



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0619555-5 B1

(22) Data do Depósito: 30/03/2006

(45) Data de Concessão: 05/12/2017



(54) Título: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO FLUTUANTE, COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO FLUTUANTE, COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO E COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO CURADA

(51) Int.Cl.: C09D 183/06

(30) Prioridade Unionista: 08/12/2005 US 11/297.714

(73) Titular(es): MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS INC.

(72) Inventor(es): ALAIN LEJEUNE; YVES GENTIL

"PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO FLUTUANTE, COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO FLUTUANTE, COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO E COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO CURADA"

REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDOS RELACIONADOS

[001]Este pedido é uma continuação parcial do Pedido de Patente U.S. co-pendente n° de Série 11/100.840, depositado em 7 de abril de 2005, cujo conteúdo está ora incorporado por referência.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[002]Há uma literatura extensa descrevendo o uso de epóxi silanos funcionais monoméricos. Esses silanos são empregados, ou sozinhos ou combinados com polímeros apropriados. Contudo, uma das dificuldades principais no uso de epóxi silano monomérico em água é sua sensibilidade à hidrólise e condensação difícil de controlar. Além disso, a estabilidade das funcionalidades epóxi, quando do emprego dos epóxi silanos monoméricos em água, é difícil de controlar, devido a tendência das funcionalidades epóxi apresentar abertura do anel.

[003]O uso de silanos pré-hidrolisados e pré-condensados é uma resposta a tais questionamentos. Um silano pré-hidrolisado e condensado pode ser uma estrutura oligomérica que possui aspectos específicos como, peso molecular controlado, normalmente boa formação de filme e propriedades de dispersão devido às terminações silano serem já parcial ou totalmente condensadas e devido a velocidades de cura mais rápida. Este aspecto dos oligômeros torna-os atraentes à indústria de revestimentos à medida que ampliam o campo de aplicações e ainda ajudam no ganho de aplicações mais rápidas ou propriedades de formulação. Contudo, os oligômeros de alto peso molecular podem condensar mais ainda em redes de siloxano maiores, resultando na formação de estruturas que dificultam a solubilidade em água.

[004]Por exemplo, a Patente U.S.A. n° 6.391.999 apresenta oligômeros epóxi siloxano multifuncionais para emprego num sistema sem solvente ou à base de solvente. Esses oligômeros epóxi siloxano multifuncionais têm altos pesos mole-

culares e uma quantidade insignificantes de grupos silano residuais funcionais. Assim, é bastante difícil tornar os oligômeros hidrossolúveis.

[005]Uma outra desvantagem do uso de epóxi silanos monoméricos é que eles liberam uma grande quantidade de compostos orgânicos voláteis (VOCs) expressos como teor alcoólico introduzido pelas funcionalidades alcóxi.

[006]Uma tendência geral da indústria é diminuir ou eliminar a liberação de VOCs ou poluentes perigosos do ar (HAPS). É conveniente, reduzir o teor de metanol de qualquer estrutura que possa estar envolvida em revestimentos, adesivos e aplicações de vedação.

[007]É conveniente também, preparar revestimentos com base em água, que sejam resistentes aos produtos químicos, bem como resistentes à corrosão com base em pós metálicos, como alumínio, zinco, bronze e outros pigmentos metálicos ou orgânicos. Pigmentos metálicos, na medida em que são sensíveis à água, precisam ter também proteção superior de tais pós metálicos em água contra um mecanismo bem conhecido denominado evolução do hidrogênio.

[008]É também conveniente produzir revestimentos com base em água que tenham propriedades de aderência superior, resistências mecânicas ou químicas, com comportamentos notáveis às intempéries podendo ser aplicados numa série de substratos, tais como substratos metálicos ou plásticos, substratos celulósicos ou naturais, material concreto e quaisquer outros materiais em geral, empregados em revestimentos e adesivos e industria de vedação.

[009]Conseqüentemente, há uma necessidade em se produzir um oligômero de epóxi silano hidrossolúvel que seja útil no sistema transportado por água. Há também uma necessidade quanto a uma estrutura oligomérica epóxi silano com grupos epóxi funcionais para emprego em sistemas transportados por água pra proteção da corrosão, primeira demão rico em zinco, primeira demão comercial, dispersões de pigmento metálico ou outras aplicações de revestimento.

DESCRIÇÃO SUCINTA DA INVENÇÃO

[0010]De acordo com a presente invenção, é proporcionado um processo para produzir um oligômero de epóxi silano compreendendo reagir glicidóxi silano e/ou epóxi silano cicloalifático com 2 ou 3 grupos alcóxi, opcionalmente um silano copolimerizável diferente do glicidóxi silano e epóxi silano cicloalifático, com menos que 1,5 equivalentes de água na presença de um catalisador, onde essa água é continuamente introduzida durante a reação.

[0011]Além disso, de acordo com a presente invenção é proporcionada uma composição de revestimento contendo oligômero de epóxi silano feito pelo processo supracitado.

[0012]Adicionalmente, de acordo com a presente invenção, é proporcionada uma composição transportada em água compreendendo pelo menos um oligômero de epóxi silano onde o oligômero de epóxi silano é produzido por reação de glicidóxi silano e/ou epóxi silano cicloalifático com 2 ou 3 grupos alcóxi, e, opcionalmente, um silano copolimerizável diferente de glicidóxi silano e epóxi silano cicloalifático, com menos que 1,5 equivalentes de água na presença de um catalisador onde essa água é continuamente introduzida durante a reação e um ou mais ingredientes opcionais.

[0013]Selecionados do grupo consistindo de um tensoativo, agente de ajuste do pH, co-solvente, silano monomérico aglutinante, reticulador e dispersão em pasta de pigmento.

[0014]É também proporcionado um processo para produzir uma composição de revestimento transportada em água de acordo com a presente invenção compreendendo a pré-solubilização de pelo menos um oligômero de epóxi silano numa solução aquosa sob condições ácidas com um ou mais ingredientes opcionais selecionados do grupo consistindo de agente de ajuste do pH, co-solvente, tensoativo e silano monomérico, onde o oligômero de epóxi silano é produzido por reação de glicidóxi silano e/ou epóxi silano cicloalifático com 2 ou 3 grupos alcóxi, e, opcionalmente, um silano copolimerizável diferente do glicidóxi silano e epóxi si-

lano cicloalifático, com menos que 1, 5 equivalentes de água na presença de um catalisador onde essa água é continuamente introduzida durante a reação e dispersão de um metal particulado na solução aquosa.

[0015]Diferentes dos oligômeros de epóxi silano descritos na Patente U.S. 6.391.999, que não são prontamente hidrossolúveis, os oligômeros de epóxi silano produzidos pelo processo da invenção apresentam boa solubilidade em água tornando-os particularmente úteis como componentes de revestimentos transportados em água e a base de água.

[0016]Varias outras características, aspectos, e vantagens da presente invenção tornar-se-ão evidentes com referência à descrição e reivindicações apensas que seguem.

DESCRIÇÃO SUCINTA DOS DESENHOS

[0017]A figura 1 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de tinta de acordo com a técnica precedente.

[0018]A figura 2 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de tinta de acordo com uma modalidade da presente invenção.

[0019]A figura 3 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de tinta de acordo com uma outra modalidade da presente invenção.

[0020]A figura 4 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de tinta de acordo com uma outra modalidade ainda da presente invenção.

[0021]A figura 5 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de tinta de acordo com uma outra modalidade ainda da presente invenção.

[0022]A figura 6 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de uma pasta metálica de acordo com uma outra modalidade da presente invenção.

[0023]A figura 7 é um fluxograma descrevendo um processo para formação de um revestimento protetor de acordo com uma outra modalidade da presente invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0024]Oligômero de epóxi silano sintetizado com glicidóxi silano e/ou epóxi silano cicloalifático com 2 ou 3 grupos alcóxi, opcionalmente com um silano copolimerizável, diferente do glicidóxi silano e do epóxi silano cicloalifático, com menos que 1,5 equivalentes de água na presença de um catalisador onde essa água é continuamente introduzida durante a reação.

[0025]De acordo com uma modalidade da presente invenção um oligômero epóxi silano é sintetizado usando hidrólise controlada e condensação de um monômero epóxi silano com introdução contínua de água e uma resina de troca catiônica forte como um catalisador. O monômero epóxi silano pode ser, ou um glicidóxi ou epóxi silano cicloalifático com 2 ou 3 grupos alcóxi funcionais.

[0026]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, os monômeros epóxi silano podem ser baseados nos epóxi silanos glicidóxi ou epóxi silanos cicloalifáticos, em combinação com outros silanos monoméricos que podem propiciar características organo-funcionais específicas como vinila, metacrila, alquila, polialquileneóxido e outras, com a condição de que estes não interajam com as funcionalidades epóxi.

[0027]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o monômero epóxi silano é combinado com um silano polialquileneóxido funcional, este último melhorando a solubilidade em água e a estabilidade do oligômero dos dois silanos. Outros silanos monoméricos conforme referenciados na Patente U.S. n.ºs. 3.337.496, 3.341.469 e 5.073. 195 ora incorporadas por referência podem ser adicionados para melhorar a solubilidade e estabilidade dos oligômeros de epóxi silano.

[0028]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o glicidóxi silano pode ser um ou mais dentre gama-glicidoxipropil trimetoxissilano, gama-glicidoxipropil trietoxissilano, gama-glicidoxipropil metildimetoxissilano, gama-glicidoxipropil metildietoxissilano e outros.

[0029]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o epóxi silano cicloalifático pode ser um ou mais de beta-(3,4-epoxicicloexil)-etil trimetoxissilano, beta-(3,4-epoxicicloexil)-etil metil dimetoxissilano, beta-(3,4-epoxicicloexil)-etil metil dietoxissilano, beta-(3,4-epoxicicloexil)-etil trietoxissilano; e outros.

[0030]O catalisador pode ser uma resina de troca iônica tal como Purolite^(R) CT-175 ou CT 275 disponível de Plurolite, Amberlite^(R) IRA 400, 402, 904, 910 ou 966 disponíveis de Rohm & Haas, Lewatit^(R) M-500, M-504, M-600, M-500-A, M-500 ou K-2641 disponíveis de Bayer, Dowex^(R) SBR, SBR-P, SAR, MSA-1 ou MSA 2, disponíveis de Dow, ou DIAON^(R) SA10, SA12, SA 20A, PA-302, PA-312, PA-412 ou PA-308, disponível de Mitsubishi. O catalisador também pode ser um sal de alquilamônio, tal como cloreto de hexadeciltrimetilamônio, cloreto de tetra-n-butilamônio ou cloreto de benzil trimetil amônio ou brometo ou a forma de hidróxido desses sais de alquilamônio, seja sozinho, ou combinados com os sais halogeneto. São também úteis como catalisadores os produtos da reação de silanos organo-funcionais de amônio quaternário e suportes tais como cerâmica (inclusive de vidro), sílica gel, sílica precipitada ou defumada, alumina, aluminossilicato, etc.

[0031]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, a relação molar de água para monômeros silano é de cerca de 0,1 a cerca de 1,5. De acordo com ainda uma outra modalidade da presente invenção, a relação molar de água para monômeros silano é de cerca de 0,4 a cerca de 1,0. De acordo com ainda uma outra modalidade da presente invenção a relação molar de água para monômeros silano é menor que cerca de 0,5.

[0032]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o oligômero de epóxi silano (ESO) é sintetizado na presença de um solvente isento de álcool, quimicamente estável, por exemplo, um hidrocarboneto alifático, uma parafina, tal como nafta ou álcoois minerais um hidrocarboneto aromático com tolueno, xileno ou um seu homólogo de maior ponto de ebulição, uma cetona como aceto-

na, metil etil cetona, metil isobutil cetona, amil cetona, um éster tal como acetato de etila, n-propila, n-butila ou acetato de amila e outros.

[0033]Numa outra modalidade da presente invenção o subproduto álcool é continuamente removido durante a reação.

[0034]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, é proporcionada uma composição de revestimento transportada em água, compreendendo um metal particulado, um tensoativo, um oligômero de epóxi silano produzido de acordo com a invenção, e um ou mais ingredientes opcionais, selecionados do grupo consistindo de agente de ajuste do pH, co-solvente e monômero epóxi silano.

[0035]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, a composição de revestimento transportada em água inclui o metal particulado numa quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 80% em peso, o tensoativo numa quantidade de cerca de 0,05 a cerca de 10% em peso, o oligômero de epóxi silano numa quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 30% em peso, água numa quantidade de cerca de 5 a cerca de 99% em peso, agente de ajuste do pH opcional quando presente, numa quantidade suficiente para fornecer um pH de cerca de 4 a cerca de 6, co-solvente opcional, quando presente numa quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 60% em peso e monômero silano opcional, quando presente numa quantidade de até 10% em peso.

[0036]Para fins de ajuste da dispersão do ESO que é produzido de acordo com o processo da presente invenção, num sistema transportado em água, um agente de ajuste do pH é adicionado durante a dispersão dos ESOs num sistema transportado em água. O pH pode ser ajustado entre 4 a 6. O agente de ajuste do pH pode ser ácido bórico. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o agente de ajuste do pH é ácido ortofosfórico, ácido acético, ou ácido cítrico ou quaisquer outros ácidos que não ocasionariam efeitos prejudiciais na proteção à corrosão, por exemplo, ácidos carboxílicos.

[0037]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, são adicionados co-solventes durante a dispersão do ESO num sistema transportado em água. O co-solvente pode ser éter metílico de dipropileno glicol (por exemplo, Dowanol^(R) DPM disponível da Dow Chemical) ou outros éteres de glicol bem como álcoois.

[0038]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção é adicionada uma combinação do agente de ajuste do pH e co-solvente durante a dispersão do ESO na formulação de um sistema transportado em água.

[0039]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, é adicionado um tensoativo durante a dispersão do ESO num sistema transportado em água. O tensoativo pode ser ou um tensoativo alquil-fenol-etoxilato (APEO) ou um tensoativo isento de APEO. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o tensoativo é um tensoativo catiônico, aniônico, ou não iônico, ou um tensoativo a base de poliéter siloxano ou quaisquer combinações destes. De acordo com uma outra modalidade ainda da presente invenção, é empregado um tensoativo com um equilíbrio hidrofílico-lipofílico (HLB) de 13. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o tensoativo pode ser uma embalagem de vários tensoativos com diferentes valores HLB variando desde cerca de 5 a cerca de 15 ou uma embalagem de tensoativo não iônico incluindo um tensoativo siloxano. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o tensoativo pode ser selecionado do grupo consistindo de tensoativo alquil fenol etoxilado, tensoativo catiônico, tensoativo aniônico, tensoativo não iônico, um tensoativo a base de poliéter siloxano e quaisquer combinações destes. Exemplos específicos dos tensoativos incluem álcoois etoxilados, ésteres de sorbitan etoxilados, ácidos graxos etoxilados, ésteres graxos etoxilados, ésteres graxos, alquilsulfossuccinatos, dialquilsulfossuccinatos, sulfatos éter alquílicos, ésteres de alquifosfato, lipídios de açúcar, alquil glicosídeos, etoxilatos de amina, sulfatos de éter alquilfenol, etoxilatos de amida e quaisquer combinações destes.

[0040]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, os ESOs são empregados em primeira demão rica em zinco transportados em água, ou sistemas de revestimento protetor, dispersões de pasta de pigmento metálico, uma combinação de dispersão de pasta metálica com látex transportado em água ou dispersões para primeira demão, revestimentos ou tintas, revestimentos protetores transportados em água, primeira demão comercial transportada em água, dispersões de pigmento metálico e seu emprego em tinta de impressão ou revestimentos, reticuladores ou látex transportados em água e dispersões incluindo sem limitação a dispersões aniônicas e catiônicas, resinas acrílicas de estireno acrílico, resinas de poliuretano e dispersões epóxi, resinas vinílicas, promotores de aderência, para sistemas iguais descrito supra, sistemas aditivos ou aglutinantes para dispersão das cargas e pigmentos metálicos, dispersão de pigmento para cargas inorgânicas, tais como carbonato de cálcio, caulim, argila, etc, revestimentos protetores transportados em água usando pigmentos de zinco e outros pigmentos metálicos como pigmento sacrificial, tintas decorativas transportadas em água para metal, plásticos e outros substratos.

[0041]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, é propiciada uma composição de revestimento transportada em água, incluindo água numa quantidade de cerca de 5 a cerca de 99% em peso do teor de solvente, um metal particulado, um tensoativo e um meio aquoso incluindo um oligômero de epóxi silano e água, onde o oligômero de epóxi silano é produzido por reação de ou um glicidóxi ou epóxi silano cicloalifático com 2 ou 3 grupos alcóxi com menos de 1,5 equivalentes de água na presença de uma resina catalisadora, onde a água é continuamente introduzida durante a reação e separação da resina catalisadora do oligômero de epóxi silano.

[0042]O revestimento transportado em água também pode incluir um monômero epóxi silano e/ou um oligômero de epóxi silano adicional. O monômero de epóxi silano adicional pode ser gama-glicidoxipropil trimetoxissilano, gama-

glicidoxipropil trietoxissilano, gama-glicidoxipropil metildimetoxissilano e gama-glicidoxipropil metildietoxissilano. O oligômero de epóxi silano adicional pode ser igual ao oligômero de epóxi silano usado na dispersão ou um ESO formado de um diferente monômero de epóxi silano de partida ou relação água para silano.

[0043] Além de um oligômero de epóxi silano produzido de acordo com a presente invenção e um epóxi silano monomérico, a composição de revestimento transportada em água pode incluir um monômero de epóxi silano e/ou um silano monomérico com base não epóxi, tal como um vinil silano, um alquil silano ou um alquilenosilano. Silanos monoméricos com base nos epóxis típicos podem ser viniltrimetoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-171, disponível de GE Silicones), viniltrietoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-151 disponível de GE Silicones), viilmetildimetoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-2171 disponível de GE Silicones), viniltriisopropoxissilano (por exemplo, CoatOSil^(R) 1706 disponível de GE Silicones), n-octiltrietoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-137 disponível de GE Silicones), propiltrietoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-138, disponível de GE Silicones), propiltrimetoxissilano, metiltrimetoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-1630, disponível de GE Silicones), metiltrietoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-162 disponível de GE Silicones), polialquilenoxidetrimetoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-1230, disponível de GE Silicones), 3-metacriloxipropiltrimetoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) A-174 disponível de GE Silicones), 3-metacriloxipropiltrietoxissilano (por exemplo, Silquest^(R) Y-9936 disponível de GE Silicones) ou 3-metacriloxipropiltriisopropóxisilano (por exemplo, CoatOSil^(R) 1757 disponível de GE Silicones).

[0044] O meio aquoso do revestimento transportado em água inclui um agente de pH. O agente de ajuste de pH pode ser, sem limitação, ácido bórico, ácido ortofosfórico, ácido acético, ácido glicólico, ácido málico, ácido cítrico ou outros ácidos carboxílicos. Além disso, de acordo com uma modalidade da presente inven-

ção, o agente de ajuste de pH está presente numa quantidade que varia de cerca de 0,5 a cerca de 4,0 % em peso do meio aquoso.

[0045]O meio aquoso do revestimento transportando em água pode incluir um co-solvente. O co-solvente pode ser éter metílico de dipropileno glicol. Outros solventes podem incluir uma ou outras combinações de solvente de éter glicólico ou similar. De acordo com uma outra modalidade o co-solvente é éter monometílico de etileno glicol (EGME), éter monoetílico de etileno glicol (EGEE), éter monopropílico de etileno glicol (EGPE), éter monobutílico de etileno glicol (EBGE), acetato éter monometílico de etileno glicol (EGMEA), éter monoexílico de etileno glicol (EGHE), éter mono-2-etilexílico de etileno glicol (EGEEHE), éter monofenílico de etileno glicol (EGPhE), éter monometílico de dietileno glicol diEGME), éter monoetílico de dietileno glicol (diEGEE), éter monopropílico de dietileno glicol (diEGPE), éter monobutílico de dietileno glicol (diEGBE), butil carbitol, éter dimetílico de dipropileno glicol (diEGME), butil glicol, butildiglicol ou solvente a base de éster. De acordo com uma outra modalidade, os solventes a base de éster incluem acetato éter monobutílico de etileno glicol (EGEEA), acetato de éter monoetílico de dietileno glicol (diEGEEA), acetato de éter monobutílico de dietileno glicol (diEGBEA), acetato de n-propila, acetato de n-butila, acetato de isobutila, acetato de metoxipropila, acetato de butil celossolve, acetato de butilcarbitol, acetato de éter n-butílico de propileno glicol, acetato de terc-butila ou um solvente a base de álcool. De acordo com uma outra modalidade ainda, o solvente a base de álcool pode ser n-butanol, n-propanol, isopropanol ou etanol.

[0046]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o co-solvente está presente numa quantidade que varia de cerca de 0,1 a cerca de 60% em peso do meio aquoso.

[0047]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o meio aquoso inclui um monômero de epóxi silano. O monômero de epóxi silano pode

ser gama-glicidoxipropil trimetoxissilano, gama-glicidoxipropil trietoxissilano, gama-glicidoxipropil metildimetoxissilano ou gama-glicidoxipropil metildietoxissilano.

[0048]O meio aquoso do revestimento transportado em água pode incluir um tensoativo. O tensoativo pode ser um tensoativo alquil fenol etoxilado, um tensoativo catiônico, tensoativo aniônico, um tensoativo não iônico, ou um tensoativo a base de poliéter siloxano ou quaisquer combinações destes. De acordo com uma modalidade da presente invenção, o tensoativo possui um equilíbrio hidrofílico-lipofílico (HLB) que varia desde cerca de 5 a cerca de 13. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção o meio aquoso inclui dois ou mais tensoativo, onde cada um dos tensoativo, possui independentemente, um valor HLB que varia desde cerca de 5 a cerca de 15. Além disso, o tensoativo pode estar presença numa quantidade que varia desde cerca de 3 a cerca de 6% em peso do meio aquoso. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o meio aquoso do revestimento transportado em água inclui um tensoativo e um agente de ajuste de pH.

[0049]O metal particulado da composição de revestimento podem ser, em geral, qualquer pigmento metálico, tal como alumínio finamente dividido, manganês, cádmio, níquel, aço inoxidável, estanho, magnésio, zinco ligas destes, ou ferro-ligas. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o metal particulado é pó de zinco ou flocos de zinco ou pó de alumínio ou flocos de alumínio numa forma de dispersão de pó ou pasta. O metal particulado pode ser uma mistura de quaisquer dos precedentes, bem como compreende ligas e misturas intermetálicas destes. Flocos podem ser combinados com pó de metal pulverulento, porém, tipicamente, com apenas quantidades secundárias de pó. Os pós metálicos, têm tipicamente um tamanho de partícula tal que, todas as partículas passam por malha 100 e uma quantidade principal passam por malha 325 ("malha" como aqui empregado em Séries de Peneira Padrão dos Estados Unidos). Os pós são em geral, esféricos, em oposição as características de folha dos flocos.

[0050]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o particulado metálico é uma combinação de alumínio e zinco. Onde o particulado metálico for a combinação de zinco com alumínio, o alumínio pode se apresentar em quantidade muito inferior, por exemplo, de no mínimo cerca de 2 a cerca de 5% em peso do metal particulado, e propiciar ainda assim um revestimento com aparência brilhante. Normalmente o alumínio contribuirá pelo menos cerca de 10% em peso do metal particulado. Assim, freqüentemente, a relação em peso do alumínio para zinco em uma combinação como essa é de pelo menos cerca de 1:9. Por outro adicionado, por questões econômicas, o alumínio vantajosamente, não contribuirá mais do que cerca de 50% em peso do total de zinco e alumínio, de modo que, a relação em peso de alumínio para zinco atinja 1:. O teor de metal particulado da composição de revestimento não excederá mais que cerca de 35% em peso do peso total da composição para melhor manter a aparência do revestimento, porém contribuirá, normalmente, com pelo menos cerca de 10% em peso para conseguir, de modo coerente com uma aparência de revestimento brilhante desejável. Vantajosamente, onde o alumínio se fizer presente, e especialmente onde ele está presente sem outro metal particulado, o alumínio propiciará de cerca de 1,5 a cerca de 35% em peso do peso total da composição. Tipicamente, quando o zinco particulado está presente na composição, ele propiciará de cerca de 10 a cerca de 35% em peso do peso total da composição. O metal pode contribuir com uma quantidade secundária de líquido, por exemplo, dipropileno glicol ou álcool mineral. Líquidos que contribuem para os metais particulados são normalmente utilizados como pastas, e essas pastas podem ser usadas diretamente com os outros ingredientes da composição. Contudo, deve ficar entendido que, os metais particulados também podem ser empregados na forma seca na composição de revestimento.

[0051]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, o particulado metálico pode ser uma carga ou pigmento de proteção ao desgaste, tal como

pigmentos anticorrosivos contendo cromato (por exemplo, cromatos de zinco e cromatos de potássio e zinco), pigmentos contendo fosfato (por exemplo, fosfatos de zinco, trifosfatos de alumínio, fosfatos de cálcio magnésio, fosfatos de bário, fosfatos de zinco alumínio, molibdatos, wolframatos, zirconatos e vanadatos). Inibidores organometálicos como sais de zinco de ácido 5-nitroftálico ou pigmentos condutores como fosfeto de ferro.

[0052]Para fins de auxiliar a dispersão do metal particulado, pode-se adicionar um agente de dispersão, ou seja, tensoativo, prestando-se como um "agente de umectação" ou "umedecedor" na medida em que esses termos sejam empregados no presente. Agentes de umectação ou mistura de agentes de umectação incluem agentes não iônicos, como os adutos de polietóxi alquilfenol não iônicos, por exemplo. Ainda, agentes de umectação aniônicos podem ser empregados e estes são agentes de umectação aniônicos de controle de espuma. Esses agentes de umectação ou mistura de agentes de umectação podem incluir agentes aniônicos tais como ésteres de fosfato orgânicos, bem como os sulfosuccinatos de diéster conforme representados por sulfossuccinato de bistridecila de sódio. A quantidade desse agente de umectação está tipicamente presente numa quantidade desde cerca de 0,01 a cerca de 3% em peso da composição de revestimento total.

[0053]Considera-se que, a composição pode conter um modificador de pH, que seja capaz de ajustar o pH da composição final. Normalmente, a composição sem um modificador de pH estará a um pH na faixa de cerca de 6 a cerca de 7.5. Entende-se que, quando a composição de revestimento é produzida, particularmente em um ou mais estágios, onde a composição possua algum, porém menos que todos os ingredientes, o pH a um determinado estágio pode estar abaixo de 6. Contudo, quando a composição de revestimento completa é produzida, e especialmente após ter sido envelhecida cujo envelhecimento será aqui discutido posteriormente, então a composição conseguirá o pH necessário. Onde for usado um

modificador, o modificador do pH é em geral, selecionado dentre óxidos e hidróxidos de metais alcalinos, com lítio e sódio como os metais alcalinos preferidos, para melhor integridade do revestimento/ ou, ele é selecionado dos óxidos e hidróxidos normalmente, de metais pertencentes aos Grupos IIA e IIB na Tabela Periódica, cujos compostos sejam solúveis em solução aquosa, tais compreendendo de estrôncio, cálcio, bário, magnésio, zinco e cádmio. O modificador de pH também pode ser um outro composto, por exemplo, um carbonato ou nitrato dos metais precedentes.

[0054]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, a composição de revestimento pode conter, o que é aqui referido em geral como um "componente de ácido bórico" ou composto contendo boro". Para o "componente" ou para o "composto" à medida que esses termos sejam aqui empregados, é conveniente usar-se ácido ortobórico, comercialmente disponíveis como "ácido bórico", embora também seja possível usar vários produtos obtidos por aquecimento e desidratação do ácido ortobórico, tal como ácido metabórico, ácido tetrabórico e óxido de boro.

[0055]A composição de revestimento também pode conter um espessante. Considerou-se anteriormente, que, o espessante era um ingrediente importante, conforme escrito na Patente U.S. nº 5.868.819. Descobriu-se, contudo, que, composições de revestimento de utilidade podem ser produzidas, as quais não contêm um espessante, e as características da composição de revestimento desejável tais como estabilidade ao armazenamento podem ser, não obstante, conseguidas. Para a presente invenção, o espessante é assim, um substituinte opcional. O espessante, quando presente, pode contribuir numa quantidade entre cerca de 0,01 a cerca de 2,0% em peso do peso da composição total. Este espessante pode ser um éter de celulose hidrossolúvel, incluindo os espessantes "Cellosize"^(R). Espessantes adequados incluem, os éteres de hidroxietilcelulose, metilcelulose, metil-hidroxipropilcelulose, etil-hidroxietilcelulose, metiletilcelulose, ou mis-

turas dessas substâncias. Embora o éter de celulose precise ser hidrossolúvel para aumentar o espessamento da composição de revestimento, ele não precisa ser solúvel no líquido orgânico. Quando o espessante está presente, menos que cerca de 0,02% em peso do espessante será insuficiente para conferir espessura vantajosa para a composição, enquanto mais que cerca de 2% em peso do espessante na composição pode levar a elevadas viscosidades, o que proporciona composições difíceis de se trabalhar. De acordo com uma modalidade da presente invenção para espessar sem uma viscosidade prejudicial elevada, a composição total conterá de cerca de 0,1 a cerca de 1,2% em peso do espessante. Será entendido que, embora o uso de um espessante celulósico esteja abrangido, e assim, o espessante pode ser aqui referido como um espessante celulósico, algum ou todo o espessante pode ser um outro ingrediente espessante. Tais outros agentes espessantes incluem goma xantana, espessantes associativos, tais como espessantes associativos de uretano, e espessantes associativos não iônicos isentos de uretano, que são tipicamente opacos, líquidos de alto ponto de ebulição, por exemplo, ebulição acima de 100°C. Outros espessantes adequados incluem argilas modificadas, tais como argila hectorita altamente beneficiada e organicamente modificada e argila esmectita ativada. Quanto se usa o espessante, ele é normalmente o último ingrediente adicionado à formulação.

[0056]A composição de revestimento pode conter outros ingredientes adicionais, além daqueles já enumerados supra. Esses outros ingredientes podem incluir fosfatos. Deve ficar entendido que, os substituintes contendo fósforo, mesmo na forma ligeiramente solúvel ou de todo insolúvel, podem se fazer presentes, por exemplo, como um pigmento tal como ferrofos. Os ingredientes adicionais serão, freqüentemente substâncias que podem incluir sais inorgânicos, freqüentemente empregados na técnica de revestimento metálico para conferir alguma resistência ao desgaste ou intensificar na resistência ao desgaste. Materiais incluem nitrato de cálcio, fosfato de amônio dibásico, sulfonato de cálcio, carbonato de 1-

nitropropano e lítio (também útil como um modificador do pH), ou similar, e, caso usados estes são mais comumente empregados na composição de revestimento numa quantidade total combinada de cerca de 0,1 a cerca de 2% em peso. Mais que cerca de 2% em peso de tal ingrediente adicional pode ser utilizado onde está presente para uma combinação de usos, tais como carbonato de lítio usado como um inibidor do desgaste e também como um agente de ajuste do pH. Mais comumente, as composições de revestimento estão isentas destes ingredientes adicionais.

[0057] Numa outra modalidade da presente invenção a formulação pode incluir, quando necessário, um agente ativo na superfície para reduzir a espuma ou auxiliar na desaeração. O agente desespumante e de desaeração pode incluir material com base em óleo mineral, material com base em silicone, um poliéter siloxano ou quaisquer combinações destes. A concentração dos agentes ativos na superfície pode ser ajustada na faixa de cerca de 0,01% a cerca de 5% do material ativo. Os agentes ativos superficiais podem ser empregados com um material puro ou como uma dispersão em água ou quaisquer outros solventes apropriados para dispersá-los na composição transportada em água final.

[0058] A composição de revestimento pode conter também agentes de efeito superficial para modificar uma superfície da composição de revestimento tal como uma resistência à danificação maior, reduzido coeficiente de atrito, efeitos aplainados, melhor resistência ao desgaste. Exemplos incluem copolímeros de poliéter silicone tais como, por exemplo, Silwet^(R) L-7608 e outras variantes disponíveis de GE Silicones.

[0059] Reticuladores típicos também podem ser utilizados na composição de revestimento da presente invenção. Exemplarmente, o reticulador pode ser isocianato, agentes de cura epóxi, agentes amino, agentes aminoamido, adutos epóxi amino, carbodiimidas, anidridos melaminas, anidridos policarboxílicos, resinas de

ácido carboxílico, aziridinas, titanatos, titanatos organo-funcionais, silanos organo-funcionais, etc.

[0060]Os aditivos descritos acima podem ser adicionados em qualquer estágio de uso de um ESO produzido de acordo com a presente invenção.

[0061]A formulação de revestimento pode conter ainda inibidores da corrosão. Exemplos de inibidores incluem cromato, nitrito e nitrato, fosfato tungstato e molibdato, ou inibidores orgânicos incluem benzoato ou etanolamina.

[0062]De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, as formulações supra usando um ESO da presente invenção podem ser isentas de cromo. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, pode ser conveniente preparar uma formulação contendo cromo usando um ESO da presente invenção. Tais pigmentos anti-corrosivos contendo cromo são, por exemplo, cromatos de zinco como cromatos de potássio e zinco e tetraidroxicromatos de zinco. Outros pigmentos anti-corrosivos podem incluir molibdatos, wolframatos, zirconatos, vanadatos, fosfatos de zinco, fosfatos de cromo, trifosfatos de alumínio, fosfatos de bário, e fosfatos de zinco alumínio. Tais pigmentos anti-corrosivos também podem ser combinados com um inibidor da corrosão orgânico como sal de zinco, por exemplo, ácido 5-nitroftálico.

[0063]Alternativamente, é proporcionada uma composição transportada em água da presente invenção a qual compreende uma dispersão de um metal particulado numa solução aquosa incluindo pelo menos um oligômero de epóxi silano conforme descrito supra com um ou mais ingredientes opcionais selecionados do grupo consistindo de um tensoativo, agente de ajuste do pH, co-solvente, silano monomérico, aglutinante e quaisquer outros ingredientes, tipicamente empregados em revestimentos, ou seja, espessantes, reticuladores, etc.

[0064]O aglutinante pode ser um aglutinante inorgânico ou orgânico. O aglutinante inorgânico pode ser um silicato, silicato de etila, solução de nanopartículas de sílica ou resina de silicone.

[0065]O aglutinante orgânico pode ser resinas vinílicas, cloretos de polivinila, copolímeros de cloreto de vinila, copolímeros de acetato de vinila, copolímeros de acetatos de vinila, copolímeros acrílicos, copolímeros de estireno-butadieno, acrilato, copolímero de acrilato, poliacrilato, copolímeros estireno-acrilato, resinas fenólicas, resinas melamina, resinas epóxi, resinas de poliuretano, resinas alquídicas, resinas butiral polivinila, poliamidas, resins poliamidoamias, éteres polivinílicos, polibutadienos, resinas de poliéster, resinas organo-silicone, resina organopolissiloxano, e quaisquer combinações destes. Aglutinantes naturais tais como os derivados celulósicos como resinas de nitrocelulose, carboximetil celulose, ésteres de celulose de ácidos orgânicos éteres de celulose como hidroximetil ou etil celulose, borrachas naturais modificadas, gomas naturais ou formas de solução desses polímeros e copolímeros.

[0066]Os aglutinantes orgânicos também podem ser uma resina estabilizada não iônica, uma emulsão estabilizada aniônica ou uma emulsão catiônica estabilizada.

[0067]A composição de revestimento pode ser formulada numa série de procedimentos. Por exemplo, como uma alternativa de uso direto do ESO, de acordo com a presente invenção acima, o ESO pode usar como um agente aglutinante numa forma concentrada ou como uma pré-mistura mais diluída do ESO, tal como o ESO misturado com um diluente. O diluente pode ser selecionado de substituintes propiciando a composição de revestimento em meio líquido, tal como água, ou água mais componente ácido bórico, ou água mais líquido orgânico de baixa ebulição, incluindo acetona. Adicionalmente considera-se que, o agente de aglutinação ESO pode ser misturado, inicialmente junto com quaisquer outros ingredientes da composição necessários. Portanto, o ESO numa forma líquida, tal como num diluente, pode ser misturado com outros ingredientes da composição de revestimento que estão na forma sólida ou líquida. Contudo, ele estará presente

quase sempre em qualquer composição antes de um metal particulado ser adicionado para aquela composição.

[0068]Além disso, os ESOs, de acordo com a presente invenção, supracitados, podem ser incorporados em quaisquer formulações diferentes, com muitos empregos diferentes tais como os descritos na Patente U.S. n°. 6.270.884 e 6.656.607, ora incorporadas por referência em sua totalidade. Por exemplo, de acordo com uma modalidade exemplar da presente invenção, uma composição transportada em água é proporcionada a qual compreende pelo menos um oligômero de epóxi silano produzido de acordo com a presente invenção descrita acima com um ou mais ingredientes opcionais selecionados do grupo consistindo de um tensoativo, agente de ajuste do pH, co-solvente, silano monomérico, aglutinante, reticulador e dispersão de pigmento em pasta. O oligômero de epóxi silano, numa primeira modalidade, pode estar presente na faixa de cerca de 0,05 a cerca de 40% em peso da composição, numa segunda modalidade, na faixa de cerca de 0,1 a cerca de 20% em peso da composição, numa terceira modalidade, na faixa de cerca de 0,1 a cerca de 10% em peso da composição, numa quarta modalidade, na faixa de cerca de 0,5 a cerca de 10% em peso da composição.

[0069]Conceitos de embalagem, bem como considerações de formulação, de como se prepara a composição de revestimento, podem ser levados em consideração, quando os ingredientes da composição são colocados juntos. Assim, considera-se que menos que todos os ingredientes da composição de revestimento possam estar presentes em outras pré-misturas da composição. Estes podem incluir, por exemplo, um agente de umectação, ou um agente de umectação mais um componente ácido bórico. Tais pré-misturas podem ser completadas com líquido ou podem incluir ou não, o meio aquoso, e podem ou não incluir também, um líquido orgânico.

[0070]Considerando-se ainda a estabilidade ao armazenamento, a composição pode ser uma formulação de uma embalagem de todos os ingredientes da

composição de revestimento ou uma formulação em duas embalagens. Será entendido que, a composição de revestimento final bem como as embalagens pré-misturadas separadas podem ser preparadas na forma concentrada.

[0071]Onde for usado alumínio particulado na composição de revestimento, e especialmente onde, tanto zinco particulado e alumínio particulado forem empregados, uma variante das considerações de embalagem acima pode ser utilizada. De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, é desejável usar uma combinação de zinco e alumínio e iniciar com uma mistura, suscetível à embalagem de cerca de 0,1 a 15% em peso do agente de umectação, cerca de 0,1 a 5% do componente ácido bórico, cerca de 0,5 a 35% do agente aglutinante silano e um equilíbrio do meio aquoso para dar 100% em peso do peso da mistura total. Para esta mistura, pode-ser dispersar então, metal particulado normalmente como flocos, por exemplo, flocos de zinco. Pode-se adicionar ainda meio aquoso, pelo que, a dispersão contendo metal resultante pode conter cerca de 25 a cerca de 45% em peso do metal particulado e no máximo cerca de 40 até cerca de 60% em peso do meio aquoso, ambos com base no peso total da dispersão contendo metal resultante.

[0072]Tipicamente, é então preparada em separado, uma combinação do precursor de embalagem adicional para introduzir o alumínio particulado para a composição de revestimento final. Este alumínio particulado geralmente será flocos de alumínio, porém deve-se entender que, outros metais na forma de flocos, por exemplo, flocos de zinco pode estar presente com o alumínio.

[0073]Mesmo quando produzida como uma formulação de uma embalagem, a composição de revestimento final tem estabilidade ao armazenamento altamente desejável, isto confirma a estabilidade à aglutinação dos ESOs, de acordo com a presente invenção, para proteger o metal particulado de reação prejudicial com outros ingredientes da composição durante armazenagem prolongada. Tal estabilidade em prateleira prolongada era inesperada, devido a problemas de reação

reconhecidos do metal particulado em sistemas reduzíveis em água, por exemplo, evolução de gás hidrogênio, das composições aquosas contendo zinco particulado. Contudo, mesmo após armazenagem como uma única embalagem, as composições da presente invenção podem ser desembaladas, preparadas para aplicações de revestimento, por agitação enérgica, a seguir aplicado rapidamente. Revestimentos resultantes podem ter a desejada resistência à corrosão, e frequentemente as outras características de revestimento, dos revestimentos aplicados de composições recentemente preparadas.

[0074]Onde um banho da composição de revestimento foi preparado, descobriu-se ser desejável envelhecer esta mistura. O envelhecimento pode ajudar a dar melhor desempenho de revestimento. Normalmente, o envelhecimento da mistura será por pelo menos 1 hora, e com vantagem, por pelo menos cerca de 2 horas a cerca de 7 dias, ou mais. O envelhecimento por menos que 1 hora pode ser insuficiente para desenvolver características de banho desejáveis, enquanto o envelhecimento por mais de 7 dias pode ser dispendioso.

[0075]A composição de revestimento final, seja recentemente preparada ou após armazenagem, pode ser aplicada por várias técnicas, tais como técnicas de imersão, incluindo procedimentos de escorrimento em imersão e revolução em imersão. Onde as partes sejam compatíveis com o todo, o revestimento pode ser aplicado por revestimento de cortina, aplicação de revestimento com rolo ou pincel e inclusive combinações dos precedentes.

[0076]Também estão abrangidas técnicas de pulverização bem como combinações, por exemplo, técnicas de revolução, pulverização e pincel. Artigos revestidos, que estão a uma temperatura elevada, podem ser revestidos, frequentemente sem refrigeração prolongada, por um procedimento tal como revolução em imersão, drenagem em imersão ou revestimento por pulverização.

[0077]O substrato protegido pode ser qualquer substrato, por exemplo, um substrato cerâmico ou similar, porém ele é mais particularmente, um substrato

metálico tal como zinco ou ferro, por exemplo, aço, substrato, uma consideração importante sendo que qualquer desses substratos suportam as condições de cura térmica para o revestimento. Por um substrato de "zinco" significa um substrato de zinco ou liga de zinco, ou um metal tal como aço revestido com zinco ou liga de zinco, bem como um substrato contendo zinco em mistura intermetálica. Similarmemente, o ferro do substrato pode estar na liga ou forma de mistura intermetálica. Especialmente, onde esses são substratos metálicos, que são mais frequentemente, substratos ferrosos, podem ser pré-tratados, por exemplo, por tratamento com cromato ou fosfato, antes da aplicação da camada inferior. Assim, o substrato pode ser pré-tratado para ter, por exemplo, um revestimento de fosfato de ferro numa quantidade de cerca de $(50 \text{ a } 100 \text{ mg/ft}^2) = 537,5 \text{ mg/m}^2$ a cerca de $1075,0 \text{ mg/m}^2$ ou um revestimento de fosfato de zinco numa quantidade de cerca de $(200 \text{ a } 2.000 \text{ mg/ft}^2) = 2150,0 \text{ mg/m}^2$ a cerca de 21.500 mg/m^2 .

[0078]Para os substratos contendo a composição de revestimento aplicada, a cura subsequente da composição no substrato irá ser normalmente uma cura ao forno de ar quente, embora outros procedimentos de cura possam ser empregados, por exemplo, cozimento em infra-vermelho e cura por indução. A composição de revestimento será termo-curada a uma temperatura elevada, por exemplo, da ordem de cerca de $450^\circ\text{F} = 232^\circ\text{C}$, porém normalmente maior temperatura do forno ao ar. A cura propiciará, tipicamente uma temperatura de substrato, como uma temperatura de metal de pico, de pelo menos cerca de $450^\circ\text{F} = 232^\circ\text{C}$ temperatura de ar no forno podendo ser mais elevada, tal como da ordem de $650^\circ\text{F} = 343^\circ\text{C}$, porém por questões de economia, a temperatura do substrato não precisa exceder cerca de $450^\circ\text{F} = 232^\circ\text{C}$. A cura, tal como num forno de convecção a ar quente pode ser realizada por vários minutos. Embora os tempos de cura possam ser menores que 5 minutos, eles são mais tipicamente da ordem de cerca de 10 a cerca de 40 minutos. Deve ficar entendido que, tempos e temperatura de

cura podem ser efetuados, onde mais de um revestimento seja aplicado ou onde deverá ser usado um revestimento de topo termo-curado aplicado a seguir. Assim, tempos menores e temperaturas mais baixas de cura podem ser empregados onde se deve aplicar um ou mais revestimentos adicionais ou um revestimento de topo que prossiga através de uma elevada temperatura de cozimento a um tempo de cura maior. Ainda onde mais de um revestimento deve ser aplicado ou um revestimento de topo termo-curável seja aplicado, o primeiro revestimento, ou revestimento básico apenas precisa ser seco, conforme descrito acima. Então, a cura pode prosseguir após aplicação de um segundo revestimento, ou de um revestimento de topo termo-curado.

[0079]O peso resultante do revestimento no substrato metálico pode variar a um grau considerável, porém estará sempre presente numa quantidade que supre mais de $(500 \text{ mg/ft}^2) = 5375 \text{ mg/m}^2$ do revestimento. Uma proporção menor não levará a uma resistência à corrosão desejavelmente melhor. Vantajosamente, um revestimento maior do que cerca de $(1.000 \text{ mg/ft}^2) = 10.750 \text{ mg/m}^2$ do substrato revestido estará presente para melhor resistência à corrosão, enquanto mais tipicamente, entre cerca de $(2.000 \text{ a } 5.000 \text{ gm/ft}^2) = 21.500 \text{ mg/m}^2$ a 53.750 mg/m^2 de revestimento está presente. Neste revestimento, está presente geralmente, de cerca de $(400 \text{ mg/ft}^2$ a cerca de $4.500 \text{ mg/ft}^2) = 4.300 \text{ mg/m}^2$ a cerca de 48.375 mg/m^2 do metal particulado.

[0080]Antes do uso, o substrato revestido pode ser revestido no topo, por exemplo, com substância de sílica. O termo "substância de sílica" como é empregado aqui para revestimento de topo, pretende incluir tanto silicatos como sílicas coloidais. As sílicas coloidais incluem tanto as que são à base de solvente, como as pertencentes a sistemas aquosos, com as sílicas coloidais com base em água sendo mais preferidas por motivos econômicos. Como é típico, essas sílicas coloidais podem incluir ingredientes adicionais, por exemplo, espessantes, como por exemplo, até cerca de 5% em peso de um éter de celulose hidrossolúvel descrito

acima. Ainda, uma quantidade secundária, por exemplo, 20 a 40% em peso e, normalmente uma quantidade menor, das sílicas coloidais podem ser substituídas por alumina coloidal. Em geral, o uso de sílicas coloidais proporcionará revestimentos de topo mais pesados da substância sílica sobre os materiais de substrato de revestimento inferior. Considera-se o uso de sílicas coloidais contendo até 50% em peso de sólidos, mas sílicas muito mais concentradas serão diluídas, por exemplo, onde a aplicação por pulverização do revestimento de topo é usado.

[0081] Quanto à substância de sílica de revestimento de topo para silicato, este pode ser orgânico ou inorgânico. Os silicatos orgânicos úteis incluem, os silicatos de alquila, por exemplo, silicatos de etila, propila, butila e polietila, bem como silicatos de alcoxila tais como silicatos monoetílico de etileno glicol. Em geral, para efeito de economia, o silicato orgânico é silicato de etila. Vantajosamente, os silicatos inorgânicos são empregados para desempenho melhor de economia e resistência à corrosão. Estes são tipicamente empregados como soluções aquosas, porém dispersões a base de solvente também podem ser usadas. Quando aqui usado em referencia aos silicatos, o termo "solução" deve significar a inclusão de soluções e hidrossóis verdadeiros. Os silicatos inorgânicos preferidos são os silicatos aquosos que são silicatos hidrossolúveis incluindo de sódio, potássio, lítio e combinações sódio/lítio, bem como outras combinações relacionadas.

[0082] Outros ingredientes podem estar presentes na composição de revestimento de topo com substância de sílica por exemplo, agentes de umectação e colorantes, e a composição pode conter substituintes de cromo, caso desejado, mas pode ser isenta de cromo conforme indicado acima para propiciar um revestimento totalmente isento de cromo. Substâncias que podem estar presentes podem incluir ainda agentes espessantes e dispersão, bem como agentes de ajuste do pH, porém todos esses ingredientes tipicamente, não agregarão mais que cerca de 5% em peso, e normalmente menos da composição de revestimento de topo de modo a dar uma estabilidade da composição de revestimento melhor jun-

tamente com aumento da integridade do revestimento. O revestimento de topo da substância sílica pode ser aplicado por quaisquer técnicas supradescritas para emprego com a composição de revestimento, tão como técnicas de imersão, incluindo drenagem em imersão e procedimentos de revolução em imersão.

[0083]Para qualquer procedimento de revestimento. O revestimento de topo deve estar presente numa quantidade acima de $(50 \text{ mg/ft}^2) = 537,5 \text{ mg/m}^2$ do substrato revestido. Por motivos econômicos, pesos do revestimento de topo para revestimento de topo curado não excederão cerca de $(2.000 \text{ mg/ft}^2) = 21.500 \text{ mg/m}^2$ do substrato revestido. Esta faixa é para o revestimento de topo da substância de sílica curada. Preferivelmente, para melhor eficiência de revestimento e economia do revestimento de topo da substância sílica, o revestimento de topo é um silicato inorgânicos propiciando de cerca de $(200 \text{ a } 800 \text{ mg/ft}^2) = 2.150 \text{ mg/m}^2$ a cerca de 8.600 mg/m^2 do revestimento de topo de silicato curado.

[0084]Para a cura do revestimento de topo da substância sílica, é típico selecionar as condições de cura de acordo com a substância sílica particular usada. Para sílicas coloidais, a secagem ao ar pode ser suficiente, porém para eficiência prefere-se elevadas temperatura de cura para todas as substâncias de sílica. A cura a elevada temperatura pode ser precedida por secagem, tal como secagem ao ar. A despeito da secagem precedente, uma temperatura de cura menor, por exemplo, da ordem de cerca de 150°F a cerca de $300^\circ\text{F} = 65,5^\circ\text{C}$ a cerca de 149°C será útil para as sílicas coloidais e silicatos orgânicos. Para silicatos inorgânicos, a cura ocorre tipicamente, a uma temperatura da ordem de cerca de 300°F a cerca de $500^\circ\text{F} = 149^\circ\text{C} - 260^\circ\text{C}$. Em geral, temperatura de cura da ordem de cerca de 150°F a cerca de $800^\circ\text{F} = 65,5^\circ\text{C} - 426,6^\circ\text{C}$ ou mais como temperatura de metal d'épico, pode ser d'utilidade. A temperaturas mais elevadas, tempos de cura podem ser tão rápidos como cerca de 10 minutos, embora tempos de cura mais longos, de até cerca de 20 minutos são mais comuns. Ainda, artigos podem ser revestidos no topo com o revestimento de topo da substância

sílica enquanto os artigos estão a elevadas temperaturas como da cura da composição de revestimento reduzível em água. Isto poderia ser feito como por revestimento por pulverização ou drenagem por imersa, ou seja, uma imersão do artigo a elevada temperatura para a composição de revestimento de topo, o que pode propiciar um arrefecimento do artigo. Com a remoção da composição de revestimento de topo, o artigo pode ser drenado. Alguma ou toda a cura do revestimento de topo pode ser feita pela operação.

[0085]Antes do uso, o substrato revestido com o revestimento da composição de revestimento reduzível por água pode ainda ser revestido na camada superior com qualquer outro revestimento de topo adequado, ou seja, uma tinta ou primeira demão, inclusive primeira demão de revestimento elétrico, e primeira demão com soldas, tal como a primeira demão rica em zinco que pode ser aplicada tipicamente antes da solda com resistência elétrica. Por exemplo, já foi demonstrado na Patente U.S. 3.671.331 que um revestimento de topo de primeira demão contendo um particulado, pigmento eletricamente condutor, tal como zinco é altamente vantajoso para um substrato metálico que é primeira mente revestido com uma outra composição de revestimento. Outras tintas de revestimento de topo podem conter pigmento num aglutinante ou podem ser despigmentadas, por exemplo, geralmente lacas de celulose, vernizes de resina e vernizes óleo-resinosos, como por exemplo, verniz de óleo de tungue. As tintas podem ser reduzidas com solvente ou podem ser reduzidas com água por exemplo, látex ou resinas hidrossolúveis, incluindo alquídicas solúveis ou modificadas ou as tintas podem ter solventes reativos tais como nos poliésteres ou poliuretanos. Tintas adequadas adicionais que podem ser usadas incluem tintas oleosas, incluindo tintas de resina fenólica, alquídicas reduzidos com solvente, epóxidos, acrílicos, vinila, incluindo polivinil butiral e revestimentos do tipo óleo-cera tal como tintas de cera de óleo de linhaça-parafina.

[0086]De interesse especial, o substrato revestido com o revestimento da composição de revestimento reduzível com água pode formar um substrato particularmente adequado para deposição da tinta por eletro-revestimento. A eletrodeposição dos materiais formadores de filme é do conhecimento da técnica e pode incluir eletro-revestimento de um material formador de filme, num banho, ou um banho que pode conter um ou mais pigmentos, partículas metálicas óleos secantes, corantes, extensores e similar, e o banho pode ser uma dispersão ou solução extensível e similar. Alguns dos materiais resinosos conhecidos úteis como materiais formadores de filme incluem as resinas de poliéster, resinas alquídicas, resinas de acrilato, resinas de hidrocarboneto e resinas epóxi e esses materiais podem ser reagidos com outros monômeros orgânicos e/ou polímeros incluindo hidrocarbonetos tais como etileno glicol, álcoois monoídricos, éteres e cetonas.

[0087]Para tal, também foi dito, por exemplo, na Patente U.S. nº 4.555.445, que, composições de revestimento de topo adequadas podem ser dispersões ou emulsões pigmentadas. Estas podem incluir dispersões copoliméricas em meio líquido, bem como emulsões aquosas e dispersões de ceras adequadas. Os artigos podem ser revestidos no topo nessas composições, cujos artigos estão a elevada temperatura tal como após a cura do revestimento reduzível em água aplicado, por procedimentos incluindo uma drenagem por imersão, ou uma operação de revestimento por pulverização. Mediante essa operação de revestimento com resfriamento brusco, toda a cura do revestimento de topo pode ser adquirida sem mais aquecimento. O revestimento com arrefecimento com soluções poliméricas, emulsões e dispersões e com banhos aquecidos, também foi descrito na Patente U.S. 5.283.280.

[0088]Antes do revestimento, é bom remover, na maioria dos casos, material estranho da superfície do substrato, por limpeza e cuidadosa retirada da gordura. A retirada de gordura pode ser realizada com agentes conhecidos, por exemplo, com agentes contendo metassilicato de sódio, soda cáustica, tetracloreto de car-

bono, tricloroetileno e similar. Composições de limpeza alcalinas comerciais que combinam lavagem e tratamentos abrasivos suaves podem ser empregadas para limpeza, por exemplo, uma solução aquosa de limpeza de hidróxido de sódio-fosfato trissódico. Além da limpeza, o substrato pode passar por limpeza mais corrosão por ácido, ou limpeza mais jato de ar.

[0089]Além disso, os aglutinantes orgânicos e inorgânicos podem ser curados com reticuladores externos, tais como isocianatos, agentes de cura epóxi, agentes amino ou aminoamido, adutos epóxi amino, carbodiimidas, anidridos melaminas, anidridos policarboxílicos e resinas de ácido carboxílico, aziridinas, titanatos, titanatos organo-funcionais, silanos organo-funcionais, tais como epóxi silanos, amino-silanos isocianato-silanos, metacril silanos, vinil-silanos.

[0090]Os exemplos a seguir são ilustrativos da presente invenção e os resultados obtidos pelos procedimentos de teste. Deve ficar entendido que, os exemplos não pretendem tampouco devem ser construídos como limitantes do escopo da invenção. Uma pessoa versada na técnica de aplicação apreciará, a partir desses exemplos que, esta invenção pode ser corporificada em muitas formas diferentes daquela que foi especificamente apresentada.

EXEMPLO 1: PROCEDIMENTOS DE SÍNTESE PARA PREPARAÇÃO DO OLIGÔMERO DE EPÓXI SILANO – EXEMPLOS 1-9

[0091]Exemplo ESO 1 foi preparado usando o procedimento esboçado na Patente U.S. n° 6.391.999.

[0092]Exemplos ESO 2 a 9 foram preparados usando os seguintes procedimentos, um reator foi pré-carregado com um epóxi silano e solvente. A seguir uma resina de troca catiônica foi introduzida e a carga total pré-aquecida ao refluxo. A seguir introduziu-se água lentamente, gota a gota usando um funil de separação na temperatura de refluxo. Os tempos de introdução variaram de 1 a 2 horas. Diferentes tempos de reação a pressão atmosférica foram aplicados por exemplo, de 25 minutos a 2,5 horas. Foi realizada a destilação imediatamente

após o tempo de reação a fim de remover o solvente usando vácuo da pressão atmosférica até -0,2 bars = $-0,2 \times 10^5$ Pa manométrico.

[0093]Mais particularmente, um reator de 2 litros com uma cápsula de aquecimento foi equipado com agitação mecânica um funil de adição e um condensador de água para refluxo do solvente.

[0094]O reator foi a seguir carregado com um silano do tipo e quantidade relacionada na Tabela 1, um solvente do tipo e quantidade relacionado na Tabela 1 e uma resina de catalisador do tipo e quantidade relacionada na tabela 1.

[0095]A mistura foi aquecida ao refluxo, a uma temperatura variando de cerca de 70 a cerca de 73°C. O funil de introdução de separação foi carregado com água destilada da quantidade relacionada na Tabela 1. A seguir introduziu-se água gota a gota enquanto se agitava com o agitador mecânico por tempos diferentes (Ver a Tabela 1).

[0096]Após o término da introdução, a reação foi deixada para diferentes tempos de pós-reação (Ver a Tabela 1). A seguir o condensador foi ajustado como um condensador de destilação e equipado com um coletor de frasco redondo. Solventes foram extraídos, ou a pressão atmosférica ou sob vácuo por tempos apropriados de modo que todos os solventes fossem evaporados a temperatura do reator e vácuo final de -0,2 bars = $-0,2 \times 10^5$ Pa manométricos. O reator foi deixado resfriar para temperatura ambiente antes do produto ser extraído e filtrado por filtro de papel seguido por um filtro de vidro sinterizado número 3. As descrições e quantidades de cada exemplo relacionam-se na Tabela 1.

Tabela 1

Número do Exemplo ESO	Exemplo ESO 1	Exemplo ESO 2	Exemplo ESO 3	Exemplo ESO 4	Exemplo ESO 5
Silano	Tipo	Gama glicidoxipropil-trimetoxi silano (Silquest ^(R) A-187 disponível de GE Silicones)	Gama glicidoxipropil-trimetoxi silano (Silquest ^(R) A-187 disponível de GE Silicones)	Gama glicidoxipropil-trimetoxi silano (Silquest ^(R) A-187 disponível de GE Silicones)	Gama glicidoxipropil-trimetoxi silano (Silquest ^(R) A-187 disponível de GE Silicones)
	Pesos (gramas)	246,4	739,2	1418,4	1478,4
	Moles	1,04	3,13	6,00	6,25
Solvente	Tipo	Álcool isopropílico	Acetona	Acetona	Acetona
	Pesos (gramas)	50	125	250	250
	Pesos (gramas)	8	24	48	48
Resina de troca iônica (Amberlite ^(R) IRA 402 CL disponível de Rohm and Haas)					
Água destilada	Pesos (gramas)	27	27	54	108
					54

	Moles	1,5	1,5	3	6	3
Operações	Tempo de introdução (minutos)	0	60	60	130	105
	Tempo de pós-reação (minutos)	30	150	60	25	45
	Tempo de destilação (minutos)	30	120	210	65	20
	Tempo de reação total (minutos)	330	330	330	220	170
	Relação molar	1,44	0,48	0,96	1,00	0,48
Caracterização	Monômero residual (porcento em peso)	15,9	23,5	12,5	16	22
	Teor de epóxi (% em peso no produto puro)	21,9	20,9	21,6	21,5	21,6
	Teor de epóxi (% em peso na parte	26,0	27,3	24,7	25,6	27,6

	do oligômero)					
	Viscosidade (mPa.S LV2-30)	689	86	49	23	23
Produto recuperado	Peso (grama)	131,3	630	614	1188	1267
Perda de peso	Grama	n.a	109,2	125,2	230,4	211,4

Tabela 1(continuação)

Número do Exemplo ESO	Exemplo ESO 6	Exemplo ESO 7	Exemplo ESO 8	Exemplo ESO 9
Silano	Gama glicidoxipropil-trimetoxi silano (Silquest ^(R) A-187 disponível de GE Silicones)	Gama-glicidoxipropil trietóxi-silano (Silquest ^(R) A-15589 disponível de GE Silicones)	Gama-glicidoxipropil-trimetóxi-silano (Silquest ^(R) A-187 disponível de GE Silicones)	Gama glicidoxipropil trietóxi-silano (silquest ^(R) A-1871 disponível de GE Silicones + Alquileneoxi-dimetetóxi-silano (Silquest ^(R) A-1230 disponível de GE Silicones)
Pesos (gramas)	1478,4	870,8	1478,4	A-1871; 472,8 + A-1230; 50,0
Moles	6,25	3,13	6,25	A-1871; 2,0 + A-1230; 0,1
Solvente	Acetona	Acetona	Etanol	Nenhum
Peso (grama)	250	125	360	

Resina de troca iônica (Amberlite [®]) IRA 402 CL disponível de Rohm and Haas)	48	24	48	16
Água destilada	Peso (grama)	27	54	19
	Moles	1,5	3	1,1
Operações	Tempo de introdução (minutos)	60	105	105
	Tempo de pós-reação (minutos)	60	125	15
	Tempo de destilação (minutos)	60	15	45
	Tempo de reação total (minutos)	180	245	265
Água/silano	Relação molar	0,48	0,48	0,5
Caracterização	Monômero residual (% em peso)	98	7,46	n.t.

	Teor de epóxi (% em peso no produto puro)	21,5	15,8	20,9	15,3
	Teor de epóxi (% em peso na parte oligomérica)	25,3	n.a.	22,9	n.a.
	Viscosidade (mPa.s LV2-30)	23	7 cSt	73	7 cSt
Produto recuperado	Peso (gramas)	1246	857	1255	483
Perda de peso	Gramas	232,4	13,8	223,4	39,8

[0097]O Exemplo ESO 1 mostra que, um produto usando isopropanol como um co-solvente tendo um alto teor de água para silano possui uma alta viscosidade. De fato, o produto do Exemplo ESO 1 possui o comportamento de óleo de silicone, resultando em dificuldades com a filtração da resina de troca iônica, falta de dispersibilidade em água ou solubilidade e/ou fraca compatibilidade com os polímeros orgânicos.

[0098]Exemplos ESO 2 até 9 tinham viscosidades variando de 86 a 23 mPa.s, o que era muito menor do que a viscosidade do ESO do exemplo 21, que tinha uma viscosidade de 680 mPa.s.

[0099]Exemplo ESO 7 é o único produto para o qual não houve reação aparente e o monômero puro foi recuperado (teor de monômero 95% para o material recuperado e teor de epóxi quase idêntico). Isto se pode explicar pela velocidade de hidrólise mais baixa dos grupos etóxi do gama-glicoxipropil trietóxi silano se comparado aos grupos metóxi de gama-glicidoxipropil-trimetoxi silano do ESO Exemplos 2 a 6 e 8.

[00100]O teor de epóxi medido em todos os produtos exceto para o ESO do Exemplo 7, indica que, os anéis epóxi ainda estão fechados e que ocorre uma oligomerização significativa para a maior parte dos produtos. Os equilíbrios de massa também indicam que, o metanol foi liberado durante as reações, exceto para o ESO do Ex 7. O teor de monômero do monômero de epóxi silano livre deixado nos oligômeros indica uma reação incompleta.

[00101]Maiores relações de água para silano deram maiores velocidades de condensação e menor monômero residual como se vê nos ESO dos Exemplos 2, 3, e 5. A otimização da relação água para silano, bem como condições de cura, mesmo não terminada, ajudam a reduzir o teor de monômero deixado no oligômero. Um baixo teor de monômero ajuda na maximização da velocidade de conversão e assim, atende a definição de Toronto de um polímero e aumenta o desempenho global do ESO. De acordo com a definição de Toronto: Um 'polímero'

significa uma substância consistindo de moléculas caracterizadas pela seqüência de um ou mais tipos de unidades monoméricas compreendendo uma maioria de moléculas de peso simples contendo pelo menos três unidades monoméricas que são covalentemente ligadas a pelo menos outra unidade monomérica ou outro reagente consistindo de menos que uma maioria em peso simples de moléculas do mesmo peso molecular. Tais moléculas devem ser distribuídas numa faixa de pesos moleculares onde as diferenças no peso molecular são principalmente atribuíveis à diferenças no número das unidades monoméricas. No contexto desta definição, uma "unidade monomérica" significa a forma reagida de um monômero num polímero.

[00102]Tempos de introdução mais curtos combinados com tempos de pós reação mais longos aumentam as velocidades de conversão dos ESO dos Exemplos 3 e 4 a 12,5 e 16% de monômero livre, respectivamente, e ESO dos Exemplos 5 e 6 a 22 e 15% de teor de monômero livre, respectivamente.

[00103]O uso de um solvente de etanol leva a uma maior velocidade de conversão (por exemplo, ESO do Exemplo 8, que tem um teor de monômero livre abaixo de 7,5%). Contudo, os solventes de etanol também conduzem a produtos com maior viscosidade, indicando novamente, que, a escolha do solvente alcoólico é crítica para manter produtos com baixa viscosidade. Além disso, a análise do ESO do exemplo 8 mostra que, uma determinada extensão de transesterificação ocorre como ilustrado pela análise de GC, demonstrada na Tabela 2 abaixo.

Tabela 2

Monômero	Teor
3-glicidoxipropil(etoxidietóxi)silano	3,32%
3-glicidoxipropiltri toxissilano (equiv. a Silquest ^(R) A-1871 disponível de GE Silicones)	0,21%
3-glicidoxipropiltrimetoxissilano (equiv. a Silquest ^(R) A-187, disponível de GE Silicones)	2,53%

Monômeros totais	7,46%
------------------	-------

[00104]O peso percentual resultante do ESO Exemplo 8 com a correção para os monômeros individuais rende um valor 22,9% significativamente mais baixo do que o ESO dos exemplos 2 a 6 com base em gama-glicidoxipropil trimetóxi silano em acetona. Isto b indica que, a transesterificação ocorre neste exemplo.

[00105]ESO do EXEMPLO 9 é um exemplo representativo de um co-oligomero de epóxi silano entre gama-glicoxi propil trimetóxi silano (por exemplo, Silquest^(R) A-187 disponível de GE Silicones) e alquileneóxido trimetóxi silano (por exemplo, Silquest^(R) A-1230 disponível de GE Silicones). O percentual em peso de epóxi dado para este material indica que, uma parte do teor de epóxi foi substituído por uma cadeia de óxido de etileno, reduzindo assim, o % em peso de epóxi. A perda de peso observada durante a reação indica que, o metanol foi liberado durante o processo. A síntese foi realizada sem qualquer solvente e a análise do destilado recuperado durante o estágio de destilação foi analisada como metanol puro.

EXEMPLO 2: PARÂMETROS PARA SOLUBILIZAÇÃO EM ÁGUA DE UM OLIGÔMERO DE EPÓXI SILANO

[00106]Os Exemplos a seguir demonstram os resultados muito satisfatórios e superiores obtidos, quando os ESOs, de acordo com a presente invenção, são transformados em hidrossolúveis variando-se os parâmetros para solubilização em água, de modo a usar tais oligômeros em formulações transportadas em água. Os parâmetros incluíram pH e a influencia dos solventes e coalescentes, bem como influencia de tensoativos.

Procedimento do Teste;

[00107]Num béquer metálico equipado com agitador magnético o ESO diferente preparado de acordo com tal procedimento, foi misturado com solvente apropriado ou tensoativo ou mistura de ambos (de acordo com as Tabelas 3 a 6), em ordem de conseguir uma fase homogênea. A seguir as quantidades apropri-

adas de água ou solução de ácido bórico (de acordo com as Tabelas 3 a 6) são adicionadas sob agitação. A mistura é agitada com agitador magnético até ser obtida uma solução completamente límpida. O tempo para o término dessa solução límpida e pH final das soluções foi registrado.

[00108]Com relação ao ESO do Exemplo 1, ou a referência ESO, observou-se que, com exceção a concentrações coalescentes muito altas de Dowanol^(R) DPM, o ESO do Exemplo 1 não é solúvel em água. O nível de éter dimetílico de dipropileno glicol Dowanol^(R) DPM ou similar necessário para transformar o ESO do Exemplo 1 hidrossolúvel poderia ser traduzido num teor de VOC muito alto, muito acima das faixas aceitáveis para revestimentos transportados em água (acima de 45% VOC). Sendo assim, o ESO do Exemplo 1 seria difícil demais de solubilizar e seria mais difícil de usar numa formulação transportada em água (Ver a Tabela 3 abaixo para resultados do teste.

Tabela 3

Referência do Teste	Teste 1	Teste 2	Teste 3	Teste 4	Teste 5	Teste 6
Oligômero de epóxi silano do Exemplo 1 (porcento em peso)	10	10	10	10	10	10
Ácido bórico (porcento em peso)				3,9	1,3	2,6
Éter dimetílico de dipropileno glicol (Dowanol ^(R) DPM disponível da Dow Chemical Company) (porcento em	45	30	60			

peso)						
H ₂ O (porcento em peso)	45	60	30	86,1	58,7	57,4
Aparência	Límpido	2 fases	Límpido	2 fases	2 fases	2 fases
pH	3,69	n.a.	4,09	n.a.	n.a.	n.a.
Tempo	36 horas	Não é solúvel após 1 semana	Imediata	Não é solúvel após 1 semana	Não é solúvel após 1 semana	Não é solúvel após 1 semana

[00109]Com relação ao ESO do Exemplo 2, os dados da solubilidade em água do ESO do Ex 2 mostrou que, a rápida solubilização pode ser adquirida com menor teor de solvente e condições ácidas. Particularmente, o Teste 20 é observado como um bom acordo nos teores de ácido bórico e Dowanol^(R) DPM.

[00110]Esta velocidade de solubilização mais rápida foi esperada como parte do projeto original do oligômero que utiliza uma relação água para silano de 0,48, deixando alguns grupos alcóxi disponíveis para mais hidrólise e também devido ao menor peso molecular ilustrado pela menor viscosidade do ESO.

Tabela 4

Referência de Teste	Teste 7	Teste 8	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste	Teste
Oligômero de epóxi silano do Exemplo 2 (por cento em peso)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Ácido bórico							3,9	1,9	1,3	2,6	3,2	1,3	1,1	1,0	2,6	1,3	
Éter dimetilico de dipropileno glicol (Dowanol® DPM disponível de Dow Chemical Com- pany) (por cento em peso)		45	30	10	5	60						30	12,5	5	30	60	
H ₂ O (por cento em peso)	90	45	60	80	85	30	86,1	88,1	88,7	87,4	86,8	58,7	76,4	84	57,4	28,7	
Aparência	2 fases	límpido	límpido	límpido	2 fases	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido	límpido
pH	6,85	3,98	3,67	3,7	4,05	4,33	4,13	4,84	5,32	4,86	4,33	3,57	3,61	3,74	3,52	4,16	
Tempo	Tempo	Tempo	1 h	18 h	Tempo	Tempo	18 h	96 h	96 h	18 h	18 h	30	18 h	18 h	10	tempo	0
	0	0			0	0						min.			min.		

[00111]Com relação ao ESO do Exemplo 3, a solubilidade em água do ESO do Exemplo 3 foi preparada com uma relação água pra silano de 0,96, que tinha uma relação maior de água para silano se comparado com o ESO do Exemplo 2 com uma relação de água:silano de 0,48 no teste acima. Os resultados, relacionados na Tabela 5 abaixo, mostram que o ESO do Exemplo 3 é mais difícil de solubilizar do que o ESO do Exemplo 2. Contudo, com tempos de dispersão apropriados, a solubilização poderia ser conseguida ainda, após 18 horas. Além disso, a maior relação água para silano conduz a velocidades de condensação maiores que tornam o ESO mais hidrofóbico e menos sujeito à hidrólise e solubilização.

Tabela 5

Referência do Teste	Teste 23	Teste 24	Teste 25	Teste 26	Teste 27	Teste 28	Teste 29	Teste 30	Teste 31
A-187	9,1					1,3			
ESO do Exemplo 3		9,1	9,1	8,3	7,7	7,8	8,3	9,1	8,7
Água	90,9	90,9	88,7	81,4	75,1	88,7	81,4	87	84,9
Ácido bórico			2,2	2	1,8	2,2	2	3,9	2,1
Etanol				8,3	15,4				
Dowanol® DPM							8,3		
Dipropileno glicol									4,3
Aparência	Limpi-do	2 fases	2 fases	2 fases	Emul-são-branca	2 fases	limpi-do	2 fases	2 fases
Tempo	após 1 hora	não é solúvel	não é solúvel	não é solúvel	não é solúvel	não é solú-	após 18	não é solúvel	não é solú-

		após 1 sema- na	após 1 sema- na	após 1 sema- na	após 1 sema- na	vel após 1 se- mana	hora	após 1 sema- na	vel após 1 se- mana
--	--	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	---------------------------------	------	-----------------------	---------------------------------

EXEMPLO 3: INFLUÊNCIA DA CAPACIDADE DE UMECTAÇÃO DAS REFERIDAS ESTRUTURAS ESO

[00112]Os exemplos a seguir demonstram os efeitos dos tensoativos nos ESOs, de acordo com a presente invenção. Foram introduzidos tensoativos específicos usados na dispersão dos pós metálicos para melhorar a capacidade de umectação dos ESOs. Mais particularmente, tensoativos APEO (alquilfenoletoxilato) com um HLB de 13,3 e 8,9 foram usados neste teste (por exemplo, Bero^(R) 09 e 26 e Bero^(R) 48 disponíveis de AKZO Noble Surface Chemistry, respectivamente). Além disso, um tensoativo isento de APEO também foi comparado com Bero^(R) 09.

[00113]O teste a seguir foi usado para preparar os exemplos abaixo. Primeiramente, preparou-se uma pré-mistura de tensoativo, Dowanol^(R)) dPM e o ESO do Exemplo 2. A seguir a pré-mistura foi adicionada para uma solução contendo água e ácido bórico. A mistura foi então agitada com um agitador magnético até ser obtida uma completa solução. Os resultados apresentam-se na Tabela 6 abaixo.

Tabela 6

Referência do Teste	Teste 1 de hidrolisação	Teste 2 de hidrolisação	Teste 3 de hidrolisação	Teste 4 de hidrolisação
Referência ESO	Exemplo ESO 2	Exemplo ESO 2	Exemplo ESO 2	Exemplo ESO 3
Água, % em peso	70,2	69,5	71,3	71,3

Quantidade ESO, %	15,4	13,7	14,1	14,1
Dowanol [®] DPM (disponível de Dow Chemical), % em peso	12,2	9,9	10,2	10,2
ácido bórico (% em peso)	2,2	0,9	1,2	1,2
Berol [®] 09 (disponível de AKZO Nobel Surface Chemistry), em %	/	3	/	/
Berol [®] 26 (disponível da AKZO Nobel Surface Chemistry), % em peso	/	3	3,2	3,2
Tempo de solubilidade	18 horas	4 horas	2 horas	18 horas
Aparência	Límpido	Límpido	Límpido	Límpido

[00114]Os resultados mostram que, a adição de um tensoativo apropriado pode reduzir o tempo de dissolução ou reduzir a necessidade de um co-solvente e/ou ácido. Um tensoativo APEO com um HLB de 13,3 (por exemplo, Berol[®] 09) reduz o tempo de dissolução melhor do que a combinação de tensoativos APEO com um HLB de 13,3 e 9,0.

EXEMPLOS 4-17

[00115]Os exemplos a seguir são relacionados a formulações de revestimento incluindo o uso de ESOs, de acordo com a presente invenção, comparados com formulações de revestimento incluindo um monômero de epóxi silano. Nesses exemplos a maior parte da reação foi realizada usando os Exemplos ESO 2, 3, 5 e 6. Os diferentes procedimentos usados para produzir os revestimentos nos Exemplos 4-17 estão descritos nas Figuras 1-5.

[00116]Preparação de tinta, aplicações e teste dos Exemplos 4-17:

[00117]Todas as formulações foram misturadas e dispersadas usando um dispersor de lâmina Cowles com uma velocidade de lâmina de 10m/minutos. A

dispersão do pó metálico requer um alto toque e foi feita em lotes de 250 ml de modo a otimizar a qualidade da dispersão.

[00118]A estabilidade das formulações foi classificada a partir da resistência à evolução do hidrogênio das formulações após tempos apropriados de armazenamento. Todos os produtos foram armazenados em recipientes de PE rigorosamente vedados. A geração de espuma no topo das formulações, o que, na maioria dos casos conduz a uma "lenta expansão" dos recipientes, foi vista como um sinal evidentes de geração de hidrogênio. A viscosidade foi ajustada para número 4 da cuba de 20-30 DIN com ou água em nível alto, ou HEC (solução de Natrosol^(R) disponível de Hercules) sendo muito baixo.

Preparação dos painéis de teste:

[00119]Dois tipos de painéis de teste metálicos foram usados. Painéis de Aço Laminado a Frio (CRS) e painéis eletrogalvanizados (EG). Os painéis CRS foram preparados limpando as superfícies do painel com acetona e a seguir etanol. A seguir as superfícies foram escovadas com um limpador abrasivo/detergente. A seguir os painéis foram enxaguados com água corrente e secos com secadora de ar antes de aplicação da tinta. Os painéis POR EXEMPLO foram preparados lavando-se as superfícies com acetona e a seguir etanol. A seguir os painéis foram imersos numa solução a 1% de HNO₃ por 2 minutos. Os painéis foram então enxaguados com água corrente e secos com secadora de ar antes da aplicação da tinta. Todos os painéis do teste foram usados imediatamente após limpeza.

Aplicação da tinta e condições de cozimento:

[00120]A aplicação da tinta foi realizada usando uma pistola de pulverização numa tenda. A viscosidade da tinta foi ajustada para cerca de número 4 da cuba de 20 DIN por diluição apropriada com água. Depositou-se uma camada de aplicação num painel de teste com deposição alvo de 20-25g/m² de tinta seca. A cura das tintas foi realizada por secagem ao ar a 70°C durante 20 minutos num forno seguido por cozimento num forno a 300°C durante 30 minutos.

Procedimentos do teste:

[00121]O Teste de Aderência foi feito diretamente nos painéis curados de acordo com ISO 2409-1972. O teste de Pulverização de Carga Adesão/Metálico é a avaliação da adesão dos pós metálicos à cola na superfície dos revestimentos uma vez aplicados e totalmente curados. Este teste reflete a adesão do filme e a ligação das partículas à camada de filme. O teste de adesão-pulverização é feito por avaliação visual da quantidade de pó metálico removido por uma fita adesiva aplicada na superfície do revestimento de acordo com ISO 2409-1972. Após o teste de adesão, fez-se uma avaliação visual da quantidade de pó metálico removido pela fita adesiva aplicada sobre a superfície do revestimento.

Alta resistência à pulverização é determinada: Excelente

Resistência média à pulverização é determinada: Média

Baixa resistência à pulverização é determinada: Fraca

[00122]O teste de Pulverização de Sal Neutro, ou teste de pulverização com sal é um teste de desgaste acelerado. A finalidade deste teste de desgaste acelerado é duplicar, no laboratório, o desempenho ao desgaste de um produto em campo aberto. O teste de pulverização com sal foi usado amplamente nesta aplicação para esta finalidade. O teste ao desgaste acelerado foi feito de acordo com ISO 7253-1984 com condições gerais dos testes aqui mencionados após o que segue:

- Solução de NaCl a 50 ± 5 g/l
- pH da solução entre 6,5 a 7,5
- Temperatura do gabinete: $35^{\circ}\text{C} \pm -2^{\circ}\text{C}$
- Velocidade de pulverização durante um período de 24 horas; 1 a 2 mL/hora para uma superfície de 80m^2 .
- placas orientadas para o topo a $20^{\circ} \pm 5^{\circ}$
- Ferrugem vermelha é observada por inspeção visual.

[00123]O desempenho ao desgaste foi classificado de acordo com o número de horas em que a solução salina supracitada foi pulverizada sobre a superfície do painel até que 5% da superfície fique coberta com ferrugem vermelha. O desempenho de cada um dos diferentes revestimentos foi então apresentado como as horas relativas para 5% de cobertura de ferrugem vermelha em relação à quantidade do revestimento depositado no painel de teste, de acordo com a seguinte equação:

$$\text{NSS} = 5\% \text{ de Ferrugem Vermelha (horas/g)} = \text{Ferrugem Vermelha a } 5\% \text{ (horas)} / \text{Depósito nos revestimentos (g)}$$

[00124]A resistência ao desgaste dos painéis protegidos é o mais das vezes, citado como horas de proteção contra o desgaste por micron de depósito.

[00125]O teste de Impregnação de Sal Quente (HSS) também é um teste ao desgaste acelerado que foi usado com finalidade de comparação. Este teste inclui a imersão de um revestimento aplicado sobre o painel de teste galvanizado numa solução de NaCl a 3% durante 5 dias a 55°C, que pode ser equacionado a um programa de teste de Pulverização de Sal Neutro de 1000 horas, quando aplicado em algum aço revestido protegido ou CRS.

[00126]No teste HSS, os painéis de teste são primeiro raspados com dois riscos (profundamente no metal de base) cerca de 10 cm de comprimento. Após imersão num banho de Impregnação Quente durante um período de tempo pre-determinado, os painéis foram lavados com água corrente e observados quanto a aparição de ferrugem vermelha, bem como o deslizamento médio dos riscos. Além disso, a solução de NaCl foi renovada a cada 2 dias nos testes. O desempenho foi classificado num modo similar ao descrito para o teste de Pulverização com Sal Neutro supra. Por exemplo, o tempo (horas) para 5% e o coeficiente de horas para a cobertura a 5% de ferrugem vermelha aparecer por peso do depósito sobre o revestimento, de acordo com a seguinte equação:

HSS – Ferrugem Vermelha a 5% (horas/g) = Ferrugem vermelha a 5% (horas) / depósito sobre os revestimentos (g)

EXEMPLO 4: USO DE UM OLIGÔMERO DE EPÓXI SILANO DE GAMA-GLICIDOXIPROPIL TRIMETÓXI SILANO E O PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 1

[00127]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lamina de Cowles, foram colocados os componentes a seguir no béquer: 18,92% em peso de água desmineralizada, 0,58% em peso de ácido bórico e 9,0% em peso de Silquest^(R) A-187 (disponível de GE Silicones). A solução foi misturada por 3 horas.

[00128]A seguir os seguintes ingredientes foram adicionados enquanto se agitava: 33,0% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietil-celulose (Natrosol^(R) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 4,8% em peso de Dowanol^(R) DPM 2,0% em peso de Silquest^(R) A-187 adicional.

[00129]Os componentes foram então misturados juntos por dez minutos. A seguir as seguintes cargas metálicas foram adicionadas sob agitação; 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. A seguir 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT75 (disponível de Cytec) foram adicionados para a dispersão final. Durante introdução dos componentes, a velocidade do agitador foi aumentada progressivamente de modo a manter um torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00130]Os produtos finais foram então armazenados por tempos apropriados (por exemplo, 2 dias, 7 dias, e três meses) antes da adição de 2,9% em peso de Silquest^(R) A-187 adicional.

[00131]O revestimento protetor foi então aplicado nos dois painéis de teste (um painel de teste EG e um CRS como descrito supra). Uma camada fina e uniforme de tinta foi depositada nos painéis de teste usando uma pistola de pulveri-

zação. O revestimento foi ajustado para cerca de 20 a 25g/m² de depósito curado. Este ajuste foi calculado após o cozimento das placas. As placas de teste foram cozidas de acordo com diferentes procedimentos descritos acima. Os resultados para o Exemplo 4 descrito abaixo.

[00132]O produto era estável ao armazenamento não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando uma boa proteção das partículas metálicas pelo acoplamento do silano.

Exemplo 4: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – nenhuma perda de aderência
Resistência 1a pulverização	Excelente
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	7,7 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	2,9 horas/g

Exemplo 4: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	10,9 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	4,2 horas/g

Exemplo 4: Num painel de teste CRS após 3 meses de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Média
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	9,6 horas/g

Exemplo 4: Num painel de teste EG após 7 dias de envelhecimento

Aderência	3 – Perda parcial da aderência
Resistência à pulverização	Média
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	24,0 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	13,8 horas/g

[00133]A resistência ao desgaste conseguida com o silano monomérico (por exemplo, Silquest(rt) A-187 disponível de GE Silicones) usando os procedimen-

tos descritos supra propiciou 200 horas de proteção num painel de teste CRS e 480 horas num painel de teste EG por 20 g/m² do revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberto pela ferrugem vermelha.

[00134]O envelhecimento da formulação teve impacto limitado sobre o desempenho do revestimento, porém o desempenho não foi conseguido antes de vários dias. Este parâmetro é crítico no projeto de revestimentos protetores à medida que se refere a tempos de indução no teste antes de ser atingido o desempenho final.

EXEMPLO 5: USO DE GLICIDOXI PROPIL TRIETILÓXI SILANO E O PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 1

[00135]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, foram colocados os componentes a seguir no béquer: 28,92% em peso de água desmineralizada, 58% em peso de ácido bórico, 3,0% em peso de Dowanol^(R) DPM e 3,0% em peso de glicidóxi propil trietilóxi silano (por exemplo, Silquest^(R) A-1871 disponível de GE silicones). A solução foi misturada por 3 horas.

[00136]A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 23,0% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de Hidroxietilcelulose (Natrosol^(R) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) 1,8% em peso de Dowanol^(R) DPM e 2,0% em peso de Silquest^(R) A-1871 adicional, disponível de GE Silicones.

[00137]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir, cargas metálicas foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^{(R)(R)} OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução, a velocidade de agitação foi aumentada progressivamente de

modo a manter um torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 4 horas. Os produtos finais foram então armazenados por 7 dias antes de ser feita a adição de mais Silquest^(R) A-1871 como uma embalagem dupla a 2,9% em peso. O produto modificado com a adição posterior de Silquest A-1871 foi mantido ao armazenamento por três meses até um novo teste.

[00138] Os revestimentos protetores foram então aplicados em dois painéis de teste (um EG e um CRS como descrito supra). Uma camada de tinta fina e uniforme foi depositada nos painéis de teste usando uma pistola de pulverização. O revestimento foi ajustado para 20 a 25 g/m². Este ajuste foi calculado após o cozimento das placas de teste. As placas de teste foram cozidas de acordo com o ciclo de cura descrito supra. Os painéis de teste curados foram então testados de acordo com diferentes procedimentos descritos acima. Os resultados do Exemplo 5 são dados abaixo a seguir:

[00139] O produto era estável com armazenagem e não se observou nenhuma evolução de hidrogênio indicando uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento de silano.

Exemplo 5: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	8,2 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	3,0 horas/g

Exemplo 5: Num painel de teste CRS após 3 meses de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Média
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	10,7 horas/g

Exemplo 5: Num painel de teste EG após 7 dias de envelhecimento

Aderência	5 - Nenhuma aderência
Resistência à pulverização	Excelente

Ferrugem Vermelha NSS a 5%	24,0 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	12,8 horas/g

[00140]A resistência ao desgaste adquirida com silano monomérico, por exemplo, Silquest^(R) A-1871 disponível de GE Silicones, proporcionou em torno de 200 horas de proteção num painel de Teste CRS e 480 horas num painel de teste EG de 20g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes de mais de 5% da superfície do painel de teste ser tido coberta pela ferrugem vermelha.

[00141]O envelhecimento da formulação tem um impacto no desempenho do revestimento. O desempenho do revestimento após dois dias foi significativamente menor do que após envelhecimento nos prazos de 7 dias e de 3 meses

[00142]EXEMPLO 6 – USO DO EXEMPLO ESO 2 COMBINADO COM GLICIDOXI TRIETÓXI SILANO E OS PROCEDIMENTOS DESCRITOS NA FIGURA 2.

[00143]Neste caso, o exemplo ESO 2 foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita supra com relação à Tabela 4 e combinado com um trietóxi epóxi silano como um sistema de duas embalagens.

[00144]Num béquer metálico equipado com agitador mecânico, e uma lâmina de Cowles, os componentes a seguir foram colocados no béquer: 30,92 % em peso de água desmineralizada, 0,58% em peso de ácido bórico, 4,8% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,25% em peso do ESO do Exemplo 2. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00145]A seguir os seguintes ingredientes foram adicionados enquanto se agitava: 21,75% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol^(R) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09) e 1,5 % em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26).

[00146]Os componentes misturados juntos por dez minutos. A seguir, cargas metálicas foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco

GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^{(R)(R)} OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução, a velocidade de agitação foi aumentada progressivamente de modo a manter um torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 4 horas. O produto final foi então armazenado por 7 dias antes de ser feita a adição de glicidóxi propil trietóxi silano como uma embalagem dupla a 2,9% em peso. O produto foi mantido ao armazenamento por três meses até um novo teste sem qualquer outra adição de glicidóxi propil trietóxi silano (exemplo, Silquest^(R) A-1871 disponível de GE Silicones) antes da aplicação.

[00147]O revestimento protetor formado acima foi então aplicado nos dois painéis de teste (um painel de teste EG e um CRS como descrito supra). Uma camada de tinta fina e uniforme foi depositada nos painéis de teste. O revestimento foi ajustado para 20 a 25 g/m². Com base num cálculo realizado após cozimento das placas de teste. Os substratos foram então cozidos de acordo com o ciclo de cura descrito supra. Os painéis de teste curados foram então testados de acordo com os diferentes procedimentos descritos supra. Resultados para o Exemplo 6 são descritos a seguir.

[00148]O produto era estável à armazenagem e não se observou nenhuma evolução de hidrogênio, indicando uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento de silano.

Exemplo 6: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	8,0 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	2,6 horas/g

Exemplo 6: Num painel de teste EG após 7 dias de envelhecimento

Aderência	1 – Pouca perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente

Ferrugem Vermelha NSS a 5%	25,0 horas/g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	18,8 horas/g

[00149]A resistência ao desgaste adquirida com uma combinação do ESO do EXEMPLO 2 com a adição posterior de glicidóxi propil trietóxi silano, por exemplo, Silquest^(R) A-1871, proporcionou em torno de 160 horas de proteção num painel de Teste CRS e 500 horas num painel de teste EG de 20g/m² de revestimento depositado nos painéis de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha.

[00150]Este exemplo mostra que, um oligômero de epóxi silano usado no estágio de dispersão dos pós de zinco e alumínio e combinado com um epóxi silano a base de etóxi como um sistema de duas embalagens propiciam muito boa estabilidade e proteção ao desgaste.

EXEMPLO 7: USO DO ESO DO EXEMPLO 2 E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 3.

[00151]Neste caso, o ESO do exemplo 2 foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com relação a Tabela 4 e combinado com um glicidóxi propil trietóxisilano (exemplo, Silquest^(R) A-1871) durante o estágio de dispersão. Nenhuma adição posterior de silano foi feita após a dispersão.

[00152]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os componentes a seguir foram colocados num béquer: 33,07% em peso de água desmineralizada, 0,58% em peso de ácido bórico, 3,3% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,15 % em peso de ESO do Exemplo 2. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00153]A seguir, os ingredientes foram adicionados com agitação: 19,6% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de Hidroxietilcelulose (Natrosol^(R) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26), e mais 3,0% em peso de glicidóxi propil trietóxi silano (eg, Silquest s^(R) A-1871).

[00154]Os componentes foram então misturados juntos por dez minutos. A seguir, as cargas metálicas foram adicionadas com agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT, seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII> A seguir 0,4% em peso de Aerosol^(R)(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante introdução dos componentes a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00155]O produto final foi então armazenado por 7 dias e três meses antes da aplicação e do teste. A aplicação e condições de teste foram iguais as descritas para o Exemplo 4. Os resultados do Exemplo estão descritos abaixo.

[00156]O produto era estável com armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando assim, uma boa proteção das partículas metálicas pelo acoplamento do silano.

EXEMPLO 7: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	10,0 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	4,0 horas/g

Exemplo 7: Num painel de teste CRS após 3 meses de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	10,6 horas/g

Exemplo 7: Num painel de teste EG após 7 dias de envelhecimento

Aderência	1 – Pouca perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem Vermelha NSS a 5%	27,0 horas/g
Ferrugem Vermelha HSS a 5%	13,8 horas/g

[00157]A resistência ao desgaste adquirida com uma combinação do ESO do EXEMPLO 2 com a adição de Silquest^(R) A-1871), no estágio de dispersão, proporcionou em torno de 200 horas de proteção num painel de Teste CRS e 550 horas num painel de teste EG de 20g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha. O envelhecimento da formulação não afetou o desempenho do revestimento.

[00158]Este exemplo mostra que, um oligômero de epóxi silano, de acordo com a presente invenção combinado com um epóxi silano com base em epóxi, usado no estágio de dispersão dos pós de zinco e alumínio proporcionou muito boa estabilidade e proteção ao desgaste. O sistema, neste caso, é de fato um sistema de embalagem única, com excelente durabilidade e superior desempenho dos revestimentos descritos nos Exemplos 4 e 5.

EXEMPLO 8: USO DO ESO DO EXEMPLO 5 E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 3.

[00159]Neste Exemplo, o Exemplo ESO 2 foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com respeito à Tabela 4 sendo usado também no estágio de dispersão.

[00160]Num béquer metálico, equipado com agitador mecânico e uma lâmina de Cowles os seguintes componentes foram colocados no béquer: 18,96% em peso de água desmineralizada, 0,59% em peso de ácido bórico, 3,3% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,15% em peso do ESO do Exemplo 5. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00161]A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 34,2% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 2,5% em peso adicionais do ESO Exemplo 5 foi adicionado logo antes da dispersão.

[00162]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R)(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante introdução dos componentes a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter o torque de dispersão adequado. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00163]O produto final foi a seguir armazenado por 7 dias e três meses antes da aplicação d teste. As condições de aplicação e teste são as mesmas as descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 5 são dados abaixo.

[00164]O produto era estável com armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 8: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	6,3 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,5 horas / g

Exemplo 8: Num painel de teste cRS após 3 meses de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	9,8 horas/ g

[00165]No Exemplo 8 descrito supra, a resistência ao desgaste foi conseguida pelo ESO do Exemplo 2 como um aglutinante solúvel em água e no estágio de dispersão, o que proporcionou cerca de 130 horas de proteção num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento, aumentando para 196 horas após 3 meses de envelhecimento, de 20 g/m² de revestimento depositado no painel de

teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha. O envelhecimento da formulação melhorou o desempenho do revestimento.

[00166]Este exemplo ilustra que o uso de um oligômero de epóxi silano puro, de acordo com a presente invenção, propicia um revestimento protetor transportado em água melhorado.

EXEMPLO 9: USO DE OLIGÔMERO DE EPÓXI SILANO DO EXEMPLO 5 COMBINADO COM UM VINIL ETÓXI SILANO E O PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 3

[00167]Neste exemplo, o ESO do Exemplo 5, foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com relação à Tabela 4 combinado com um vinil trietóxi silano (eg, Silquest^(R) A-151 disponível de GE Silicones), durante o estágio de dispersão.

[00168]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados: 18,96% em peso de água desmineralizada, 0,59% em peso de ácido bórico, 3,3% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,15% em peso de ESO do Exemplo 5. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00169]A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 34,8% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 1,9% em peso adicionais de vinil trietóxi silano.

[00170]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. O produto final foi a seguir armazenado por 2 e 7 dias antes da aplicação e

teste. As condições de aplicação e teste são as mesmas descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 9 são dados abaixo.

[00171]O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 9: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	8,9 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,5 horas / g

Exemplo 9: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	1 – Pouca perda da aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	10,4 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,8 horas/ g

[00172]A resistência ao desgaste foi conseguida por uma combinação do ESO do Exemplo 5 com vinil trietóxi silano (exemplo, Silquest^(R) A-151 disponível de GE Silicones) no estágio de dispersão, o que proporcionou cerca de 180 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento, aumentando para 200 horas após 7 dias de envelhecimento, para 20 g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha. O envelhecimento da formulação não afetou o desempenho do revestimento.

[00173]Este exemplo ilustra que o uso de um oligômero de epóxi silano puro, de acordo com a presente invenção, combinado com um vinil etóxi silano usado no estágio de dispersão do zinco e alumínio propicia muito boa estabilidade e proteção ao desgaste. O sistema se trata de um sistema verdadeiro de uma em-

balagem com excelente durabilidade. Além disso, este sistema tem um desempenho extraordinário dos revestimentos descritos acima nos Exemplos 4 e 5.

EXEMPLO 10 - USO DO ESO DO EXEMPLO 5 COMBINADO COM UM TRIETÓXI EPÓXI SILANO CICLOALIFÁTICO E OS PROCEDIMENTOS DESCRITOS NA FIGURA 3

[00174] Neste exemplo, o ESO do Exemplo 5, foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com relação à Tabela 4 combinado com um epóxi trietóxi silano cicloalifático (Coatosil^(R) 1770, disponível de GE Silicones), durante o estágio de dispersão.

[00175] Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados no béquer: 18,96% em peso de água desmineralizada, 0,59% em peso de ácido bórico, 3,3% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,15% em peso de ESO do Exemplo 5 descrito acima. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00176] A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 33,8% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250, 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 2,9% em peso adicionais de epóxi trietóxi silano cicloalifático (Coatosil^(R) 1770 disponível de GE Silicones).

[00177] Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. O produto final foi a seguir armazenado por 2 e 7 dias antes da aplicação e teste. As condições de aplicação e teste são as mesmas descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 10 são dados abaixo.

[00178]O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 10: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	10,3 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,5 horas / g

Exemplo 10: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	1 – Pouca perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	9,8 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,5 horas/ g

[00179]A resistência ao desgaste foi conseguida por uma combinação do ESO do Exemplo 5 aqui descrito + um trietóxi silano cicloalifático, (exemplo, Coatosil^(R) 1770 disponível de GE Silicones) no estágio de dispersão, o que proporcionou cerca de 200 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 ou 7 dias de envelhecimento, para 20 g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha. O envelhecimento da formulação não afetou o desempenho do revestimento.

[00180]Este exemplo ilustra que o uso de um oligômero de epóxi silano puro, de acordo com a presente invenção, combinado com um trietóxi silano cicloalifático (Coatosil^(R) 1770 disponível de GE Silicone) usado no estágio de dispersão do zinco e alumínio propicia muito boa estabilidade e proteção ao desgaste. O sistema neste caso, se trata de um sistema verdadeiro de uma embalagem com excelente durabilidade. Além disso, este sistema tem um desempenho extraordinário dos revestimentos descritos acima para os Exemplos 4 e 5.

EXEMPLO 11: USO DO ESO DO EXEMPLO 5 DESCRITO ACIMA COMBINADO COM UM PROPIL TRIETÓXI SILANO E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 3.

[00181]Neste exemplo, o ESO do Exemplo 5, foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com relação à Tabela 4 combinado com um epóxi trietóxi silano reativo não orgânico (exemplo, Silquest^(R) A-138, disponível de GE Silicones), durante o estágio de dispersão.

[00182]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados no béquer: 18,96% em peso de água desmineralizada, 0,59% em peso de ácido bórico, 3,3% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,15% em peso de ESO do Exemplo 5 descrito acima. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00183]A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 34,7% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 2,0% em peso adicionais de propil trietóxi silano cicloalifático (exemplo Silquest^(R) A-138 disponível de GE Silicones).

[00184]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. O produto final foi a seguir armazenado por 2 e 7 dias antes da aplicação e teste. As condições de aplicação e teste são as mesmas descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 11 são dados abaixo.

[00185]O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 11: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	7,6 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,2 horas / g

Exemplo 11: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	6,3 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,4 horas/ g

[00186]A resistência ao desgaste foi conseguida por uma combinação do ESO do Exemplo 5 combinado com um propil trietóxi silano, (exemplo, Silquest^(R) A-138 disponível de GE Silicones) no estágio de dispersão, o que proporcionou cerca de 120 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 ou 7 dias de envelhecimento, para 20 g/m² de revestimento depositado na superfície do painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha. Ainda que o desempenho seja ligeiramente menor comparado ao Exemplo 7, é interessante observar que, um silano não reativo pode ser empregado no estágio de dispersão juntamente com um ESO, de acordo com a presente invenção para propiciar uma composição rica em zinco transportada em água estável, com uma melhor resistência ao desgaste.

EXEMPLO 12: USO DO ESO EXEMPLO 3 E PROCEDIMENTOS DESCRITOS NA FIGURA 4

[00187]Neste exemplo, o ESO do Exemplo 3, foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com relação à Tabela 4 combinado com ácido bórico, Dowanol^(R) DPM e tensoativo. O ESO pré-solubilizado foi então usado sozinho numa dispersão incluindo pós metálicos. Este exemplo representa

um processo mais simples de manufatura, porque nenhuma adição posterior foi necessário no estágio de dispersão.

[00188]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados no béquer: 33,62% em peso de água desmineralizada, 0,58% em peso de ácido bórico, 4,8% em peso de Dowanol^(R) DPM e 1,5% em peso de tensoativo APEO HLB 13 (Berol^(R) 09) e 6,6% em peso do ESO do exemplo 3. A solução foi misturada por 18 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00189]A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 19,6% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26).

[00190]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução dos componentes a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriada. A dispersão foi mantida por 4 horas. O produto final foi então armazenado por 2 dias, 7 dias e três meses antes da aplicação e teste. A aplicação e condições do teste foram iguais as descritas no Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 12 são dados abaixo.

[00191]O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando, portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 12: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Média
Ferrugem vermelha NSS a 5%	11,5 horas/ g

Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,4 horas / g
----------------------------	---------------

Exemplo 12: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Média
Ferrugem vermelha NSS a 5%	15,4 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	4,5 horas/ g

[00192]A resistência ao desgaste foi conseguida mediante uso do ESO do Exemplo 3 como único componente num processo de única etapa proporcionando cerca de 230 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento aumentando para cerca de 300 horas após 7 dias de envelhecimento para 20 g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha.

[00193]Os desempenhos conseguidos com este ESO específico realizaram de modo extraordinário um sistema convencional com base em silanos monoméricos puros tais como os Exemplos 4 e 5. O sistema trata-se de um sistema verdadeiro de uma embalagem com excelente durabilidade. O processo de manufatura é mais simples do que o Exemplo 4 assim, teria impacto sobre os custos de manufatura para revestimentos protetores transportados em água.

EXEMPLO 13 – USO DO ESO DO EXEMPLO 2 E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 4

[00194]Neste exemplo, o ESO do Exemplo 2, foi pré-solubilizado em água usando a formulação descrita acima com relação à Tabela 4 em uma combinação de ácido bórico, Dowanol^(R) DPM e um tensoativo. Este ESO solubilizou mais rápido e foi usado sozinho numa dispersão de pós metálicos. Este exemplo representa um processo mais simples e mais curto de manufatura, no fato de que nenhuma adição posterior no estágio de dispersão foi necessária.

[00195] Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados no béquer: 33,62% em peso de água desmineralizada, 0,58% em peso de ácido bórico, 4,8% em peso de Dowanol^(R) DPM e 1,5% em peso de tensoativo APEO HLB 13 (Berol^(R) 09) e 6,6% em peso do ESO do Exemplo 2. A solução foi misturada por 2 horas ou até que fosse obtida uma solução límpida.

[00196] A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 19,6% em peso de água desmineralizada, 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250) e 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26).

[00197] Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriada. A dispersão foi mantida por 4 horas. O produto final foi então armazenado por 2 ou 7 dias e três meses antes da aplicação e teste. A aplicação e condições de teste são iguais as descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 13 estão descritos a seguir.

[00198] O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando, portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 13: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	12,0 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,1 horas / g

Exemplo 13: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Fraca
Ferrugem vermelha NSS a 5%	9,6 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,5 horas/ g

[00199]A resistência ao desgaste conseguida pelo ESO do Exemplo 2 com único componente, num processo de uma etapa, foi cerca de 240 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento e cerca de 190 horas após 7 dias de envelhecimento, para 20 g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha. O processo de manufatura é mais simples do que o Exemplo 4 assim, teria impacto sobre os custos de fabricação para revestimentos protetores transportados em água.

EXEMPLO 14: USO DO ESO DO EXEMPLO 6 COMBINADO COM UM EPÓXI SILANO MONOMÉRICO E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 4.

[00200]Neste exemplo, o ESO do Exemplo 6, foi pré-solubilizado em água, em conjunto com um glicidóxi trietóxi silano (exemplo, Silquest^(R) A-1871 usando a formulação descrita acima com relação a Tabela 4 e numa combinação de ácido bórico e Dowanol^(R) DPM. O ESO solubilizado juntamente com o silano monomérico foi usado diretamente para a dispersão dos pós metálicos. Este exemplo representa um processo mais simples de manufatura, porque não foi necessária nenhuma adição posterior no estágio de dispersão.

[00201]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados: 22,68% em peso de água desmineralizada, 0,77% em peso de ácido bórico, 3,85% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,8% em peso de ESO do Exemplo 6 e 2,9% em peso de gli-

cidóxi trietóxi silano (Silquest^(R) A-1871). A solução foi misturada por 4 horas até ser obtida uma solução límpida.

[00202]A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 30,4% em peso de água desmineralizada, 0,2% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26).

[00203]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 1 hora. O produto final foi a seguir armazenado por 2 ou 7 dias e três meses antes da aplicação e teste. As condições de aplicação e teste são as mesmas descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 14 são dados abaixo.

[00204]O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando, portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 14: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	9,6 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,0 horas / g

Exemplo 14: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	9,4 horas/ g

Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,1 horas/ g
----------------------------	--------------

[00205]A resistência ao desgaste foi conseguida por uma combinação do ESO do Exemplo 6 com glicidóxi trietóxi silano (exemplo, Silquest^(R) A-1871) usado num processo de única etapa sendo cerca de 190 horas de proteção num painel CRS após 2 ou 7 dias de envelhecimento para 20 g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha.

[00206]O desempenho conseguido com esta combinação específica de ESO e monômero de epóxi silano teve relação com o tempo de processamento total que era de apenas 5 horas no total. O produto era um sistema de uma embalagem que realizou muito bem.

EXEMPLO 15: USO DO ESO DO EXEMPLO 6 APENAS, DIRETAMENTE SOLUBILIZADO E DISPERSADO EM ÁGUA E PÓS METÁLICOS E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 5.

[00207]Neste exemplo, o ESO do Exemplo 6 não foi pré-solubilizado em água antes da dispersão dos pigmentos. Em vez disso, o ESO foi diretamente adicionado na formulação usando todos os componentes e misturado para se obter uma mistura homogênea. A mistura homogênea não estava numa fase solúvel até que todo o pó metálico fosse adicionado e DISPERSADO por cerca de 6 horas. Este procedimento, conforme descrito na Figura 5, é um processo de uma só etapa.

[00208]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados: 52,49% em peso de água desmineralizada, 0,51% em peso de ácido bórico, 5,4% em peso de Dowanol^(R) DPM, 7,7% em peso de ESO do Exemplo 6, 0,2% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26).

[00209]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução dos componentes e ingredientes, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 6 horas.

[00210]O produto final foi a seguir armazenado por 2 ou 7 dias e três meses antes da aplicação e teste. As condições de aplicação e teste neste exemplo são as mesmas descritas acima para o Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 15 são dados abaixo.

[00211]O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando, portanto, uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 15: Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda de aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	9,4 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	2,9 horas / g

Exemplo 15: Num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	8,3 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,8 horas/ g

[00212]A resistência ao desgaste conseguida pelo ESO do Exemplo usado num processo de dispersa direta propiciou cerca de 180 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 ou 7 dias de envelhecimento para 20 g/m² de reves-

timento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem vermelha.

[00213]O desempenho conseguido com este ESO específico foi o tempo de processamento total sendo de apenas 6 horas. Este produto era um sistema de uma embalagem desempenhando muito bem.

EXEMPLO 16: USO DO ESO DO EXEMPLO 6 APENAS, QUE FOI DIRETAMENTE SOLUBILIZADO E DISPERSADO EM ÁGUA E PÓS METÁLICOS E USO DO PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 5.

[00214]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados: 52,49% em peso de água desmineralizada, 0,51% em peso de ácido bórico, 5,4% em peso de Dowanol^(R) DPM, 0,2% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol) HHR 250), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 7,9% em peso de Silquest^(R) A-187.

[00215]Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas a seguir foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução dos ingredientes, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 6 horas.

[00216]O produto foi armazenado para exame da estabilidade, demonstrando uma forte evolução de hidrogênio após menos de 1 hora.

[00217]Silano monomérico (exemplo, Silquest^(R) A-187) não pode ser usado num processo de dispersão direta com os pós metálicos, do mesmo modo que os ESOs de acordo com a presente invenção, por exemplo, ESO do Exemplo 6.

[00218]Este exemplo ilustra uma diferença principal entre um silano monomérico regular e os Oligômeros de Epóxi Silano inventivos a presente invenção.

EXEMPLO 17

USO DO ESO DO EXEMPLO 9 E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 4.

[00219] Neste exemplo, o ESO do Exemplo 9 foi pré-solubilizado em água com a formulação descrita abaixo usando uma combinação de ácido bórico, Dowanol^(R) DPM e tensoativo. O ESO pré-solubilizado foi então usado sozinho numa dispersão, incluindo pós metálicos. Este exemplo representa um processo mais simples de manufatura, porque nenhuma outra adição é necessária no estágio de dispersão. Este exemplo ilustra a aplicação de um co-oligomero de epóxi silano óxido de alquilenos, de acordo com uma modalidade da presente invenção, em revestimentos protetores transportados em água ricos em zinco.

[00220] Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados: 32,00% em peso de água desmineralizada, 0,77% em peso de ácido bórico, 5,25% em peso de Dowanol^(R) DPM, 7,0% em peso de ESO do Exemplo 9. A solução foi misturada por 18 horas ou até ser obtida uma solução límpida.

[00221] A seguir, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 23,7% em peso de água desmineralizada, 1,5% em peso de tensoativo APEO HLB 13 (Berol 09), 0,4% em peso de hidroxietilcelulose (Natrosol^(R) HHR 250) e 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26).

[00222] Os componentes foram então misturados juntos por dez minutos. A seguir as cargas metálicas foram adicionadas sob agitação: 28,0% em peso de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75, disponível de Cytec Industries, Inc. foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução dos ingredientes, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00223]O produto final foi armazenado por 7 dias antes da aplicação e teste. O pH final da formulação foi estabilizado em 6,9 e a viscosidade era a 35 segundos com o número de cuba DIN 4.

[00224]As condições de aplicação e teste iram iguais as descritas no Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 17 são dadas abaixo.

[00225]O produto era estável com armazenagem e não se observou nenhuma evolução de hidrocarboneto indicando uma boa proteção de partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 17: Num CRS após 7 dias de Envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	13,4 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	4,0 horas/ g

[00226]A resistência ao desgaste conseguida pelo uso do ESO do exemplo 9, como único componente num processo de uma etapa proporcionou cerca de 270 horas de proteção num painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento para 20g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem.

[00227]O desempenho conseguido com este ESO específico foi significativamente superior a um sistema convencional com base nos silanos monoméricos puros tais como nos Exemplos 4 e 5. Este sistema é um verdadeiro sistema de uma embalagem com excelente durabilidade. O processo de manufatura é mais simples do que o do Exemplo 4, reduzindo significativamente por esse meio, os custos associados com a manufatura de um revestimento protetor transportado em água.

[00228]Observa-se também que foi possível aumentar a concentração do ESO na fase de hidrólise do processo. O teor de co-solvente em Dowanol^(R)

DPM também foi menor se comparado aos outros exemplos, no caso, Exemplos 2 a 12.

[00229] Isto indica que o co-oligômero de um epóxi silano e de um óxido de alquileno pode aumentar a velocidade de solubilização bem como reduzir a quantidade de coalescente necessária para tornar o ESO hidrossolúvel. Os desempenhos ao desgaste não são afetados pela contribuição do óxido de alquileno ao ESO, como preparado no Exemplo 9.

EXEMPLO 18 – USO DE UMA SOLUÇÃO DE OLIGÔMERO DE EPÓXI SILANO DE DYNASILAN^(R) HS 2926 E PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 4

[00230] Um oligômero de epóxi silano pré-solubilizado de acordo com a presente invenção não desempenha similarmente ao Oligômero de epóxi silano produzido em água como o que existe atualmente no comércio com um produto denominado (Dynasilan^(R) HS 2926 (disponível de Degussa Huls).

[00231] Neste exemplo, foi feita uma comparação entre o material Dynasilan^(R) HS 2926 na mesma formulação descrita acima nos Exemplos 12 e 13.

[00232] O produto foi usado a uma carga igual do siloxano presumindo que o teor seco dado para o produto foi de 40% de não voláteis conforme indicado, Neste caso, o HS 2926 já foi solubilizado em água seno diretamente usado para a dispersão dos pós metálicos.

[00233] Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os ingredientes a seguir foram adicionados com agitação: 16,6% em peso de Dynasilan^(R) HS 2926, 43,62% em peso de água desmineralizada, 0,58% em peso de ácido bórico, 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,5% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26) e 4,8% em peso de Dowanol DPM.

[00234] Os componentes foram misturados juntos por dez minutos. A seguir as seguintes cargas metálicas foram adicionadas com agitação: 28,0% em peso

de flocos de zinco GTT seguido por 3,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Finalmente, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão final. Durante a introdução dos componentes a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00235]O produto foi armazenado e seguido com relação à estabilidade. Após mais ou menos 2 horas, ocorreu forte evolução de hidrogênio, e o produto gerou uma quantidade significativa de espuma, indicando assim, a fraca estabilidade do produto se comparado com as formulações dos Exemplos 12 e 13.

[00236]Este exemplo ilustra que, a estrutura dos ESOs de acordo com a presente invenção proporcionaram produtos estáveis com variadas soluções em água se comparado com um oligômero de epóxi silano já hidrolisado (eg, Dynasylan^(R) HS 2926).

DISPERSÕES DE PIGMENTO TRANSPORTADAS EM ÁGUA E USOS DESTAS

EXEMPLO 19: DISPERSÃO EM PASTA DE ALUMÍNIO PREPARADA USANDO O PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 6

[00237]O processo usado neste exemplo era similar ao processo usado no Exemplo 12 descrito acima, exceto que o pó de alumínio foi usado sozinho a uma maior concentração (36,1% no lugar de 28% de zinco juntamente com 3% de alumínio).

[00238]A relação de silano para pigmento foi ajustada em 1 do ESO para 9 do alumínio. A finalidade aqui é preparar concentrados de alumínio que podem ser ainda aumentados com aglutinantes adicionais a fim de formular revestimentos contendo alumínio.

[00239]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados com agitação: 56,23% em peso de água desmineralizada, 0,47% em peso de ácido bórico, 0,94% em

peso de tensoativo APEO HLB 13 (Berol^(R) 09), 0,94% em peso de tensoativo APEO (HLB-9 Berol^(R) 26), 2,7% em peso de Dowanol^(R) DPM e 3,41% em peso do ESO do Exemplo 6. Os componentes foram dispersados juntos por 18 horas até ser obtida uma solução límpida. A seguir adicionou-se 35,3% em peso de pó de alumínio Chromal VII. Durante a introdução dos ingredientes a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriada. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00240]O produto obtido foi armazenado por 2 meses e observado com relação à estabilidade. Durante este período de envelhecimento não se observou nenhuma evolução de hidrogênio. Observou-se uma sedimentação, porém esta foi facilmente ressuspensa com agitação suave.

EXEMPLO 20: PASTA DE PIGMENTO DE PÓ DE ZINCO

[00241]O mesmo procedimento, ver a Figura 6, foi aplicado neste exemplo como no Exemplo 18 para o alumínio, com exceção de que, neste exemplo usou-se pó de zinco no lugar de pó de alumínio. Devido a maior densidade do pó de zinco, o teor de zinco foi aumentando para 56% em peso. A finalidade disto foi preparar concentrados de zinco que podem ser ainda aumentados com mais aglutinantes a fim de formular revestimentos contendo alumínio.

[00242]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes componentes foram adicionados com agitação: 33,1% em peso de água desmineralizada, 0,60% em peso de ácido bórico, 1,3% em peso de tensoativo APEO HLB 13 (Berol^(R) 09), 1,3% em peso de tensoativo APEO (HLB-9 Berol^(R) 26), 3,4% em peso de Dowanol^(R) DPM e 4,30% em peso do ESO do Exemplo 6.

[00243]Os componentes foram dispersados juntos por 18 horas até ser obtida uma solução límpida. A seguir adicionou-se 56% em peso de flocos de zinco GTT, com agitação e dispersão dos componentes. Durante a introdução dos

componentes a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriada. A dispersão foi mantida por 4 horas.

[00244]O produto obtido foi armazenado por 2 meses e observado com relação à estabilidade. Durante este período de envelhecimento não se observou nenhuma evolução de hidrogênio. Observou-se uma sedimentação, porém esta foi facilmente ressuspensa com agitação suave.

EXEMPLO 21: REVESTIMENTO PROTETOR POR MISTURA DE PASTA DE PIGMENTO USANDO O PROCEDIMENTO DESCRITO NA FIGURA 7

[00245]Neste exemplo o teor de zinco e alumínio usados não Exemplo 5 anterior e a seguir, foi introduzido usando as pastas de alumínio e zinco preparadas, respectivamente, de acordo com os Exemplos 19 e 20. As duas pastas são simplesmente misturadas com solução ESO conforme descrito nos exemplos prévios.

[00246]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 23,87% em peso de água desmineralizada, 0,74% em peso de ácido bórico, 4,1% em peso de Dowanol^(R) DPM e 5,29% em peso do ESO do Exemplo 6. Os componentes foram dispersados juntos por 18 horas até ser obtida uma solução límpida. A seguir adicionou-se 50% em peso de pasta de zinco (Exemplo 20) e 8,5% em peso de pasta de alumínio (Ex 19), seguido por 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75, 0,15% em peso de Natrosol^(R) 250 HRR em 6,95% em peso de água desmineralizada com agitação e misturados por 30 minutos.

[00247]A aplicação e condições de teste foram iguais as descritas acima no Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 21 são dados abaixo.

[00248]O produto era estável com armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio indicando uma boa proteção das partículas metálicas por acoplamento do silano.

Exemplo 21 Num painel de teste CRS após 2 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	8,5 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,1 horas/ g

Exemplo 21: Painel de teste CRS após 7 dias de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Ferrugem vermelha NSS a 5%	8,4 horas/ g
Ferrugem vermelha HSS a 5%	3,3 horas/ g

[00249]A resistência ao desgaste conseguida pela formulação deste exemplo, proporcionou cerca de 170 horas de proteção num painel de teste CRS após 2 ou 7 dias de envelhecimento para 20g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da superfície do painel de teste fosse coberta pela ferrugem. O produto ainda é um sistema de embalagem única com bom desempenho.

[00250]Observou-se, que, de acordo com os Exemplos 19 e 20, pode ser usado como uma combinação simples ou misturado com sistemas aglutinantes adicionais com base no ESO preparado de acordo com a presente invenção. Observou-se ainda que, as pastas de zinco e alumínio preparadas nos Exemplos 19 e 20, de acordo com modalidades exemplares da presente invenção, podem ser combinadas com uma solução de silano monomérico ou outras soluções de oligômero de epóxi silano conforme analisado no Exemplo 18.

EXEMPLO 22: TINTAS OU REVESTIMENTOS METÁLICOS POR MISTURA DE PASTA DE PIGMENTO

[00251]Nos exemplos 19 e 20, demonstrou-se que, as pastas de pigmento aqui apresentadas poderiam ser usadas numa única combinação com uma resina acrílica de estireno convencional, conforme tipicamente empregado na indús-

tria de tinta de impressão e revestimento. No presente exemplo, selecionou-se um látex acrílico de estireno, simplesmente misturando-se com uma pasta de alumínio de acordo com o procedimento a seguir.

[00252]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 60% em peso de um látex acrílico de estireno (por exemplo, Worleecryl^(R) 8410, disponível de Worlee GmbH) e 60% em peso de pasta de alumínio produzida de acordo com o Exemplo 19 acima. Os componentes foram misturados por 10 minutos.

[00253]Este exemplo (referindo-se ao ESO com base em Al" na Tabela 8 a seguir) ilustra que é possível preparar revestimentos ou tintas à base de alumínio, simplesmente misturando-se um alumínio pré-dispersado com um ESO solubilizado, de acordo com a presente invenção.

[00254]De modo a comparar o desempenho e estabilidade dessa preparação, foi feita uma dispersão do mesmo pó de alumínio diretamente num látex acrílico de estireno selecionado de acordo com o procedimento a seguir:

[00255]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e lamina de Cowles, foram adicionados os seguintes ingredientes com agitação: 84,0% em peso de Worleecryl^(R) 8410 (resina acrílica de estireno disponível de Worlee GmbH), 1,0% em peso de APEO (HLB 13-Berol^(R) 09), 1,0% em peso de tensoativo APEO (HLB 9-Berol^(R) 26). Os componentes foram misturados por 10 minutos. A seguir 14,0% em peso de pó de alumínio Chromal VII foi adicionado. Durante a introdução do alumínio, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 30 minutos.

[00256]Este exemplo (referindo-se ao "Processo de Dispersão Direta" na Tabela 8 abaixo) ilustra a preparação típica usada para produzir um revestimento ou tinta a base de alumínio em látex acrílicos de estireno.

Pasta	Processo de dispersão direta	ESO com base em Al
Worleecryl ^(R) 8410 disponível de Worlee GmbH)	84 partes	60 partes
Berol ^(R) 09	1 parte	-
Berol ^(R) 26	1 parte	-
Pasta de alumínio (ESO do Exemplo 19)	-	40 partes
Operação	Dispersão de 30 minutos	Mistura por 10 minutos

[00257]A formulação preparada de acordo com o modo de dispersão direta não era nem um pouco estável. O produto da dispersão direta produziu forte desgaseificação e espumação durante as primeiras horas de armazenagem, enquanto que, o produto com base na paste dispersada em ESO era bastante estável por mais de 2 meses.

[00258]A combinação simples da pasta de alumínio ESO, de acordo com a presente invenção era estável e pode ser aplicada fazendo-se um esboço a mão padrão no papel.

[00259]O revestimento feito tinha muito boa qualidade de impressão, bem como brilho. Comportamento semelhante foi conseguido pelo uso da pasta de zinco dispersa no ESO. Essa combinação de pasta de zinco com resinas aniônicas pode conferir a possibilidade de se preparar revestimentos ricos em zinco, com base em látex ou dispersões ou primeira demão comercial.

EXEMPLO 23

[00260]Num outro aspecto do uso dos atuais ESOs, demonstrou-se no exemplo a seguir, que é possível usar um ESO como reticulador externo para látex transportados em água. Sabe-se da técnica precedente, que, os monômeros de epóxi silano podem ser empregados como reticuladores ou látex catiônicos e dispersões aquosas.

[00261]Nos exemplos a seguir, uma formulação típica de revestimento de madeira foi empregada como sistema modelo para evidenciar a influencia dos atuais ESOs sobre essas formulações, bem como comparar o uso dos atuais ESOs aos monômeros de epóxi silano convencionais. A formulação foi preparada de acordo com a Tabela 9 abaixo usando o seguinte procedimento:

[00262]Num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles, os seguintes ingredientes foram adicionados com agitação: 69,52% em peso de látex acrílico SCX^(R) 8225 (disponível de SC Johnson Polymer), 1,185% em peso de Wetlink 78 (formulação 2 na Tabela 9) ou 1,185 % em peso do oligômero de epóxi silano (ESO do Exemplo 5 (formulação 3 na Tabela 9). A formulação foi agitada por 30 minutos. A seguir, adicionou-se para a formulação 0,2% em peso de um agente umectante (eg, Coatosil ^(R) 1211, disponível de GE Silicones), 9,0% em peso de Coalescente (exemplo, Proglyde^(R) DPnB, disponível deDow Chemical), 4,3% em peso de cera fosca (exemplo, Aguamat^(R) 128 disponível de Byk Cera), 2,5% em peso de cera de PE (Ultralub^(R) D819, disponível de Keim-Additec Surface) e uma quantidade suficiente de água para produzir 100% em peso. Os componentes foram misturados por 30 minutos. Como um padrão não modificado, a mesma formulação foi aplicada sem qualquer silano (formulação 1 como descrito na Tabela 9).

[00263]Epóxi silanos típicos usados como um reticulador externo para látex aniônicos foram usados por comparação a gama-glicidoxipropilmetil dietoxi silano (Wetlink^(R) 78, disponível deGE Silicones).

Tabela 9

Formulação	Formulação 1	Formulação 2	Formulação 3
Látex acrílico SCX ^(R) 8225 (disponível de SC Johnson Polymer), % em peso	69,52	69,52	69,52
Água, % em peso	9,48	8,295	8,295

Epóxi silano (exemplo, Wetlink ^(R) disponível de GE Silicones), % em peso		1,185	
Oligômero de epóxi silano (ESO do exemplo 5), % em peso			1,185
Agente umectante (exemplo Coatosil ^(R) 1211 disponível de GE Silicones), % em peso	0,2	0,2	0,2
Coalescente (por exemplo, Proglyde ^(R) DPnB disponível de Dow Chemical), % em peso	9	9	9
Cera Fosca (por exemplo, Aquamat ^(R) 128 disponível de Byk Cera) % em peso	4,3	4,3	4,3
Cera de PE (Ultralub ^(R) D819 disponível de Keim-Additec Surface), % em peso	2,5	2,5	2,5
Água, % em peso	5	5	5

[00264]Num primeiro conjunto de testes aplicados aos polímeros modificados, as misturas de látex acrílico com água e o correspondente monômero de epóxi silano ou oligômero foram aplicados em células de Teflon após cura apropriada a temperatura ambiente por 15 dias. Os filmes assim formados foram então descascados das células de Teflon e pesados precisamente antes da imersão em água. Mediu-se a absorção de água e o polímero restante após secagem posterior. O teor de gel também foi medido nas mesmas amostras.

[00265]Os resultados são dados na Tabela 10 abaixo.

Tabela 10

Formulação	Formulação 1	Formulação 2	Formulação 3
Absorção de água (porcento de água absorvida)	Dissolvida	25%	22%

Resistência à água (porcento de polímero restante após secagem a temperatura ambiente)	77%	98%	98%
teor de gel (porcento de polímero deixado após 8 horas de extração em MEK)	0%	94%	95%

[00266]Os resultados mostram que, um ESO, de acordo com a presente invenção, intensifica de modo significativo a resistência à água dos látex aniônicos até um nível, pelo menos comparável aos monômeros de epóxi silano.

[00267]Num segundo conjunto de testes, todos os revestimentos das Formulações 1-3 foram aplicados em substratos de vidro, de modo a realizar medição da dureza, 200 µm de revestimentos foram aplicados nos substratos de vidro, e secos por um período de tempo crescente durante o qual seguiu-se a Dureza de Koenig. A tabela 11 a seguir demonstra a evolução da dureza dos filmes.

Tabela 11

Tempo de secagem (dias)	Dureza de Koenig (segundos)		
	Formulação 1	Formulação 2	Formulação 3
1	29,8	36,4	36,8
4	82,6	84,0	85,8
7	84,0	86,8	89,6
11	88,7	91,0	90,0
16	93,3	93,8	97,0
22	91,4	93,8	97,1

[00268]Os resultados mostram que, um ESO, por exemplo, ESO do Exemplo 5, aumenta de modo significativo a dureza do revestimento de madeira. De fato, os resultados foram até mesmo melhores, do que o uso de um monômero de epóxi silano convencional.

[00269]Finalmente as Formulações 1-3 foram aplicadas em painéis de madeira (compensado de carvalho) usando uma pistola de pulverização. Aplicou-se um depósito de 150 g/m² com secagem posterior por 15 dias a temperatura ambiente.

[00270]A resistência ao manchamento foi analisada a seguir de acordo com as condições relacionadas na Tabela 12 abaixo. Os resultados estão ilustrados na Tabela 13 a seguir.

Tabela 12

Teste alvo de acordo com o método de teste DIN 68861 – 1B		
Revestimentos são curados em 15 dias a temperatura ambiente		
Teste líquido		
	Acetona	10 segundos
	Amônia a 10%	2 minutos
	Etanol a 48%	60 minutos
	Isopropanol a 50%	60 minutos
	Ácido acético	60 minutos
	Acetato de etil butila	10 segundos
Depósito: 30 µl cobertos com tampa de vidro		
Classificação:		
(0) – sem alteração		
(1) – alterações secundárias no brilho ou na cor		
(2) – alterações no brilho ou na cor, porém sem dano à superfície		
(3) – alterações principais visíveis, porém nenhum dano sério da superfície		
(4) – alterações principais visíveis e superfície danificada		
(5) – a maior parte da superfície exposta foi danificada		

Tabela 13

	Resistência química (DIN 68861-1B)		
--	---------------------------------------	--	--

Agente de manchamento – tempo de contato	Formulação 1	Formulação 2	Formulação 3
Ácido acético (60 minutos)	5	0	1
Amônia (10%) 2 minutos	5**	5*	2
Álcool etílico a 48% - 60 minutos	0	0	0
Isopropanol a 50% - 60 minutos	0	0	0
Acetona – 10 segundos	3	1	1
Acetato de etil butila – 10 segundos	3	1	0

*a superfície do revestimento não é fisicamente danificada, observando-se, porém, manchamento da madeira.

** a superfície do revestimento é fisicamente danificada observando forte manchamento.

[00271]Novamente, os resultados demonstraram que, o ESO do Exemplo 5 aumenta significativamente a resistência química e resistência ao manchamento de um revestimento de madeira. O efeito é mais particularmente óbvio, na resistência ao manchamento contra solução de amônia para a qual o manchamento da madeira fica significativamente reduzido.

[00272]Este exemplo de teste apresenta a possibilidade de uso do ESO como reticulador externo em látex acrílicos ou também como um agente anti-mancha para revestimentos de madeira.

EXEMPLOS 24-26 – SOLUBILIZAÇÃO DO ESO DO EXEMPLO 6 EM ÁGUA SOB CONDIÇÕES ÁCIDAS, TENDO PÓS METÁLICOS AÍ DISPERSOS E TESTE DO MESMO

Exemplo 24 – Preparação da pré-solubilização do ESO do Exemplo 6 em água.

[00273]Este exemplo descreve a pré-solubilização do ESO do Exemplo 6 em água para emprego posterior para a dispersão de um pó metálico no mesmo. O

exemplo 24 foi preparado pelo método a seguir. Os seguintes ingredientes foram adicionados sob agitação contínua num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles: 10,0% em peso do ESO do Exemplo 6, 5,0% em peso de Dowanol DPM, 30,0% em peso de uma solução a 45/l de ácido bórico em água desmineralizada e 5,0% em peso de água desmineralizada. A solução foi misturada por 7 dias até ser obtida uma solução límpida.

Exemplo 25 – Preparação de uma Dispersão Metálica

[00274]O Exemplo 25 ilustra a dispersão dos pós metálicos na solução do Exemplo 24. Neste exemplo, liga em pasta de zinco-alumínio, disponível de Eckart, foi usada no lugar de flocos de liga zinco-alumínio comum e flocos de zinco misturados juntos.

[00275]O Exemplo 25 foi preparado pelo método a seguir: sob contínua agitação, 2,2% em peso de tensoativo livre de APEO (HLB 13-Berol^(R) 48), 1,9% em peso de tensoativo livre de APEO (HLB 9-Lauroxal 3) e 0,5% em peso de Y-15702 (desespumante de siloxano disponível de GE Silicones) foram adicionados para a solução obtida no Exemplo 24 e misturados por dez minutos. A seguir sob contínua agitação, 35,0% em peso de pasta de liga zinco-alumínio (pasta STAPA ZnAl 7 disponível de Eckart Alemanha) e 5,0% em peso de pó de flocos de zinco (flocos de zinco GTT disponível de Eckart Alemanha) foram adicionados para a mistura. Durante a introdução, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 1 hora a 900 rpm. Após a dispersão, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi adicionado para a dispersão e agitado por 10 minutos a 500 rpm. Finalmente, 5,5% em peso de uma solução HEC a 2% em água foi adicionado para a dispersão e misturado por 10 minutos a 500 rpm. A dispersão final tinha uma viscosidade de 32 segundos a número da cuba DIN 4 e pH 6,9.

[00276]A dispersão resultante foi então armazenada pelo tempo apropriado (por exemplo, 2 dias, 7 dias e três meses) antes da adição de 2,9% em peso de

Silquest^(R) A-187 adicional. O produto era estável à armazenagem não se observando nenhuma evolução de hidrogênio, indicando boa proteção das partículas metálica por um silano da presente invenção.

Exemplo 26 – Aplicação de um revestimento fino do Exemplo 25 num Painel de Teste CRS

[00277]O Exemplo 26 descreve a aplicação do Exemplo 25 num painel de teste CRS e os resultados do teste do mesmo. Uma camada fina uniforme do Exemplo 25 foi depositada num painel de teste usando uma pistola de pulverização. O revestimento foi ajustado para cerca de 20 a 25 g/m² de revestimento curado. Este ajuste foi calculado após o cozimento da placa. A placa de teste foi cozida de acordo com o ciclo de cura supracitado. O painel curado foi então testado de acordo com diferentes procedimentos descritos acima no Exemplo 4. Os resultados para o Exemplo 26 são dados abaixo.

Exemplo 26: Resultados do Exemplo 25 num painel de teste CRS após 1 dia de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Aparição da ferrugem vermelha NSS ao arranhar	552 horas
Aparição de ferrugem vermelha NSS na superfície	650 horas

[00278]A resistência ao desgaste adquirida por uma combinação do ESO do Exemplo 6 com adição de co-solvente e solubilização em condições ácidas foi cerca de 650 horas de proteção num painel de teste CRS após 1 dia de envelhecimento por 30 g/m² de revestimento depositado no painel de teste antes que mais de 5% da raspagem fosse coberta pela ferrugem vermelha. Além disso, durante o teste, observou-se que, a ferrugem branca não apareceu até depois de 552 horas de exposição por pulverização de sal, e a ferrugem vermelha não apareceu sobre a superfície do painel até depois de 650 horas de exposição, até que

raspagem fosse coberta por 5% de ferrugem vermelha após 650 horas de exposição.

[00279]Esses resultados ilustram o impacto dramático que a escolha da carga e formulação podem ter na resistência ao desgaste de um revestimento protetor transportado em água. Nesta área, a liga de Zinco-alumínio tende a oferecer uma proteção ao desgaste muito melhor.

EXEMPLO 27-29; SOLUBILIZAÇÃO DO ESO DO EXEMPLO 6 EM ÁGUA SOB CONDIÇÕES ACIDAS, DISPERSANDO AÍ PÓS METÁLICOS E TESTE DO MESMO

Exemplo 27 – Solubilização do ESO do Exemplo 6

[00280]Este exemplo descreve a pré-solubilização do ESO do exemplo 6 em água sob condições ácidas seguido por neutralização. O ESO pré-solubilizado será usado depois para a dispersão direta dos pós metálicos. Neste exemplo, foi usado uma pasta das ligas de zinco- alumino disponíveis de Eckaart.

[00281]O Exemplo 27 foi preparado pelo método a seguir. Os ingredientes a seguir foram adicionados sob agitação contínua num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lâmina de Cowles: 10,2% em peso do ESO do Exemplo 6, 5,1% em peso de dipropileno glicol e 10,0% em peso de uma solução de 45 l de ácido bórico em água desmineralizada. A mistura resultante foi então misturada por 2 horas até ser obtida uma solução límpida. O pH foi então ajustado para cerca de 6,5 com 3,4% em peso de uma solução de 1 litro de soda cáustica em água desmineralizada. A solução foi armazenada em condições neutras por 18 horas antes do uso.

Exemplo 28: Dispersão de Pó Metálico na Solução do exemplo 27

[00282]O Exemplo 28 ilustra a dispersão do pó metálico na solução obtida no Exemplo 27. O Exemplo 28 foi preparado pelo método a seguir: sob continua agitação, 2,2% em peso de tensoativo livre de APEO (HLB 13-Berol(5) 48), 1,9% em peso de tensoativo isento de APEO (HLB 9-Lauroxal 3) e 0,5% em peso de

desespumante de siloxano (Y-15702 disponível de GE Silicones) foram adicionados à solução obtida no Exemplo 27 e misturado por 10 minutos. A seguir sob contínua agitação, 39,0% em peso de uma pasta de liga de zinco-alumínio a 90% em álcool mineral pasta STAPA 4 ZnAl 7 disponível de Eckart Alemanha) seguido por 5,0% em peso de um pó de flocos de zinco a 90% em pasta de dipropileno glicol (STAPA DG GTT disponível de Eckart Germany) foi adicionado para a mistura. Durante introdução dos pós metálicos, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 1 hora a 900 rpm, 0,4% em peso de Aerosol^(R) OT 75 foi então adicionado dispersão e misturado por 10 minutos a 500 rpm. Finalmente, 12,3% em peso de água e 5,0% em peso de uma solução HEC a 2% em água foi adicionado para a dispersão e agitado por 10 minutos a 500 rpm. A dispersão final tinha uma viscosidade de 29 segundos a número 4 do método DIN e pH 6,8. Após 20 dias, uma evolução muito leve de hidrogênio foi observada.

Exemplo 29 – Aplicação e Teste da Dispersão do Exemplo 28

[00283]A aplicação e condições de teste usados neste exemplo são iguais as descritas para o Exemplo 4 acima. Os resultados para o Exemplo 29 são dados abaixo.

Exemplo 29: Resultados após 1 dia de envelhecimento

Aderência	0 – Nenhuma perda da aderência
Resistência à pulverização	Excelente
Aparição de ferrugem vermelha NSS ao arranhar	384 horas
Aparição de ferrugem vermelha NSS superficial	>720 horas

[00284]A resistência ao desgaste adquirida por uma combinação do ESO do Exemplo 6 com adição de co-solvente e solubilização em condições ácidas antes da neutralização para condições próximas da neutra foi cerca de 720 horas de

proteção num painel de teste CRS após 1 dia de envelhecimento para 30 g/m² de revestimento depositado no painel de teste. Durante o teste, observou-se que, a ferrugem branca não apareceu na parte raspada antes de 384 horas de exposição à pulverização com sal; a ferrugem vermelha não apareceu na superfície do painel antes de 720 horas de exposição e a parte raspada foi coberta por 5% de ferrugem vermelha apenas depois de 552 horas de exposição.

[00285]Este exemplo ilustra a solubilização de um ESO da presente invenção em condições ácidas e a neutralização da solução antes da dispersão das cargas metálicas, estabilizando assim, as cargas metálicas com maior sensibilidade a condições de pH.

EXEMPLOS 30-32; PREPARAÇÃO DE UMA PRIMEIRA DEMÃO COMERCIAL TRANSPORTADA EM ÁGUA COM USO DO ESO DO EXEMPLO 6, APLICAÇÃO E TESTE DA MESMA

Exemplo 30 – Pré-solubilização do ESO do Exemplo 6

[00286]O Exemplo 30 ilustra a pré-solubilização do ESO do Exemplo 6 em água em combinação com uma solução de ácido bórico e dipropileno glicol. O ESO pré-solubilizado deve ser usado depois na dispersão direta do pó de zinco. O Exemplo 30 foi preparado pelo método a seguir. Os ingredientes a seguir foram adicionados sob agitação contínua num béquer metálico equipado com agitação mecânica e uma lamina de Cowles: 3,3% em peso do ESO do Exemplo 6 e 1,65% em peso de dipropileno glicol. 1,65% em peso de uma solução 0,1% de solução de ácido ortofosfórico em água foi a seguir adicionada para a mistura resultante e misturada até aparecer uma solução límpida. Sob agitação contínua, adicionou-se 4,4% em peso de uma solução 45 g/l de ácido bórico em água desmineralizada para a solução límpida e esta foi misturada por 16 horas até ser obtida uma solução límpida. Após dissolução com ácido do ESO o pH da solução límpida foi ajustado para cerca de 6,0 com 2,2% em peso de uma solução 1 g/l de soda cáustica em água.

Exemplo 31: Dispersão de Pó Metálico na Solução do Exemplo 30

[00287]O Exemplo 31 ilustra a dispersão de pó metálico para a solução obtida no Exemplo 30. O exemplo 31 foi preparado pelo seguinte método: sob agitação contínua, 0,48% em peso de tensoativo livre de APEO (HLB 13-Berol(5) 48), 0,44% em peso de tensoativo isento de APEO (HLB 9-Lauroxal 3) e 0,22% em peso de desespumante de siloxano (Y-15702 disponível de GE Silicones) foram adicionados para a solução obtida no Exemplo 30 e misturado por 10 minutos. A seguir sob contínua agitação, a carga metálica foi adicionada: 80,8% em peso de pó de zinco (partículas de pó de zinco DP disponível de Umicore). Durante a introdução da carga metálica, a velocidade do agitador foi progressivamente aumentada de modo a manter torque de dispersão apropriado. A dispersão foi mantida por 1 hora a 1000 rpm. 7,0% em peso de uma dispersão epóxi (New Gen DPW 6870, disponível de Hexxion) foi então adicionada para a dispersão e agitada por 10 minutos a 500 rpm. Finalmente, 0,06% em peso de Aerosil^(R) R972 (disponível de Degussa Huls) foi adicionado por 10 minutos a 500 rpm. A dispersão final tinha uma viscosidade de 90 segundos a número de cuba DIn 4 e pH 6,9. Esta dispersão deve ser usada depois como a parte A de uma dispersão epóxi em embalagem dupla de uma primeira demão comercial transportada em água.

[00288]A dispersão foi mantida na temperatura ambiente por mais de 4 meses sem qualquer sinal de desgaseificação de hidrogênio ou problemas de sedimentação.

Exemplo 32 – Preparação de uma primeira demão comercial transportada em água em embalagem dupla A + B

[00289]O Exemplo 32 descreve a preparação de uma primeira demão transportada em água em embalagem dupla usando a dispersão do Exemplo 31 (indicado como Parte A). O Exemplo 32 foi preparado pelo método a seguir: Partes A e B, descritas nas quantidades descritas na Tabela 14, foram misturadas junto

em um béquer metálico sob agitação branda por 20 minutos a 500 rpm. A mistura foi então ajustada para 18 segundos em número de cuba Dln 4 com água desmineralizada. Houve um aumento significativo na viscosidade da primeira demão transportada em água após 24 horas. As características da primeira demão comercial transportada em água do Exemplo 32 estão descritas abaixo na Tabela 15.

Tabela 14

Ingredientes	Quantidade
Parte A	
Exemplo 1	100 partes
Parte B	
New Gen DPW 6870 (catalisadores de amina disponíveis de Hexxion)	3,5 partes
Acelerador Epikure 3253 (disponível de Hexxion)	0,13 partes

Tabela 15: Características da Primeira Demão Comercial transportada em água do Exemplo 32

	Parte A	Parte B	Parte A + B
Teor de VOC (g/l)	80	35	81
Teor seco (%)	88,5	54	87,3
Teor de zinco (%)	80,8	0	77
Teor do polímero orgânico (%)	4,6	54,6	6,3

EXEMPLOS 33-37 – APLICAÇÃO DE UMA PRIMEIRA DEMÃO TRANSPORTADA EM ÁGUA DO EXEMPLO 32 EM PAINÉIS CRS

[00290]Exemplo 33-37 ilustra a aplicação de uma primeira demão comercial transportada em água do Exemplo 32 em painéis CRS e cura dos painéis sob diferentes condições de cura. Os Exemplos 33-35 foram preparados por pulverização de uma camada uniforme com uma espessura de cerca de 17 a cerca de 20 μm , da primeira demão comercial transportada em água do Exemplo 32 em

painéis CRS e cura dos painéis a temperatura ambiente por 24 horas. Exemplos 36-37 foram preparados por pulverização de uma camada uniforme com uma espessura de cerca de 25 a cerca de 27 da primeira demão comercial transportada em água do Exemplo 32 em painéis CRS e cura dos painéis por secagem ao ar a 70°C num forno por 5 minutos e a seguir removendo os painéis do forno e completando a cura a temperatura ambiente por 24 horas. As características físicas e condições de cura dos Exemplos 33-37 estão esboçados na Tabela 16 abaixo.

[00291] Uma vez curados os painéis dos Exemplos 33-37 foram testados para as seguintes características: seco ao toque, tempo para não marcar mediante contato; sem pegajosidade, tempo para não marcar durante manuseio; secagem, tempo para o revestimento ter resistência à raspagem e esfregação; Aderência, teste de aderência ao corte transversal, resistência ao impacto; impacto inverso – uma bola caindo de 2 kg – 100 cm; resistência à água (drenagem), tempo para resistência à água de drenagem. Resistência à água (imersão), tempo para resistência à imersão em água por 24 horas; resistência à esfregação MEK; resistência à raspagem após 24 horas de armazenagem a temperatura ambiente, teste de resistência à pulverização com sal; propagação do desgaste ao deslizamento; e aparição da ferrugem vermelha ao a raspagem. Os resultados do teste precedente dos Exemplos 33-37 estão ilustrados na Tabela 17 e discutidos a seguir.

Tabela 16 – Características Físicas e Condições de cura dos Exemplos 33-37

	Exemplo 33	Exemplo 34	Exemplo 35	Exemplo 36	Exemplo 37
Deposição (g/m ²)	14,3	14,9	18,5	11,3	11,5
Espessura	17	17	20	25	27

(μm)					
Condições de cura	Ambiente	Ambiente	Ambiente	Seco ao ar a 70°C por 5 minutos e a seguir temperatura ambiente	Seco ao ar a 70°C por 5 minutos e a seguir temperatura ambiente

Tabela 17 – Resultados do Teste

		Exemplo 33	Exemplo 34	Exemplo 35	Exemplo 36	Exemplo 37
Testes de Revestimento	Isento de pó (minutos)	10	10	10	10	10
	Isento de grude (minutos)	90	90	100	35	35
	Secagem (70°C – 5 minutos)	30	30	30	40	40
	Resistência à esfregação MEK	>30	>30	>60	>50	>50
	Aderência no painel CRS1	5A	5A	5A	5A	5A
	Escoamento resistente à água (horas)	1	1	1	1	1
	Imersão resistente à água (horas)	20	20	20	12	12
	Resistência	2 Kg-50	2 Kg-50	2 Kg-50	2 Kg-50	2 Kg-50

	ao impacto inverso	cm	cm	cm	cm	cm
Teste de desgaste	Pulverização com sal	NSS	NSS	NSS	NSS	NSS
	Aparição de ferrugem vermelha à raspagem	48	48	-	48	48
	Deslizamento >2 mm	216	216	-	552	552

[00292] Os resultados mostram que, a primeira demão comercial transportada em água supra, seca rapidamente e propicia boa aderência no metal. Os resultados também demonstram, que, a primeira demão comercial transportada em água supracitada é um revestimento de secagem rápida com boa aderência no metal. As resistências à água atingiram bons níveis após tempos de secagem muito curtos a temperatura ambiente. A resistência química também se apresentou muito boa. Testes de aderência e resistência mecânica mostram que, a primeira demão comercial transportada em água apresentou manuseio mecânico fácil e rápido sem degradação dos revestimentos. Os resultados também mostram que, a primeira demão comercial transportada em água usando um oligômero de epóxi silano como agente de dispersão e estabilização para um pó de zinco propiciou excelente proteção ao desgaste contra propagação da ferrugem no deslizamento. A estabilidade em prateleira da primeira demão, parte A, comercial transportada em água foi excelente e foi além de 4 meses.

EXEMPLOS 38-47

Exemplos 38-41: Aplicação da primeira demão comercial transportada em água em painéis CRS

[00293]Exemplos 48-41 descrevem a aplicação da primeira demão comercial transportada em água do Exemplo 32 em painéis CRS. Os Exemplos 48-39 e 40-41 foram preparados de acordo com os métodos descritos supra nos Exemplos 33-34 e 36-37, respectivamente. As características físicas dos revestimentos estão descritas na Tabela 17 abaixo.

Tabela 17: Características físicas e Condições de Cura dos Exemplos 38-41

	Exemplo 38	Exemplo 39	Exemplo 40	Exemplo 41
Deposição (g/m ²)	18,5	14,1	12,0	11,6
Espessura (μ)	20	17	27	24
Condições de cura	Ambiente	Ambiente	Seco ao ar a 70°C por 5 minutos e a seguir tempe- ratura ambien- te	Seco ao ar a 70°C por 5 mi- nutos e a seguir temperatura ambiente

Exemplos 42-47 – Aplicação do revestimento básico transportado em solvente

[00294]Exemplos 42-45 foram preparados por pulverização de um revestimento básico transportado em solvente nos painéis revestidos com primeira demão dos Exemplos 38-41, respectivamente. Exemplos 46-47 foram preparados com um controle, por pulverização do revestimento basco transportado em solvente diretamente sobre um painel CRS sem uma primeira demão. O revestimento básico transportado em solvente é um produto comercialmente disponível da Sigma Kalon.

[00295]Exemplos 42-45 foram preparados por pulverização de uma camada uniforme, com uma espessura de cerca de 73 a cerca de 95 μm, seca do reves-

timento transportado em solvente dos painéis revestidos com primeira demão dos Exemplos 38-41, respectivamente. Exemplos 46-47 foram preparados por pulverização de uma camada uniforme, com uma espessura de cerca de 81 a cerca de 116, do revestimento transportado em solvente dos painéis CRS sem qualquer primeira demão. Cada um dos Exemplos 42-47 foram curados por 7 dias em condições ambientes. As características físicas e condições de cura dos Exemplos 42-47 estão esboçados na Tabela 19 abaixo:

[00296]Após a cura, os testes descritos supra nos Exemplos 33-37 foram realizados em cada um dos painéis dos Exemplos 42-47 que estão ilustrados na Tabela 20 abaixo.

Tabela 19: Características físicas e Condições de Cura dos Exemplos 42-47

	Exemplo 42	Exemplo 43	Exemplo 44	Exemplo 45	Exemplo 46	Exemplo 47
Painel revesti- do de primeira demão	Exemplo 38	Exemplo 39	Exemplo 40	Exemplo 41	-	-
Deposição (g/m ²)	3,05	2,19	2,35	2,35	2,83	3,55
Espessura do revestimento transportado em solvente (μ)	95	92	73	75	81	116
Espessura da primeira de- mão comercial e revestimento	115	109	100	99	81	116

transportado em solvente (μ)						
Condições de cura	Condições ambientes 7 dias	Condições ambientes 7 dias	Condições ambiente 7 dias	Condições ambientes 7 dias	Condições ambientes 7 dias	

Tabela 20: Resultados do Teste dos Exemplos 42-47

		Exemplo 42	Exemplo 43	Exemplo 44	Exemplo 45	Exemplo 46	Exemplo 47
Teste de desgaste	Pulverização com sal	NSS	NSS	NSS	NSS	NSS	NSS
	Aparição de Ferrugem vermelha à raspagem	48	48	48	48	48	48
	Deslizamento >2mm	522	552	960	960	288	288

[00297]A durabilidade da deposição de um revestimento transportado em solvente no topo de uma primeira demão comercial transportada em água da presente invenção prolongou significativamente a resistência ao desgaste dos painéis CRS. Além disso o teor de VOC ficou em torno de 80 g/l sem perda na eficiência de secagem ou cura.

[00298]Embora as modalidades exemplares tenham sido demonstradas e descritas, será entendido pelos versados na técnica, que várias modificações e substituições podem ser feitas a estas, sem se afastar do espírito e escopo da invenção. Portanto, deve ficar entendido que, a presente invenção foi descrita à guisa de ilustração e não de limitação.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produção de uma composição de revestimento flutuante **CARACTERIZADO** por compreender:

(i) pré-solubilizar pelo menos um oligômero epóxi silano em uma solução aquosa sob condições ácidas com um ou mais ingredientes selecionados do grupo consistindo em agente de ajuste de pH, co-solvente, tensoativo e silano monomérico, em que o oligômero epóxi silano é produzido por reação de glicidóxi silano tendo 2 ou 3 grupos alcóxi, selecionado do grupo consistindo em gama-glicidoxipropil trimetoxissilano, gama-glicidoxipropil trietoxissilano e gama-glicidoxipropil metildietoxissilano e, opcionalmente, um silano polialquilenóxido-funcional copolimerizável, com água em uma razão molar de água para monômero de silano de 0,1 a 1,5, na presença de um catalisador selecionado do grupo consistindo em resina de troca iônica, sal de alquilamônio, silano amônio funcional quaternário reagido com pelo menos um dente, cerâmica, sílica gel, sílica precipitada ou fumegada, alumina ou aluminossilicato, em que a água é continuamente introduzida durante a reação e em que o monômero residual é de 7,46 a 22,9% em peso e o oligômero epóxi silano tem uma baixa viscosidade de 7 a 86 mPa.sec; e,

(ii) dispersar um metal particulado em uma solução aquosa.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato da reação do silano ser realizada na presença de um solvente isento de álcool.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato da reação incluir a reação de 0,4 a 1,0 equivalentes de água.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato do solvente isento de álcool ser pelo menos um membro selecionado do grupo consistindo em acetona, tolueno, hidrocarboneto alifático, parafina, hidrocarboneto aromático, cetona e éster.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender adicionalmente a remoção contínua de subproduto alcoólico produzido durante a reação.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender ainda a neutralização da solução aquosa da etapa (i) a um pH inferior a 7,0 após a pré-solubilização de pelo menos um oligômero de epóxi silano.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do particulado metálico ser selecionado do grupo consistindo em alumínio, manganês, cádmio, níquel, estanho, magnésio, zinco, ligas destes metais, ferro-ligas e quaisquer combinações destes.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do metal particulado ser selecionado do grupo consistindo em pó de zinco, flocos de zinco, pó de alumínio, flocos de alumínio, pó de liga zinco-alumínio, flocos de liga de zinco-alumínio e quaisquer combinações destes.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do co-solvente ser pelo menos um membro do grupo consistindo em éter metílico de dipropileno glicol, éter monometílico de etileno glicol, éter monoetílico de etileno glicol, éter monopropílico de etileno glicol, éter monobutílico de etileno glicol, acetato de éter monometílico de etileno glicol, éter monohexílico de etileno glicol, éter mono-2-etilexílico de etileno glicol, éter monofenílico de etileno glicol, éter monometílico de dietileno glicol, éter monoetílico de dietileno glicol, éter monopropílico de dietileno glicol, éter monobutílico de dietileno glicol, butil carbitol, éter dimetílico de dipropileno glicol, butil glicol, butil diglicol, acetato de éter monobutílico de etileno glicol, acetato de éter monoetílico de dietileno glicol, acetato de éter monobutílico de dietileno glicol, acetato de n-propila, acetato de n-butila, acetato de isobutila, acetato de metoxipropila, acetato de butil cellosolve, acetato de butilcarbitol, acetato de éter n-butílico de propileno glicol, acetato de terc-butila, n-butanol, n-propanol, isopropanol e etanol.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do tensoativo ser selecionado do grupo consistindo em tensoativo alquil-fenol etoxilato, tensoativo catiônico, tensoativo aniônico, tensoativo não iônico, um tensoativo à base de poliéter siloxano e quaisquer combinações destes.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do agente de ajuste do pH ser pelo menos um membro selecionado do grupo consistindo em ácido bórico, ácido ortofosfórico, ácido acético, ácido ascórbico e ácido cítrico.

12. Composição flutuante, produzida pelo processo conforme definido na reivindicação 1, **CARACTERIZADA** por compreender:

(i) pelo menos um oligômero epóxi silano, em que o oligômero epóxi silano é produzido pela reação de glicidóxi silano, tendo 2 ou 3 grupos alcóxi, selecionado do grupo que consiste em gama-glicidoxipropil trimetoxissilano, gama-glicidoxipropil trietoxissilano e gama-glicidoxipropil metildietoxissilano e, opcionalmente, um silano polialquilenóxido-funcional copolimerizável, com água, em que a razão molar de água para monômero de silano é de 0,1 a 1,5, na presença de um catalisador selecionado do grupo que consiste em resina de troca iônica, sal de alquilamônio e silano amônio funcional quaternário reagido com pelo menos um dentre cerâmica, sílica gel, sílica precipitada ou fumegada, alumina ou aluminossilicato, em que a dita água é continuamente introduzida durante a reação e o subproduto alcoólico é continuamente removido durante a reação e em que o monômero residual é de 7,46 a 22,9% em peso e o oligômero epóxi silano tem uma baixa viscosidade de 7 a 86 mPa.sec;

(ii) pelo menos um metal particulado, selecionado do grupo que consiste em alumínio, manganês, cádmio, níquel, estanho, magnésio, zinco, ligas destes metais, ferro-ligas e quaisquer combinações destes; e

(iii) um ou mais ingredientes selecionados do grupo consistindo em um tensoativo, agente de ajuste do pH, co-solvente, silano organofuncional monomérico, aglutinante, reticulador e dispersão em pasta de pigmento.

13. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato do agente de ajuste de pH ser pelo menos um membro selecionado do grupo consistindo em ácido bórico, ácido ortofosfórico, ácido acético, ácido ascórbico e ácido cítrico; e do co-solvente ser pelo menos um membro do grupo consistindo em éter metílico de dipropileno glicol, éter monometílico de etileno glicol, éter monoetílico de etileno glicol, éter monopropílico de etileno glicol, éter monobutílico de etileno glicol, acetato de éter monometílico de etileno glicol, éter monohexílico de etileno glicol, éter mono-2-etilhexílico de etileno glicol, éter monofenílico de etileno glicol, éter monometílico de dietileno glicol, éter monoetílico de dietileno glicol, éter monopropílico de dietileno glicol, éter monobutílico de dietileno glicol, butil carbitol, éter dimetílico de dipropileno glicol, butil glicol, butildiglicol, acetato de éter monobutílico de etileno glicol, acetato de éter monoetílico de dietileno glicol, acetato de éter monobutílico de dietileno glicol, acetato de n-propila, acetato de n-butila, acetato de isobutila, acetato de metoxipropila, acetato de butil cellosolve, acetato de butilcarbitol, acetato de éter n-butílico de propileno glicol, acetato de terc-butila, n-butanol, n-propanol, isopropanol e etanol.

14. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato do tensoativo ser pelo menos um membro selecionado do grupo consistindo em tensoativo de alquil-fenol etoxilato, tensoativo catiônico, tensoativo aniônico, tensoativo não iônico, um tensoativo à base de poliéter siloxano e quaisquer combinações destes, tendo um valor de equilíbrio hidrofílico-lipofílico de 5 a 15.

15. Composição, de acordo com a reivindicação 12 **CARACTERIZADA** pelo fato do aglutinante ser selecionado do grupo consistindo em silicatos, etil silicatos, soluções de nanopartículas de sílica, resinas de silicone, resinas esta-

bilizadas não-iônicas, emulsões aniônicas estabilizadas e emulsões catiônicas estabilizadas.

16. Composição, de acordo com a reivindicação 15, **CARACTERIZADA** pelo fato do aglutinante ser selecionado do grupo consistindo em silicatos, etil silicatos, soluções de nanopartículas de sílica e resinas de silicone.

17. Composição, de acordo com a reivindicação 15, **CARACTERIZADA** pelo fato do aglutinante ser selecionado do grupo consistindo em resinas não iônicas estabilizadas, emulsões aniônicas estabilizadas e emulsões catiônicas estabilizadas.

18. Composição, de acordo com a reivindicação 15, **CARACTERIZADA** pelo fato do aglutinante ser selecionado do grupo consistindo em resinas vinílicas, poli cloreto de vinila, copolímeros de cloreto de vinila, copolímeros de acetato de vinila, copolímeros de acetatos de vinila, copolímeros acrílicos, copolímeros estireno-butadieno, acrilato, copolímero de acrilato, poliacrilato, copolímeros de estireno acrilato, resinas fenólicas, resinas melamina, resinas epóxi, resinas de poliuretano, resinas alquídicas, resinas polivinil butiral, poliamidas, resinas poli-amidoaminas, éteres polivinílicos, polibutadienos, resinas de poliéster, resinas de organo-silicone, resinas organopolissiloxano, resinas nitrocelulósicas, carboximetil celulose, ésteres de celulose de ácidos orgânicos, éteres de celulose, borrachas naturais modificadas, gomas naturais, uma solução desses polímeros e copolímeros, e quaisquer combinações destes.

19. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato do reticulador ser selecionado do grupo consistindo em isocianatos, agentes de cura epóxi, agentes amino, agentes aminoamido, adutos epóxi amino, carbodiimidas, anidridos melaminas, anidridos policarboxílicos, resinas de ácido carboxílico, aziridinas, titanatos, titanatos organofuncionais e silanos organofuncionais monoméricos.

20. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato da dispersão em pasta de pigmento ser selecionada do grupo consistindo em dispersões de pigmento orgânico e dispersões de pigmento inorgânico.

21. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** por pelo menos um oligômero de epóxi silano estar presente na faixa de 0,05 a 40% em peso da composição; o metal particulado estar presente em uma quantidade de 0,1 a 80% em peso da composição; e água estar presente em uma quantidade de 5 a 99% em peso.

22. Composição curada **CARACTERIZADA** por ser conforme definida na reivindicação 12.

23. Adesivo, agente de vedação ou composição de revestimento **CARACTERIZADOS** por compreender a composição flutuante conforme definida na reivindicação 12.

24. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato do monômero epóxi silano compreender ainda o silano copolimerizável, polialquilenoxidotrimetóxisilano.

25. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato do metal particulado estar numa forma de pó ou de dispersão em pasta.

26. Composição, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADA** pelo fato do pigmento anti-corrosão ser selecionado do grupo consistindo em cromato de zinco, cromato de potássio e zinco, fosfatos de zinco, trifosfatos de alumínio, fosfatos de cálcio magnésio, fosfatos de bário, fosfatos de alumínio-zinco, molibdatos, wolframatos, zirconatos, vanadatos, sais de zinco de ácido 5-nitroftálico e fosfeto de ferro.

27. Composição de revestimento **CARACTERIZADA** por compreender a composição conforme definida na reivindicação 12.

28. Composição de revestimento curada **CARACTERIZADA** por ser conforme definida na reivindicação 27.

FIG. 1

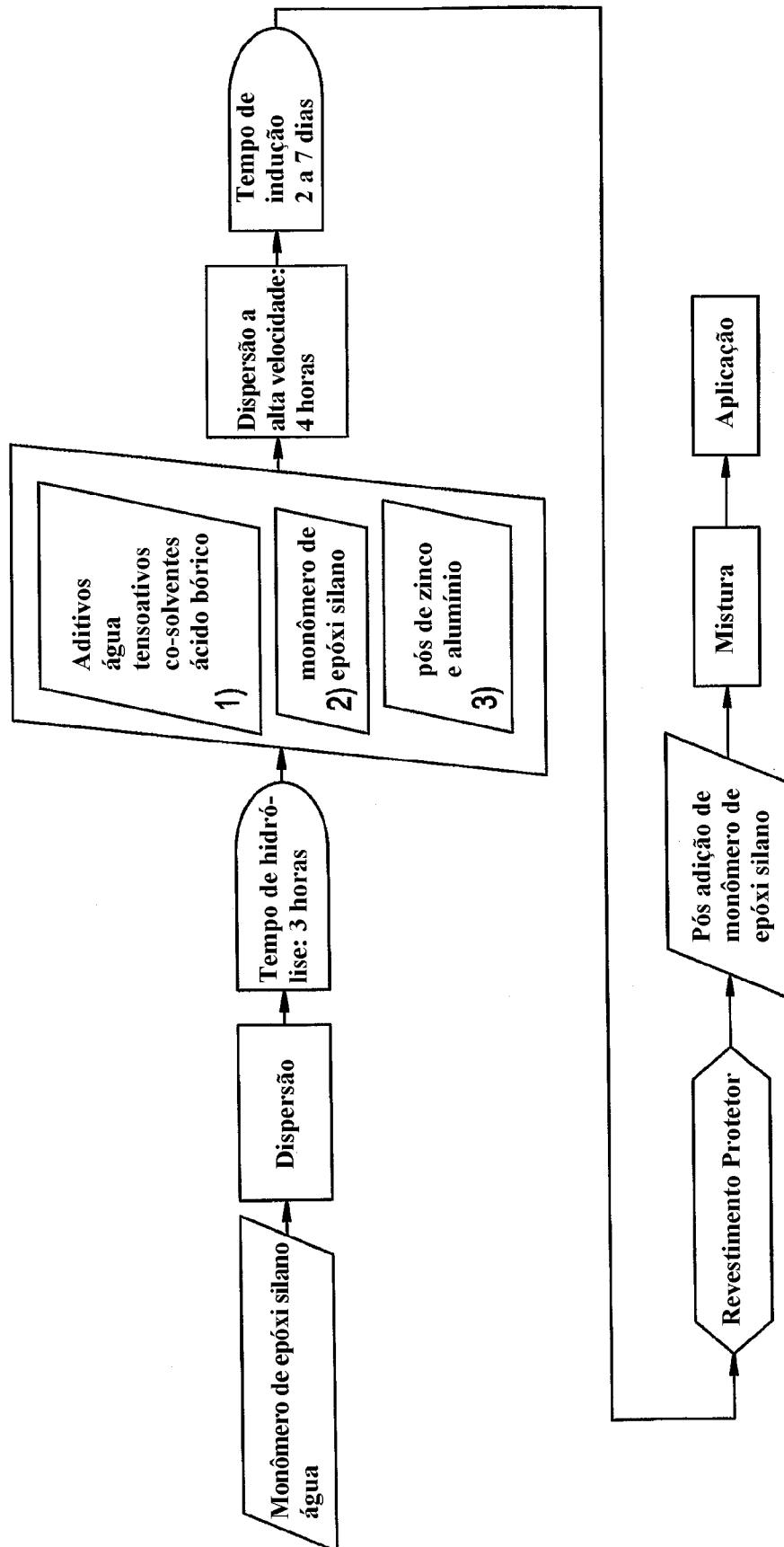


FIG. 2

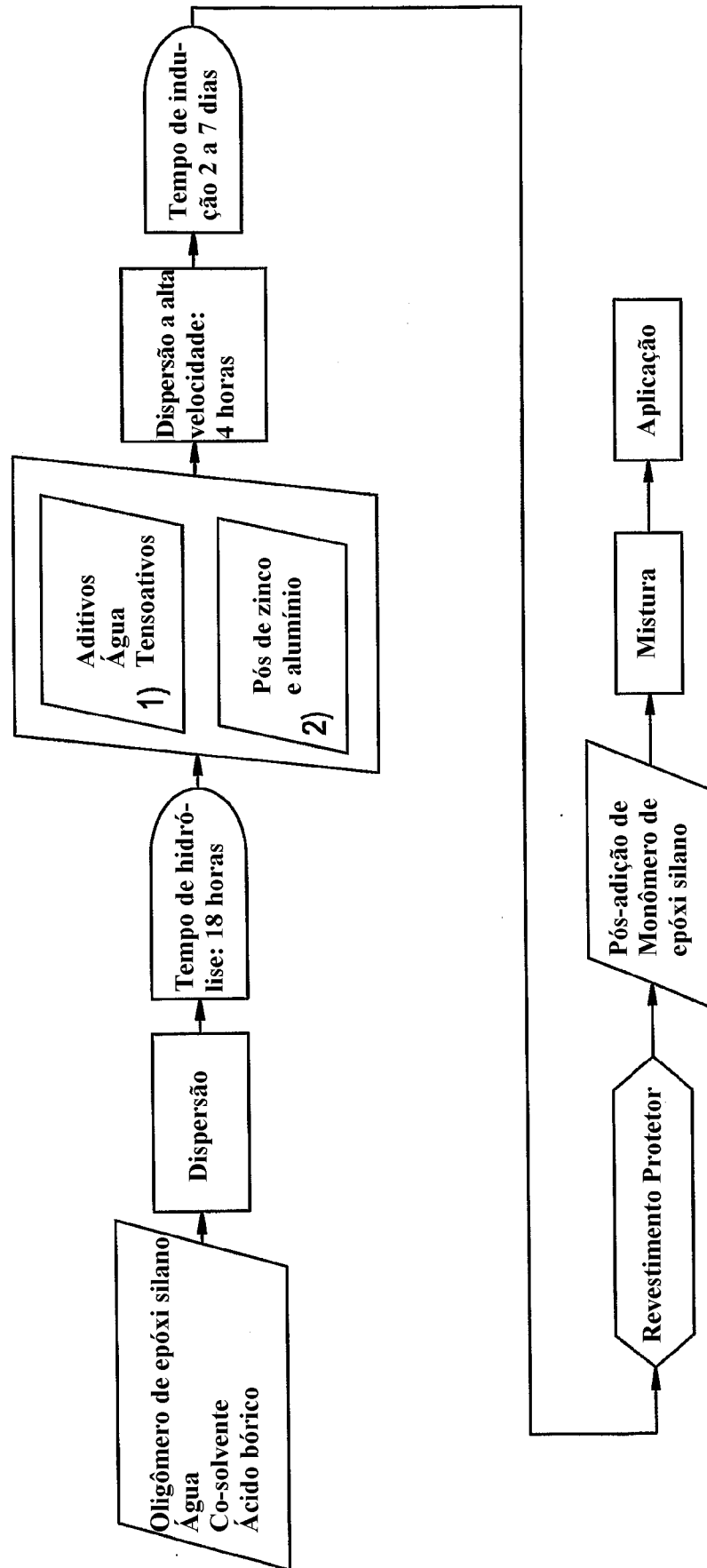


FIG. 3

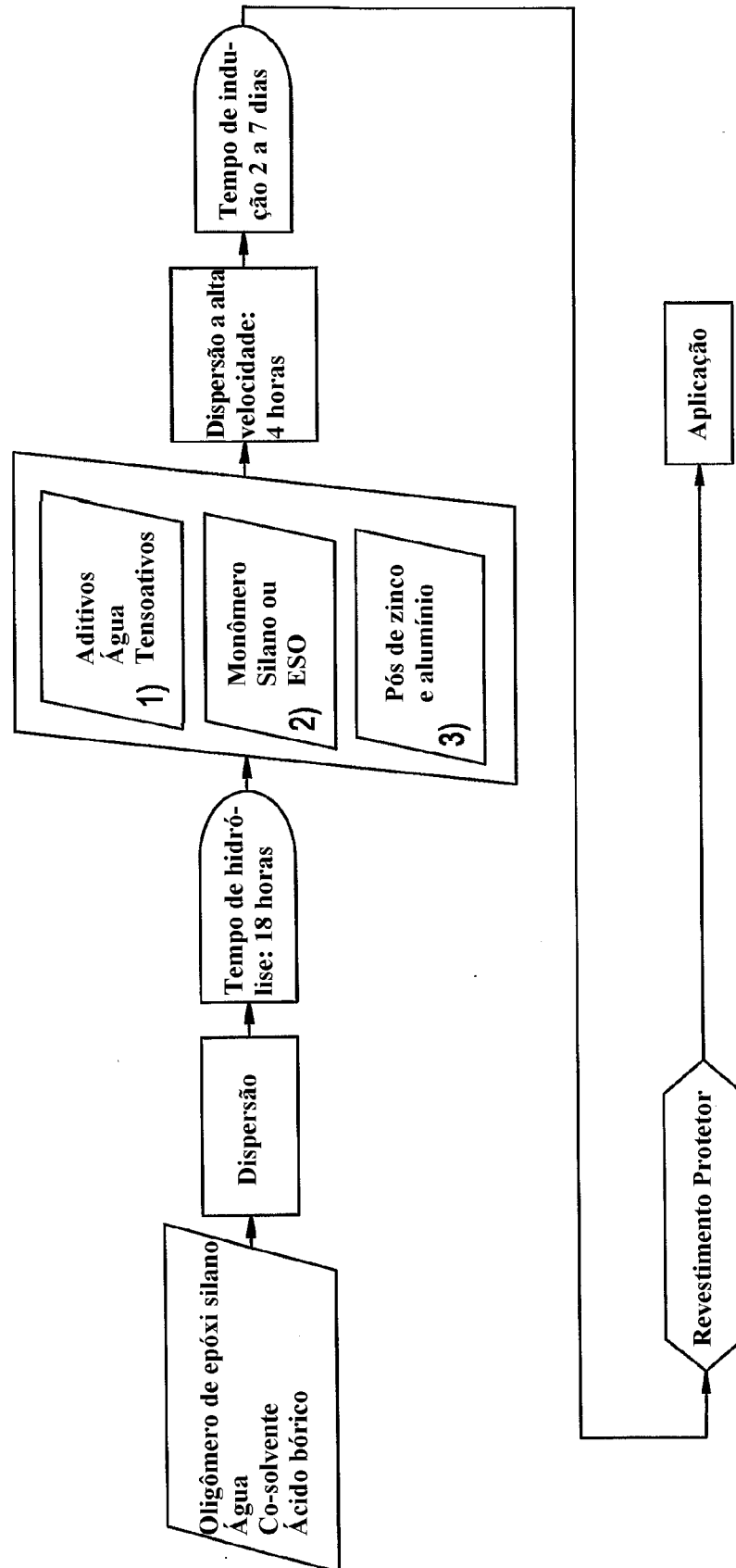


FIG. 4

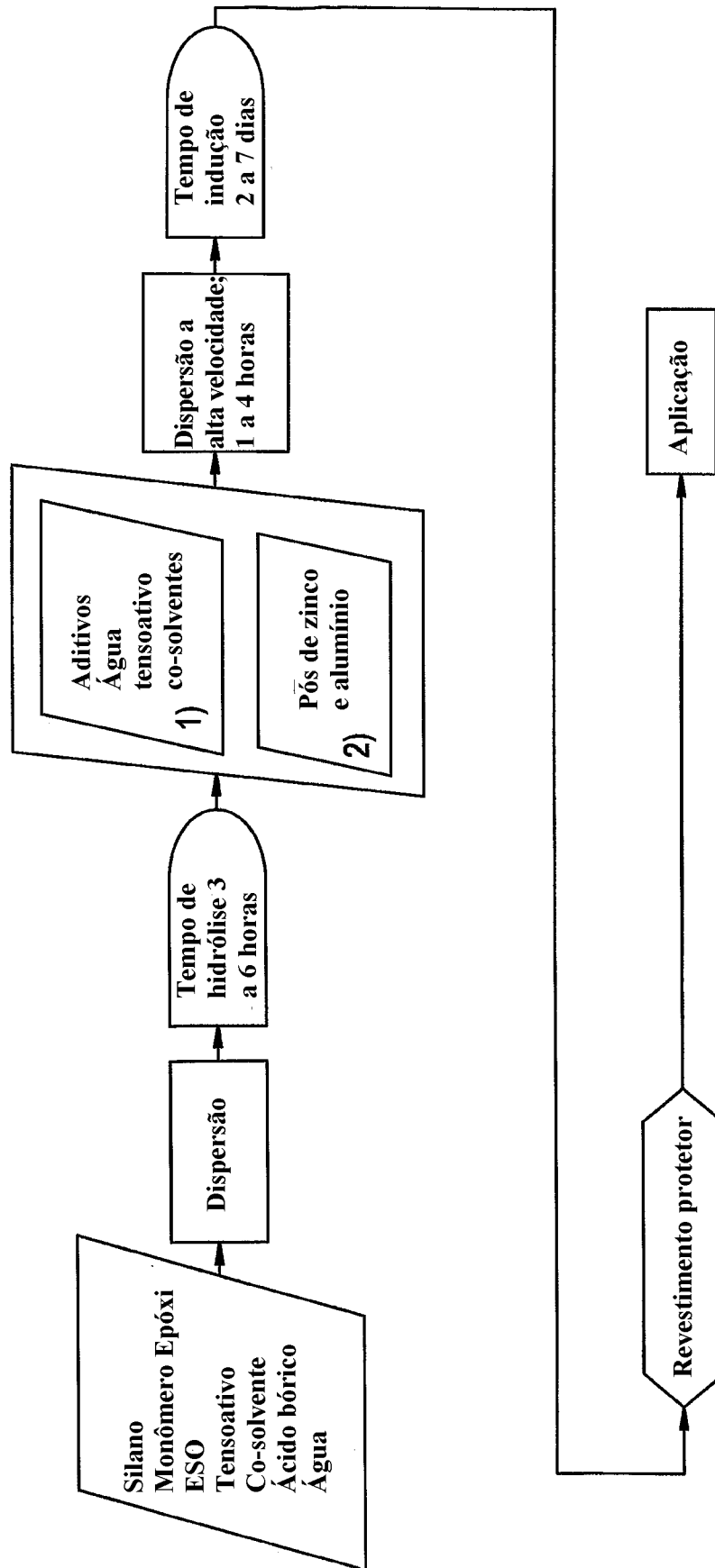


FIG. 5

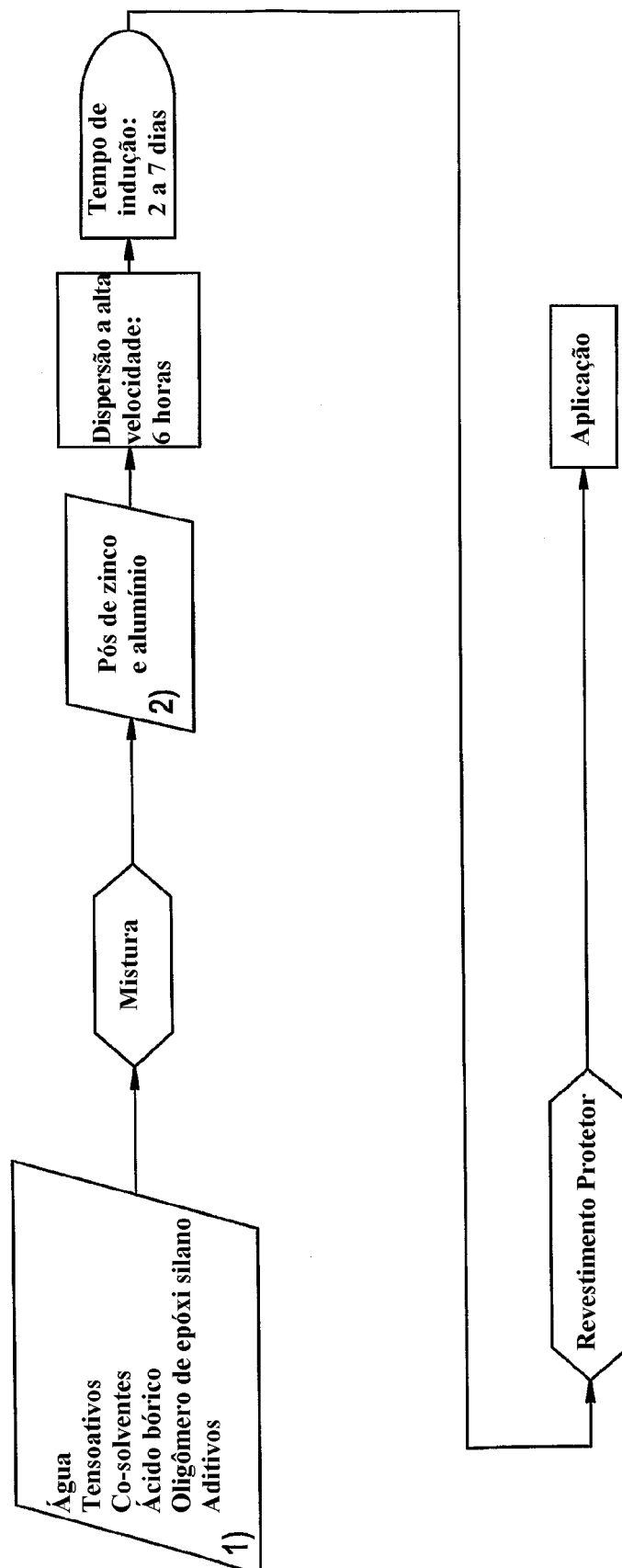


FIG. 6

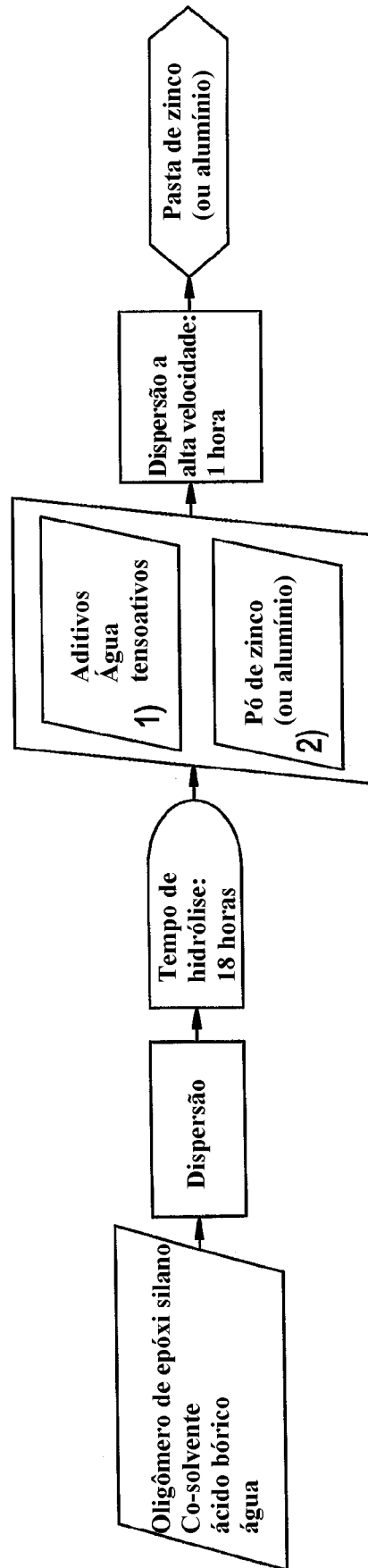


FIG. 7

