizar una vez que se prepara la lata. Para las latas de alimentos de tres piezas, primero se reviste normalmente con rodillos una lámina lisa con una o más de las presentes composiciones y a continuación se puede conformar. Como se ha señalado anteriormente, el porcentaje de sólidos de la composición se puede ajustar sobre la base del medio de aplicación. El revestimiento se puede aplicar a un peso de película seca de 0,93 mg/cm² (24 mg/6,4 cm² (4 pulgadas²)) a 0,46 mg/cm² (12 mg/6,4 cm² (4 pulgadas²)), tal como de 0,77 mg/cm² (20 mg/6,4 cm² (4 pulgadas²)) a 0,54 mg/cm² (14 mg/6,4 cm² (4 pulgadas²)).

50 Tras la aplicación, después se cura el revestimiento. El curado se lleva a cabo por medio de métodos convencionales en la técnica. Para el revestimiento por bobina, esto es normalmente un tiempo de residencia (es decir, de 9 segundos a 2 minutos) a calentamiento elevado (es decir, 485 °F (252 °C) temperatura pico de metal); las planchas metálicas revestidas normalmente experimentan curado (es decir, 10 minutos) pero a bajas temperaturas (es decir, 400 °F (204 °C) temperatura pico de metal). Para los revestimientos aplicados por pulverización sobre latas de dos piezas, el curado puede ser de 5 a 8 minutos, con una cocción de 90 segundos a una temperatura de metal pico de 415 °F (213 °C) a 425 °F (218 °C).

60 Cualquier material usado para la formación de latas de alimentos se puede tratar de acuerdo con los presentes métodos. Los sustratos particularmente apropiados incluyen acero metalizado con estaño, acero libre de estaño y acero metalizado con negro.

Los revestimientos de la presente invención se pueden aplicar directamente al acero, sin añadir primero ningún pretratamiento o adhesivo al metal. Además, no es necesario aplicar revestimientos sobre la parte superior de los revestimientos usados en los presentes métodos.

65 Las composiciones de la presente invención se comportan según se desee, en las áreas tanto de adhesión como se

flexibilidad.

Ejemplos

5 Los siguientes ejemplos se ofrecen para ayudar a entender la presente invención y no deben interpretarse como limitantes del alcance de la misma. A menos que se indique de otro modo, todas las partes y porcentajes están en peso.

Ejemplo A

10 Se preparó un polímero (met)acrílico por medio de polimerización de radicales libres en 2-butoxietanol a partir de la siguiente mezcla de monómeros: 20 por ciento en peso de ácido metacrílico, 25 por ciento en peso de estireno, 50 por ciento en peso de acrilato de butilo y 5 por ciento en peso de N-butoximetilol acrilamida; estando los porcentajes en peso basados en el peso total de los monómeros. El polímero resultante tuvo un M_n de 3495 y un contenido teórico de sólidos de un 52 por ciento en 2-butoxietanol.

15

Ejemplo B

20 Se preparó una dispersión acuosa de un polímero (met)acrílico por medio de preparación en primer lugar de un polímero (met)acrílico por medio de polimerización de radicales libres en n-butanol a partir de la siguiente mezcla de monómeros: 30 por ciento en peso de ácido metacrílico, 25 por ciento en peso de estireno, 43 por ciento en peso de acrilato de butilo y 2 por ciento en peso de N-butoximetilol acrilamida; estando los porcentajes en peso basados en el peso total de los monómeros. El polímero resultante tuvo un M_n de 10.600 y un contenido teórico de sólidos de un 52 por ciento en butanol. El polímero estaba parcialmente neutralizado (un 30 por ciento de la neutralización teórica total) con dimetiletanolamina y dispersado en agua a un contenido teórico de sólidos de un 43,5 por ciento en peso.

25

Ejemplo 1

30 Se obtuvo una composición de revestimiento acuosa por medio de mezcla conjunta de los siguientes ingredientes usando un dispersador de Cowles calentando para obtener una dispersión estable.

Ingrediente	Partes en Peso
Polímero acrílico de Ejemplo A	181,34
Resina fenólica ¹	651,26
Poliamida ²	95
Resina de silicona ³	81
Aceite de linaza sometido a reacción con fenol y formaldehído ⁴	99
Polibutadieno con terminación de hidroxilo	56
Dispersión de polímero acrílico del Ejemplo B	600,41
Agua Desionizada	763
Resina fenólica ⁵	91
Agua Desionizada	268
Ácido oleico	20
Agua Desionizada	865

¹ Resina de cresol-formaldehído de Cytec como PR516.
² Poliamida con terminación de amina de Momentive como EPIKURE 3115 (80 % de sólidos en butanol).
³ Disponible en Dow Chemical como XIAMETER RSN255 (70 % sólidos en butanol).
⁴ Condensado de un 42 por ciento en peso de Aceite de Linaza, 43 por ciento en peso de cresol y un 15 por ciento en peso de formaldehído.
⁵ resina de t-butil fenol-formaldehído de Durez como 29-401.

Ejemplo 2

35 Se preparó una composición de revestimiento acuosa similar al Ejemplo 1 pero sin el producto de reacción de Aceite de Linaza. Se obtuvo la composición por medio de mezcla conjunta de los siguientes ingredientes y calentando para obtener una dispersión estable.

Ingrediente	Partes en Peso
Polímero acrílico de Ejemplo A	127,10
Resina fenólica de cresol-formaldehído del Ejemplo 1	594,95
Poliamida del Ejemplo 1	95
Dispersión de polímero acrílico del Ejemplo B	600,41
Agua Desionizada	763
Resina fenólica de t-butil fenol-formaldehído del Ejemplo 1	236
Agua Desionizada	268
Ácido oleico	20
Agua Desionizada	829,55

Ejemplo 3 (Comparativo)

- 5 Se preparó una composición de revestimiento acuosa similar al Ejemplo 1 pero sin polibutadieno con terminación hidroxil. Se obtuvo la composición por medio de mezcla conjunta de los siguientes ingredientes y calentando para obtener una dispersión estable.

Ingrediente	Partes en Peso
Polímero acrílico de Ejemplo A	181,34
Resina fenólica de cresol-formaldehído del Ejemplo 1	651,26
Poliamida del Ejemplo 1	95
Aceite de linaza sometido a reacción con fenol y formaldehído del Ejemplo 1	99
Dispersión de polímero acrílico del Ejemplo B	600,41
Agua Desionizada	763
Resina fenólica de t-butil fenol-formaldehído del Ejemplo 1	91
Agua Desionizada	268
Ácido oleico	20
Agua Desionizada	865

- 10 Se aplicaron por medio de pulverización las composiciones de revestimiento de los Ejemplos 1-3 a la superficie interior de latas de D&I de 2 piezas electro metalizadas con estaño de 211 x 400 a un peso de película de 220 mg ± 10 mg y en los extremos de las latas a un peso de revestimiento de 16-18 mg/6,4 cm² (4 pulgadas²). Se curaron los revestimientos por medio de calentamiento de la lata en un horno IBO de 4 zonas para lograr 400 °F (204 °C) en el domo (parte inferior de la lata) durante 90 segundos para un tiempo total de calentamiento de 5 minutos. Se unieron los extremos de la lata sobre el cuerpo de la lata que contenía sopa de arroz y pollo rellena hasta un espacio de cabecera de 1/2 pulgada (1,27 cm). Se procesó con vapor la lata durante 90 minutos a 121 °C y se almacenó a 120 °F (49 °C) durante dos semanas. Las latas recubiertas se retiraron del almacenamiento, se enfriaron y se abrieron con cuatro cortes verticales desde la parte superior hasta la parte inferior y se aplanaron para simular un corte con el fin de poder evaluar las superficies revestidas interiores en cuanto a adhesión, corrosión y flexibilidad, midiéndose todos ellos en una escala de 0 a 10.

Se realizó un ensayo de adhesión de acuerdo con la norma ASTM D-3359, Método de Ensayo B, usando cinta SCOTCH 610. Una lectura de 10 indica sin fallo de adhesión, una lectura de 9 indica que un 90 por ciento del revestimiento permaneció adherido, y una lectura de 0 indica el fallo completo de la adhesión. Para una protección frente a la corrosión, un valor de "0" indica que el revestimiento está completamente corroído, observado por la formación de burbujas o la formación de ampollas de la película en todas las áreas. Un valor de "10" indica ausencia de evidencia de corrosión. Se evaluó la evidencia de corrosión en el área del espacio de cabecera que es la parte de la lata de 2 piezas con mayor dificultad para obtener resistencia a la corrosión, ya que contiene la menor cantidad de metalizado de estaño debido al proceso de trefilado.

30 Se determina la flexibilidad por medio de pérdida de revestimiento tras la deformación de la lata en la circunferencia del domo. Una lectura de 10 indica sin pérdida de revestimiento mientras que una lectura de 0 indica pérdida completa del revestimiento.

Los resultados del ensayo en tres latas para cada ejemplo se presentan en la Tabla siguiente.

35

Tabla

Resultados del Ensayo de Adhesión Corrosión y Flexibilidad			
Ejemplo de Revestimiento	Adhesión	Corrosión	Flexibilidad
1	10	9,1	10
1	10	9,1	10
1	10	9,8	10
2	10	5,2	10
2	10	5,6	10
2	10	7,2	10
3	10	8,9	8,9
3	10	9,8	8,9
3	10	8,9	8,5

REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento de base acuosa que comprende:

5 (A) una fase resinosa de

- (i) un polímero funcional de ácido al menos parcialmente neutralizado que contiene grupos funcionales reactivos en cantidades de un 20 a un 35 por ciento en peso,
- (ii) un compuesto fenólico y un aldehído o el producto de reacción de los mismos en cantidades de un 15 a un 60 por ciento en peso,
- (iii) un polibutadieno con terminación hidroxilo en cantidades de un 2,5 a un 10 por ciento en peso, estando los porcentajes en peso basados en el peso de los sólidos de resina en la composición de revestimiento;

15 la fase resinosa dispersada en
(B) el medio acuoso.

2. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1 en la que el compuesto fenólico está seleccionado entre el grupo que consiste en fenol y un fenol alquilado.

20 3. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1 en la que el aldehído es formaldehído.

4. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1 en el que el polímero con funcionalidad de ácido es un copolímero de monómeros (met)acrílicos.

25 5. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1 en la que los grupos ácidos son grupos de ácido carboxílico.

30 6. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1 en la que los grupos funcionales reactivos están seleccionados entre grupos hidroxilo y N-alcoximetilo.

7. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1 en la que

35 (ii) está presente en cantidades de un 40 a un 60 por ciento en peso, y los porcentajes en peso están basados en el peso de sólidos de resina en la composición de revestimiento.

8. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1, que contiene una poliamida con terminación de amina en la fase resinosa.

40 9. La composición de revestimiento de base acuosa de la reivindicación 1, que contiene una poli(resina de silicona) en la fase resinosa.

10. Un artículo recubierto que comprende:

45 (A) un sustrato y
(B) un revestimiento depositado sobre al menos una parte del sustrato de la composición de la reivindicación 1.

11. El artículo revestido de la reivindicación 10, en el que el sustrato es un recipiente.

50 12. El artículo revestido de la reivindicación 11, en el que el recipiente es un recipiente de alimentos o bebidas.

13. El artículo revestido de la reivindicación 12, en el que el revestimiento está sobre la superficie interior del recipiente.