



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 295 936**

51 Int. Cl.:

C09D 5/03 (2006.01)

C09D 163/00 (2006.01)

C08G 59/64 (2006.01)

C09D 5/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04788592 .6**

86 Fecha de presentación : **03.09.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1660595**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **31.05.2006**

54 Título: **Composición de revestimiento en polvo epóxido que contiene alcanolamina endurecible.**

30 Prioridad: **05.09.2003 US 500415 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

73 Titular/es:
E.I. DUPONT DE NEMOURS AND COMPANY
1007 Market Street
Wilmington, Delaware 19898, US

72 Inventor/es: **Edmondson, Stephen, J. y**
Marx, Edward, J.

74 Agente: **Torner Lasalle, Elisabet**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de revestimiento en polvo epóxido que contiene alcanolamina endurecible.

5 **Campo de la invención**

La presente invención va dirigida a una composición de revestimiento en polvo epóxido endurecible que contiene alcanolamina, destinada a usar tanto en aplicaciones funcionales como decorativas. En particular, está invención va dirigida a una composición de revestimiento en polvo epóxido endurecible que presenta una adhesión mejorada a un sustrato bajo condiciones de calor y humedad. Esta invención también se refiere a un revestimiento en polvo que tiene una resistencia mejorada a la desunión, de modo que se mejora la adhesión, de la composición de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina de la presente invención, al sustrato.

Antecedentes de la invención

Debido a sus propiedades físicas y químicas, tales como alta resistencia a los ataques químicos y buena adhesión a varios sustratos, las resinas epóxido son útiles en la preparación de revestimientos en polvo. Convencionalmente, un sistema aglutinante de revestimiento en polvo epóxido se prepara mezclando una resina epóxido con un co-reactivo, tal como un compuesto que contenga uno o más grupos hidroxilos fenólicos reactivos, uno o más grupos amino reactivos que sean capaces de reaccionar con los grupos epóxido para formar un revestimiento duro, infusible. Luego este sistema aglutinante de revestimiento en polvo epóxido se puede combinar con otros aditivos tales como, agentes endurecedores adicionales, pigmentos, agentes controladores de fluidez, etc., para formar una composición de revestimiento en polvo epóxido adecuada para revestir sustratos metálicos.

Generalmente, la adhesión de composiciones de revestimiento en polvo epóxido al sustrato es adecuada. Sin embargo, la adhesión de las composiciones de revestimiento en polvo epóxido a los sustratos metálicos disponibles actualmente bajo condiciones de calor y humedad continua siendo un problema. Esto es especialmente cierto en las composiciones de revestimiento en polvo epóxido disponibles actualmente para revestir barras de armadura y el interior y exterior de tubos.

La patente U.S. núm. 4.678.712 de Elliot y la patente U.S. núm. 4.330.644 de Allen describen varias composiciones de revestimiento en polvo epóxido, para barras de armadura y tubos, que tienen una resina epóxido pre-reaccionada con una hidroxilamina para formar un aducto de epoxiamina antes de añadir a la premezcla de polvo. Sin embargo, tales revestimientos de polvo todavía padecen de una resistencia pobre a la humedad.

Los revestimientos en polvo epóxido también se han usado en el pasado para tuberías de petróleo y de gas a fin de impedir la corrosión, así como, facilitar la protección catódica de la tubería. La protección catódica es otro medio de impedir la corrosión de los materiales metálicos que contienen hierro, tales como el acero en condiciones húmedas conteniendo electrolitos, es decir, salmuera y soluciones salinas. En general, la protección catódica impide la disolución del material metálico que contiene hierro manteniendo el material como un cátodo e inhibiendo la ionización del hierro contenido en aquél. El material metálico que contiene hierro, sin embargo, no se usa generalmente por sí mismo para proporcionar una protección catódica ya que, cuando la parte de hierro tiene un área grande, el consumo de polvo y un ánodo protector fungible aumenta. En su lugar, la protección catódica se efectúa generalmente mediante aplicación de un revestimiento orgánico y/o un forro al material metálico que contiene hierro. Mediante este enfoque, la mayoría del material metálico que contiene hierro queda protegido de la corrosión, y cualquier corrosión que pueda producirse como resultado de partes defectuosas que tenga lugar en el revestimiento orgánico y/o forro, tales como rasguños y/o picaduras, puede evitarse suplementariamente mediante protección catódica.

Desafortunadamente, es extremadamente difícil el predecir el tamaño exacto del área superficial de riesgo, y por lo tanto se termina aplicando cantidades excesivas de polvo y protección catódica al material metálico que contiene hierro. Cuando se aplica un exceso de protección catódica, sin embargo, hay una polarización excesiva, lo cual produce iones hidroxilo a ser generados por vía de hidrólisis de agua en el cátodo. Como resultado, el metal expuesto de las partes rasgadas del revestimiento orgánico termina funcionando como un cátodo, y el revestimiento orgánico queda por tanto siempre expuesto a un ambiente alcalino. Finalmente, esas condiciones hacen que los puntos de adherencia del revestimiento orgánico y/o forro se degraden en la interfaz entre el material metálico y el revestimiento orgánico, así como, entre los revestimientos orgánicos, particularmente en los puntos donde la resistencia a los álcalis es más débil. Como resultado, se produce la desunión del revestimiento orgánico.

Como un medio para limitar tales desuniones catódicas, la publicación de patente japonesa (no examinada) (Kokai) núm. 59-222275 propone el uso de un método de tratamiento con cromo, o un revestimiento de imprimación rico en zinc de una resina epóxido termofijable específica, y la publicación de patente japonesa no examinada (Kokai) núm. 55-142063 propone el uso de una composición consistente en una resina butiral polivinilo, una resina epóxido líquida, un compuesto de borato, un agente de acoplamiento silano epoxi y ácido fosfórico como composición de pre-tratamiento para tipo de horneado.

Además, la patente europea núm. 0588318 B1 de Kaga menciona un método para dar una protección catódica que implica el uso de etapas de pre-tratamiento del acero, aplicando un revestimiento en polvo basado en resina epóxido termofijable que contiene de un 5 a 75% de compuestos de zinc por peso, y a continuación una polarización del material de acero revestido en función de cátodo. El uso de altos niveles de compuestos de zinc, sin embargo, presenta

unos problemas de solubilidad durante largos periodos de tiempo, así como, unos costes aumentados debido al alto precio de los compuestos de borato de zinc.

En consecuencia, existe una necesidad de unas composiciones de revestimiento en polvo, y unos métodos para la aplicación de las mismas, que proporcionen una protección óptima frente a la desunión catódica a alta temperatura y humedad, a corto y largo término y a bajo coste. Existe también una necesidad de composiciones de revestimiento en polvo, y métodos de aplicación de las mismas, que proporcionen una adhesión mejorada a un sustrato bajo condiciones de calor y humedad, que puedan ser aplicadas a bajas temperaturas y, por lo tanto, con costes bajos de consumo de energía.

Sumario de la invención

La presente invención concierne a una primera composición de revestimiento en polvo epóxido que comprende una mezcla íntima de:

- (a) al menos una resina epóxido;
- (b) de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos una alcanolamina;
- (c) y al menos un agente endurecedor epóxido en una cantidad efectiva para endurecer dicha composición de revestimiento en polvo;
- (d) al menos un compuesto de borato de zinc en una cantidad de un 0'5 a 4'75% en peso, basado en el peso total de sólidos de la composición de revestimiento en polvo;

en la que los componentes (a), (b) y (c) no reaccionan antes de ser mezclados entre sí.

Esta invención se refiere, además, a un método de protección de corrosión catódica para un material de acero que tiene al menos una superficie que comprende el sometimiento de la superficie del material de acero a un tratamiento mecánico, aplicando la primera o segunda composición de revestimiento en polvo epóxido a la superficie del material de acero, y la polarización del material revestido en función de cátodo.

Esta invención también se refiere a un sustrato de metal que lleva aplicada la primera o segunda composición de revestimiento en polvo epóxido.

Esta invención también se refiere a un primer procedimiento para hacer la primera composición de revestimiento en polvo de la presente invención que comprende:

- (a) añadir al menos una resina epóxido a un recipiente de mezcla;
- (b) añadir de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos una alcanolamina al recipiente de mezcla;
- (c) añadir al menos un agente endurecedor epóxido en una cantidad efectiva para endurecer un revestimiento en polvo al recipiente de mezcla; y
- (d) mezclar los componentes (a), (b) y (c) entre sí,

en el que dichos componentes (a), (b) y (c) no reaccionan antes de ser añadidos al recipiente de mezcla.

Esta invención se refiere, además, a un segundo procedimiento para hacer la segunda composición de revestimiento en polvo de la presente invención que comprende:

- (a) añadir al menos una resina epóxido al recipiente de mezcla;
- (b) añadir de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos una alcanolamina al recipiente de mezcla;
- (c) añadir de un 0'5 a 4'75% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos un compuesto de borato de zinc;
- (d) añadir al menos un agente endurecedor epóxido en una cantidad efectiva para endurecer un revestimiento en polvo al recipiente de mezcla; y
- (e) mezclar los componentes (a), (b), (c) y (d) entre sí,

en el que dichos componentes (a), (b), (c) y (d) no reaccionan antes de ser añadidos al recipiente de mezcla.

Finalmente, esta invención se refiere a un procedimiento para revestir un sustrato metálico con la primera o segunda composición de revestimiento en polvo que comprende la aplicación de la primera o segunda composición de revestimiento en polvo a un sustrato metálico y el endurecimiento de dicha composición de revestimiento en polvo.

5 Breve descripción de los gráficos

La figura 1 es un gráfico que ilustra el efecto de las temperaturas de aplicación a las composiciones de revestimiento del Ejemplo 1 conteniendo un 0% de alcanolamina.

10 La figura 2 es un gráfico que ilustra el efecto de las temperaturas de aplicación a las composiciones de revestimiento del Ejemplo 4 que contienen alcanolamina.

Descripción detallada de la invención

15 Todas las patentes, solicitudes de patente y publicaciones que aquí se refieren se han incorporado en su integridad como referencia.

Además, cuando una cantidad, concentración, u otro valor o parámetro se da como una lista de valores máximos preferidos y de valores mínimos preferidos, ello debe entenderse como describiendo específicamente todas las gamas formadas a partir de cualquier par de un valor máximo preferido y de un valor mínimo preferido, con independencia de si las gamas se describen por separado.

20 La presente invención está basada en el descubrimiento que una composición de revestimiento en polvo epóxido que contiene al menos una resina epóxido, unos niveles bajos (cantidades aditivas) de al menos una alcanolamina, y una cantidad efectiva de un agente endurecedor epóxido para endurecer la composición de revestimiento, donde la alcanolamina, la resina epóxido, y el agente endurecedor epóxido son mezclados entre sí sin pre-reacción de la alcanolamina con la resina epóxido o bien con el agente endurecedor epóxido, se producirá un revestimiento con una excelente adhesión en condiciones de calor y de humedad, así como, una resistencia excelente a la desunión catódica, especialmente en condiciones de alta temperatura y de humedad a corto término.

30 La presente invención también está basada en el descubrimiento que una composición de revestimiento en polvo epóxido conteniendo al menos una resina epóxido, unos niveles bajos (cantidades aditivas) de al menos una alcanolamina, niveles bajos (cantidades aditivas) de un compuesto de borato de zinc, y una cantidad efectiva de un agente endurecedor epóxido para endurecer la composición de revestimiento, donde la resina epóxido, la alcanolamina, el compuesto de borato de zinc y el agente endurecedor epóxido son mezclados entre sí sin pre-reaccionar la alcanolamina con la resina epóxido o con el agente endurecedor epóxido, se producirá un revestimiento con una resistencia a la desunión catódica tanto a largo como a corto término en condiciones de alta temperatura y de humedad.

40 En comparación con los revestimientos epóxido convencionales, los revestimientos preparados de acuerdo con la presente invención también presentan una adhesión mejorada cuando se aplican a superficies metálicas que han sido sometidas a una preparación superficial menor que la ideal. Las superficies metálicas que han estado menos preparadas de lo ideal incluyen, por ejemplo, una superficie de acero que ha sido tratada con chorro de arena pero no enjuagada con ácido, una superficie de acero que ha sido pre-calentada a una temperatura de aplicación inferior a la normal, y una superficie de acero que ha sido limpiada pero no pre-tratada químicamente.

45 Las composiciones de revestimiento de la presente invención no sólo presentan una adhesión mejorada, sino que la adhesión mejorada se realiza a temperaturas de aplicación más bajas que las temperaturas de aplicación de las composiciones de revestimiento en polvo disponibles actualmente y que han sido consideradas como teniendo una buena adhesión. Ciertamente, antes se había obtenido una buena adhesión mediante la aplicación de la composición de revestimiento a temperaturas por encima de los 230°C (448°F). Como resultado, las composiciones de revestimiento de la presente invención pueden proporcionar unos importantes ahorros de energía, y por tanto de costes.

50 Resina epóxido

En general, las resinas epóxido que se pueden usar de acuerdo con la presente invención incluyen cualquier resina epóxido, o mezclas de las mismas, que sean capaces de adherirse firmemente a materiales metálicos, incluyendo materiales metálicos sometidos a un tratamiento mecánico, tal como limpieza por chorro de arena, o tratamientos químicos, tales como un tratamiento al cromo o tratamiento con fosfato de zinc. Unos ejemplos de esas resinas incluyen los éteres di-glicidilo de 4'4-(bishidroxifenil)alcanos, resinas funcionales epóxido novolacas de fenol, resinas funcionales epóxido novolacas de cresol, resinas funcionales epóxido bisfenol-A/epiclorohidrina, o mezclas de las mismas. Preferiblemente, la resina epóxido es una resina funcional epóxido novolaca de fenol, una resina funcional epóxido bisfenol-A/epiclorohidrina, o una mezcla de las mismas.

60 Los éteres di-glicidilo de 4'4-(bishidroxifenilo) alcanos de la presente invención se pueden preparar mediante reacción de 4'4-(bishidroxifenilo) alcanos, tales como bisfenol A, bisfenol F, etc., con epiclorohidrina. No hay problema en usar éteres di-glicidilo de 4'4-(bishidroxifenilo) alcanos como principal componente en combinación con resinas epóxido novolacas de fenol, resinas epóxido novolacas de cresol, u otras resinas multifuncionales. Una persona con conocimientos ordinarios en la materia es familiar con las resinas de éteres di-glicidilo 4'4-(bishidroxifenilo)alcanos disponibles en el comercio que pueden usarse de acuerdo con la invención. Por ejemplo, los éteres di-glicidilo de 4'4-

(bishidroxifenilo) alcanos se comercializan bajo los nombres de EPON® y EPIKOTE™ de Resolution Performance Products, LLC, bajo el nombre de EPO TOHTO™ de Tohto Kasei K.K., bajo el nombre de ARALDITE® de Vantico Inc., y bajo el nombre de EPICLON® de Dainippon Ink & Chemicals, Inc.

5 Las resinas funcionales epóxido novolacas de fenol de la presente invención se pueden preparar reaccionando resinas novolacas de fenol con epiclorohidrina. En algunos casos, las resinas novolacas fenólicas epóxido se mezclan con resinas epóxido bisfenol-A estándar. Una persona ordinariamente entendida en la materia es familiar con las resinas funcionales epóxido novolacas de fenol disponibles en el comercio que se pueden usar de acuerdo con la invención. Por ejemplo, las resinas funcionales epóxido novolacas de fenol se comercializan bajo el nombre D.E.R.™
10 de Dow Chemical Co., tal como, por ejemplo, D.E.R.™ 672U y D.E.R.™ 642U.

Las resinas funcionales epóxido novolacas de cresol de la presente invención se pueden preparar reaccionando una resina novolaca cresólica con epiclorohidrina. Una persona ordinariamente entendida en la materia es familiar con las resinas funcionales epóxido novolacas de cresol disponibles en el comercio que se pueden usar para la presente
15 invención. Por ejemplo, las resinas funcionales epóxido novolacas de cresol se comercializan bajo el nombre EPON® de Resolution Performance Products, LLC, tal como, por ejemplo, la resina EPON® 164.

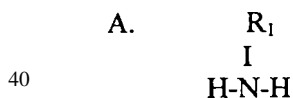
Las resinas funcionales epóxido de bisfenol-A/epiclorohidrina de la presente invención se pueden preparar reaccionando bisfenol-A con epiclorohidrina. Una persona ordinariamente entendida en la materia es familiar con las resinas funcionales epóxido de bisfenol-A epiclorohidrina disponibles en el comercio que pueden usarse de acuerdo con la invención. Por ejemplo, unas resinas funcionales epóxido de bisfenol-A epiclorohidrina se comercializan bajo el nombre EPON® de Resolution Performance Products, LLC, tal como, por ejemplo, la resina EPON® 2024, y bajo el nombre de 214 CR de Kudko.

Preferiblemente, las composiciones de revestimiento de la presente invención contienen de un 25 a 90% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de una resina epóxido, o mezclas de la misma. Más preferiblemente, las composiciones contienen alrededor de un 60 a 80% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de una resina epóxido, o mezclas de la misma.

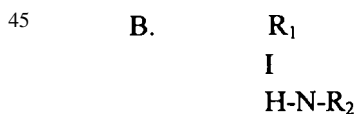
Preferiblemente, la resina epóxido es una resina epóxido sólida seleccionada entre las resinas funcionales epóxido de bisfenol-A epiclorohidrina, resinas funcionales epóxido novolacas modificadas, y mezclas de las mismas. Más preferiblemente, la resina epóxido sólida es una resina EPON® 2024.

Alcanolamina

35 En general, las alcanolaminas que se pueden usar para la presente invención incluyen, aunque no se limitan a, las que tienen las siguientes fórmulas:



donde R_1 es un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente 2 a 8 átomos de carbono, y más preferiblemente aún de 2 a 4 átomos de carbono que contiene al menos un grupo hidroxilo primario; y



50 donde R_1 es un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente 2 a 8 átomos de carbono, y más preferiblemente aún de 2 a 4 átomos de carbono, o un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente de 2 a 8 átomos de carbono, y más preferiblemente aún de 2 a 4 átomos de carbono que contiene al menos un grupo hidroxilo primario y R_2 es un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente de 2 a 8 átomos de carbono, y más preferiblemente de 2 a 4 átomos de carbono que contiene al menos un grupo hidroxilo primario.

Las alcanolaminas usadas de acuerdo con la presente invención pueden ser bien en forma líquida o en forma sólida. Una persona ordinariamente entendida en la materia es familiar con las técnicas que se pueden utilizar para incorporar las alcanolaminas líquidas a la mezcla de polvo. Por ejemplo, antes de añadir la alcanolamina líquida a la mezcla de revestimiento en polvo de la presente invención, la alcanolamina líquida se puede absorber en un portador inerte, tal como sílice.

Preferiblemente, las alcanolaminas de la presente invención incluyen, aunque no se limitan a, dietanolaminas, etanolaminas, 2-amino-1-butanol, 2-amino-2-metil-1-propanoles, 2-amino-2-etil-1,3-propanodíoles, tris(hidroximetil)aminometanos, 2-amino-2-metil-1,3-propanodíoles, monometilaminoetanolos, isopropilaminoetanolos, t-butilaminoetanolos, etilaminoetanolos, n-butilaminoetanolos, isopropanolaminas, diisopropanolaminas, y mezclas de los mismos. Más preferiblemente, las alcanolaminas de la presente invención son dietilaminas, tris(hidroximetil)aminometanos, y mezclas de los mismos. Más preferiblemente aún, las alcanolaminas son tris(hidroximetil)aminometanos.

Una persona ordinariamente entendida en la materia es familiar con las alcanolaminas disponibles en el comercio que pueden usarse de acuerdo con esta invención. Por ejemplo, los tris(hidroximetil)aminometanos se comercializan bajo el nombre de TRIS AMINO® de Dow Chemical Co.; las dietanolaminas se comercializan bajo el nombre de dietanolamina de Aldrich Chemical Co., Inc.; los 2-amino-2-metil-1,3 propanodíoles se comercializan bajo el nombre de AMPD™ de Dow Chemical Co.; los 2-amino-1-butanoles se comercializan bajo el nombre de AB® de Dow Chemical Co.; los 2-amino-2-metil-1-propanoles se comercializan con el nombre de AMP de Dow Chemical Co.; y los 2-amino-2-etil-1,3-propanodíoles se comercializan bajo el nombre de AEPD® de Dow Chemical Co.

Preferiblemente, las composiciones de revestimiento de la presente invención contienen de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de una alcanolamina, o mezclas de la misma. Más preferiblemente, las composiciones contienen de un 0'1 a 3'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de una alcanolamina, o mezclas de la misma. Más preferiblemente aún, las composiciones contienen de un 0'1 a 0'5% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de una alcanolamina, o mezclas de la misma. Más preferiblemente aún, las composiciones contienen un 0'3% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de una alcanolamina, o mezclas de la misma.

No deseando limitarse a la teoría, los solicitantes consideran que añadiendo una alcanolamina a una composición de revestimiento en polvo epóxido de acuerdo con la presente invención se producen unos buenos resultados anti-desunión catódica a largo término. Los solicitantes también consideran, además, que añadiendo la alcanolamina a la composición de revestimiento al mismo tiempo que se añaden los otros componentes sin pre-reaccionar primero la alcanolamina ya sea con la resina epóxido o con el agente endurecedor, no sólo facilita que la cantidad de alcanolamina añadida sea mejor controlada, sino que también se mejora 1) la adhesión de la composición de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina al sustrato bajo condiciones de calor y humedad, así como, 2) se mejora la resistencia de la composición de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina a la desunión catódica, de modo que se mejora la adhesión al sustrato de la composición de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina.

Agente endurecedor epóxido

El agente endurecedor epóxido, o mezcla del mismo, que pueden usarse de acuerdo con la presente invención incluyen, aunque no se limitan a las aminas, tales como aminas aromáticas; anhídridos de ácido; ácidos; ácidos aromáticos; mercaptanos; compuestos fenólicos; diciandiamidas aceleradas y/o modificadas teniendo una reactividad de adición y una actividad catalítica de auto-poliadición entre grupos epóxido y los derivados de los mismos; imidazoles; aductos imidazoles; hidrácidos y similares. Preferiblemente, el agente endurecedor epóxido es un compuesto endurecedor epóxido funcional diciandiamida, tal como el agente endurecedor P-104 Epicure™ de Resolution Performance Products, LLC, o un compuesto endurecedor epóxido funcional fenólico, tal como Durite® SD 357B de Borden Chemicals, Inc., o una mezcla de los mismos. Más preferiblemente, el agente endurecedor epóxido es un compuesto endurecedor epóxido funcional fenólico que tiene una funcionalidad mayor de dos. Más preferiblemente aún, el agente endurecedor epóxido es un tetra fenol etano.

El agente endurecedor se incorpora a la composición de revestimiento de la presente invención en una cantidad efectiva para endurecer el revestimiento. Preferiblemente la composición de revestimiento contiene de un 0'5 a 35% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de un agente endurecedor, o mezclas del mismo. Más preferiblemente, la composición contiene de un 1'5 a 20% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de un agente endurecedor, o mezclas del mismo. Más preferiblemente aún, la composición contiene de un 1'5 al 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento, de un agente endurecedor, o mezclas del mismo.

Una persona ordinariamente entendida en la materia es familiar con los agentes endurecedores disponibles en el comercio que pueden usarse de acuerdo con esta invención. Por ejemplo, diversos aductos amínicos se comercializan bajo los nombres de SUNMIDE de Sanwa Chemical Industry Co. Ltd. y EPICURE™ de Resolution Performance Products, LLC; varios anhídridos de ácidos que se comercializan con el nombre de RIKASHIDE de New Japan Chemical Co., Ltd.; y varios compuestos fenólicos que se comercializan bajo el nombre de DURITE® de Borden Chemical Co, tales como por ejemplo, Durite® SD 357B y bajo el nombre de D.E.H.™ de Dow Chemical Company, tal como por ejemplo, D.E.H.™ 84.

Una persona ordinariamente entendida en la materia sabrá el agente endurecedor de resina epóxido a seleccionar basado en la formulación de la composición de revestimiento, las condiciones de endurecimiento y similares. Un agente endurecedor epóxido particularmente útil es el EPICURE P-104™ de Resolution Performance Products.

La proporción del agente endurecedor al componente de resina reactivo de la composición de revestimiento es preferiblemente (0'5-1'1)/1'0, más preferiblemente (0'7-0'9)/1'0, en términos de la proporción equivalente del grupo reactivo del agente endurecedor y los grupos funcionales epóxido capaces de reaccionar con el grupo reactivo del agente endurecedor.

Una persona ordinariamente entendida en la material también será familiar con las circunstancias que exige un catalizador para ser añadido además a la composición de revestimiento de la presente invención. Por ejemplo, cuando el tetra fenol etano es el único agente endurecedor usado, puede que sea necesario añadir un catalizador. Los catalizadores útiles en la presente invención se exponen más claramente más abajo.

ES 2 295 936 T3

Compuesto de borato de zinc

Las composiciones de revestimiento de la presente invención comprenden, además, un compuesto de borato de zinc. Los compuestos de borato de zinc útiles para la presente invención incluyen, aunque no se limitan a, metaborato de zinc $[\text{Zn}(\text{BO}_2)_2]$, borato de zinc básico $[\text{ZnB}_4\text{O}_7\cdot 2\text{ZnO}]$, borato de zinc $[2\text{ZnO}\cdot 3\text{B}_2\text{O}_3\cdot 3.5\text{H}_2\text{O}]$, o mezclas de los mismos. Preferiblemente, el compuesto de borato de zinc es borato de zinc $[2\text{ZnO}\cdot 3\text{B}_2\text{O}_3\cdot 3.5\text{H}_2\text{O}]$.

El borato de zinc se puede preparar fundiendo un material de inicio mezclado de óxido de zinc y ácido bórico o doble-descomposición de la solución acuosa del material de inicio mezclado. Un compuesto de borato de zinc particularmente útil es "Borogard ZB fine", $[2\text{ZnO}\cdot 3\text{B}_2\text{O}_3\cdot 3.5\text{H}_2\text{O}]$, disponible en U.S. Borax, Inc.

La composición de revestimiento de la presente invención contiene por debajo de un 5% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de un compuesto de borato de zinc. Preferiblemente, la composición de revestimiento contiene de 0'5 a 4'75% en peso, más preferiblemente de un 0'5 a 4'0% en peso, y más preferiblemente de un 0'5 a 4'0 en peso, y más preferiblemente aún de un 1'5 a 2'5% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de un compuesto de borato de zinc. Solamente para pequeñas cantidades del compuesto de borato de zinc que haya que añadir, las cuestiones referentes a la solubilidad del borato de zinc no suponen un problema ya que la solubilidad del compuesto de borato de zinc mejora cuando se emplean niveles bajos del compuesto.

Otros aditivos

Las composiciones de revestimiento de la presente invención pueden comprender, además, uno o más aditivos incluyendo, pero sin limitarse a, pigmentos, colorantes, cargas, agentes de control de fluidez, dispersantes, agentes tixotrópicos, promotores de adhesión, antioxidantes, fotoestabilizantes, polímeros termoplásticos, catalizadores de endurecimiento, otros agentes anticorrosión y mezclas de los mismos.

Los otros agentes anticorrosión incluyen, pero no se limitan a, pigmentos anticorrosión, tales como pigmentos que contienen fosfatos; y otros inhibidores de corrosión orgánicos e inorgánicos, tales, como por ejemplo, sales del ácido nitroisoftálico, ésteres fosfóricos, aminas de calidad técnica y benzotriazoles sustituidos.

Los catalizadores adecuados para usar en la presente invención incluyen aquellos que son capaces de afectar una reacción entre el grupo epóxido de la resina epóxido, los hidrógenos amínicos de los agentes endurecedores funcionales amínicos, los grupos hidroxilo fenólicos de los compuestos fenólicos y homopolimerización de la resina epóxido. Estos catalizadores incluyen, pero no se limitan a, los compuestos de onio, tales como el fosfonio y las sales amónicas cuaternarias de ácidos orgánicos e inorgánicos; imidazoles; imidazolinas; y aminas terciarias y fosfinas.

Preferiblemente, el catalizador usado es un sólido a temperatura ambiente, y se selecciona entre los imidazoles, tales como 2-estirilimidazol, 1-bencil-2-metilimidazol, 2-metilimidazol, 2-butilimidazol y mezclas de los mismos y las fosfinas sólidas, tales como trifenil fosfina y sales de fosfonio de un ácido, éster ácido o éster. Más preferiblemente, el catalizador usado es o bien un aducto epóxido de un imidazol, o un compuesto de imidazol sustituido. Algunas veces, es conveniente usar una mezcla de un compuesto amino-contenedor, tal como un aducto de un compuesto imidazol y una resina epóxido en combinación con un agente endurecedor diciandiamida.

El catalizador se incorpora a las composiciones de revestimiento de la presente invención en una cantidad efectiva para iniciar el endurecimiento del revestimiento. Una persona ordinariamente entendida en la materia sabrá, basándose en los componentes utilizados al formular las composiciones de revestimiento de la presente invención, la cantidad de catalizador que debe añadir para que sea efectiva en el proceso de iniciar el endurecimiento.

Una persona ordinariamente entendida en la materia también reconocerá las circunstancias en que la adición de un catalizador a la composición de la presente invención es beneficiosa, o necesaria. Por ejemplo cuando el tetra fenol etano es el único agente endurecedor usado, puede que sea necesario añadir un catalizador.

Una persona ordinariamente entendida en la materia reconocerá, además, que algunos agentes endurecedores, tales como el agente endurecedor Epicure™ P-101 de Resolution Performance Products, LLC puede actuar tanto como un agente endurecedor como un catalizador.

Los pigmentos útiles en la presente invención incluyen, aunque no se limitan a, bióxido de titanio, óxido de hierro, bronce de aluminio, azul de ftalocianina, verde de ftalocianina y mezclas de los mismos.

Las cargas útiles en la presente invención, incluyen pero no se limitan a, talco, alumina, óxido de calcio, silicato de calcio, metasilicato de calcio, sulfato de bario, silicato de aluminio, baritina, mica, sílice, y mezclas de los mismos.

Los agentes controladores de fluidez y agentes tixotrópicos están basados, por ejemplo, en bentonitas o sílices modificadas.

Los polímeros termoplásticos útiles en la presente invención incluyen, pero no se limitan a, un compuesto basado en acrilinotrile/butadieno que está disponible, por ejemplo, como Zealloy® 1422 de Zeon Chemical.

Preferiblemente, la composición de revestimiento de la presente invención contiene de un 0 a 55% en peso, más preferiblemente de un 5 a 35% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de cargas, pigmentos, aditivos, o mezclas de los mismos.

5 *Sustrato metálico*

Las composiciones de la presente invención se pueden usar para revestir muchos sustratos metálicos que incluyen, aunque no se limitan a; acero, latón, aluminio, cromo, y mezclas de los mismos. Más particularmente, las composiciones de la presente invención son útiles para revestir sustratos metálicos que incluyen por ejemplo, pero no se limitan a, las superficies internas y/o externas de tuberías de acero; el acero para estructuras usado en hormigón; depósitos; 10 válvulas; acero de estructuras usado en ambientes marinos; y tuberías y revestimientos para extracción de petróleo. Preferiblemente, el acero revestido para estructuras es una barra de armadura de hormigón. Las composiciones de la presente invención también se pueden usar para revestir sustratos metálicos que contengan hierro, tales como acero, cuando tales sustratos estén sometidos al método de protección catódica de acuerdo con la presente invención.

15 *Procedimiento de preparación*

En general, los componentes de la presente invención se mezclan, extruyen y se muelen de acuerdo con los procedimientos familiares para una persona ordinariamente entendida en la materia. La única limitación es que la alcanolamina no reaccione con el agente endurecedor o con la resina epóxido antes de ser combinada con cualquiera de los componentes adicionales de revestimiento en polvo. Además, aunque la alcanolamina generalmente no se mezcla antes con los otros componentes de revestimiento en polvo, se considera que las propiedades superiores de rendimiento del revestimiento en polvo de la invención no se verán afectadas por una premezcla con tal que la alcanolamina no reaccione con el o los componentes con los que la alcanolamina esté siendo premezclada. Total, la mezcla previa de la alcanolamina con los otros componentes de revestimiento en polvo se considera aceptable con tal que la alcanolamina no se deje reaccionar con ninguno de los componentes con que la propia alcanolamina esté siendo premezclada.

En una realización preferida, la composición de revestimiento endurecible es una composición de revestimiento en polvo preparada mediante técnicas convencionales empleadas en la técnica de revestimientos en polvo. Por lo general, todos los componentes de la presente formulación de revestimiento en polvo se añaden a un recipiente de mezcla que está apropiadamente dimensionado para alojar la formulación, y luego son totalmente mezclados entre sí mediante una intensidad media o alta de mezclado. Es importante notar que la alcanolamina no se hace reaccionar previamente ni con la resina epóxido ni con el agente endurecedor. En vez de ello, el agente endurecedor, resina epóxido, alcanolamina, 35 cargas, aditivos, etc., se añaden todos al recipiente de mezcla sin ningún orden concreto, y se mezclan entre sí.

El recipiente de mezcla está dimensionado adecuadamente y configurado para alojar todos los componentes del revestimiento en polvo. Por ejemplo, la forma del recipiente puede ser cilíndrica, cuadrada, etc., y el propio recipiente podrá estar hecho de un material sólido que no sea reactivo con los componentes del revestimiento en polvo.

Luego, la mixtura mezclada se mezcla en un extrusor en caliente, en el que la temperatura de salida del extrudido va de unos 200°F a unos 280°F. Se mantiene un control cuidadoso de la temperatura del extrusor a fin de minimizar cualquier endurecimiento y solidificación que tenga lugar en el extrusor. Luego, la composición extrudida es enfriada, por ejemplo, en rodillos refrigerados por agua a aproximadamente 100°F. Después del enfriado, el extrudido se rompe 45 en chips y se muele a polvo usando, por ejemplo, un molino Bantam. Luego, el polvo molido es tamizado para conseguir el tamaño deseado de partícula.

Al preparar la composición de revestimiento en polvo conteniendo borato de zinc de la presente invención, se puede añadir una cantidad predeterminada de compuesto de borato de zinc a la resina termofijable, y luego premezclar. La premezcla se amasa en caliente, se enfría, y después de ello se pulveriza y clasifica.

Procedimiento de revestimiento

Las composiciones de revestimiento en polvo de la presente invención se pueden aplicar fácilmente a barras de armadura de hormigón, tuberías y otros sustratos metálicos de acuerdo con los métodos típicos de aplicación conocidos en la técnica de revestimiento en polvo. En general, las composiciones de revestimiento de la presente invención se pueden aplicar a un sustrato que haya sido, o no, precalentado. Por lo general, el revestimiento en polvo se aplica mediante medios estándar, tales como inmersión en lecho fluidificado, aplicación de rociado electrostático, floculación, aplicación de rociado tribostático y similares.

En una realización de la presente invención donde el sustrato no es precalentado, la composición de revestimiento de la presente invención puede, por ejemplo, aplicarse a la superficie del sustrato rociando electrostáticamente sobre el mismo con, por ejemplo, un cañón electrostático Gema graduado a un voltaje de 40kV. Antes de aplicar la composición de revestimiento, el sustrato puede ser puesto a tierra pero no precalentado, a fin de que el sustrato esté a una temperatura ambiente de 77°F (25°C). Después de ser aplicado, entonces el revestimiento puede ser endurecido en un horno graduado a 325°F (162,3°C) durante 10 minutos. En todo caso, una persona ordinariamente entendida en la materia estará familiarizada con los medios de endurecimiento que se puedan usar de acuerdo con las composiciones de revestimiento de la presente invención. Tales medios de endurecimiento incluyen, por ejemplo, el endurecido por

cocción y radiación, tales como por infrarrojos, inducción y luz ultravioleta. Después de haberlos sacado del horno, los sustratos podrán ser enfriados por aire.

En una realización de la presente invención donde el sustrato es precalentado, la composición de revestimiento de la presente invención puede, por ejemplo, ser aplicada precalentando el sustrato a una temperatura que va de 350 (176,7°C) a 470°F (243°C) empleando medios familiares para una persona ordinariamente entendida en la materia. Entonces el sustrato precalentado es sumergido en un lecho fluidificado que contenga una de las composiciones de revestimiento en polvo de la presente invención. La composición revestida sobre el sustrato es entonces post-endurecida en un horno graduado a una temperatura de 510°F (265,5°C) durante 2 a 5 minutos. En todo caso, una persona ordinariamente entendida en la materia será familiar con los medios de endurecido que puedan usarse de acuerdo con las composiciones de la presente invención. Tales medios de endurecido incluyen, por ejemplo, el endurecido por cocción o radiación, tales como infrarrojos, inducción y luz ultravioleta.

Además, la superficie del sustrato a la que las composiciones de revestimiento de la presente invención se aplican, si el sustrato es, o no es, precalentado, pueden estar menos preparadas que lo ideal y las composiciones de revestimiento de la presente invención todavía presentarán una buena adhesión. Las superficies de sustratos que hayan estado menos preparadas que lo ideal incluyen, por ejemplo, superficies de acero que hayan sido chorreadas con arena pero no enjuagadas con ácido, precalentadas a una temperatura de aplicación inferior a la normal, o limpiadas pero no pretratadas químicamente. Además, las propiedades adhesivas superiores de esta invención facilitan que las composiciones de revestimiento se adhieran a superficies aceitosas y herrumbrosas, tales como las que se encuentran en las sujeciones de acero y otros sustratos metálicos ligeramente limpios.

El sustrato al que se aplican las composiciones de revestimiento en polvo de la presente invención pueden ser precalentados a una temperatura que va de alrededor de 300 (148,9°C) a alrededor de 500°F (260°C), más preferiblemente de alrededor de 350 (176,7°C) a alrededor de 470°F (243°C). Precalentando el sustrato, el calor residual del propio sustrato facilita que la composición de revestimiento en polvo se funda, fluya y empiece a endurecerse como una película continua, anticorrosiva. Los hornos de alta temperatura, tales como por convección, infrarrojos, u hornos combinados, a los que el sustrato revestido puede luego ser expuesto permiten, además, que la composición de revestimiento se funda, fluya y se endurezca como una película endurecida suave.

El tiempo y temperatura de post-endurecido de las composiciones de la presente invención van de unos 2 a unos 5 minutos a una temperatura que va de alrededor de 400 (204°C) a alrededor de 550°F (287,8°C). El tiempo y temperatura de solidificado de las composiciones de la presente invención que han de ser aplicados a un sustrato que haya sido pre-tratado va de unos 4 a unos 30 minutos con una temperatura que va de alrededor de 300 (148,9°C) a alrededor de 450°F (232,2°C). Después de haber endurecido/post-endurecido, el sustrato revestido es sometido por lo general a una refrigeración por aire, o bien a un enfriamiento rápido por agua para bajar la temperatura a alrededor de entre 100°F (37,8°C) y alrededor de 200°F (93,3°C).

Después que el sustrato revestido se ha enfriado, una película protectora adhesiva y/o de grandes cargas, tal como un forro de polietileno, una poliolefina, una composición de revestimiento de uretano protectora de grandes cargas, una composición de revestimiento de resina epóxido, o similar, y/o una capa de acabado, tal como una capa colorante u otra composición de revestimiento en polvo epóxido, se puede aplicar entonces sobre la composición de revestimiento de la presente invención. Un adhesivo, tal como adhesivo Fusabond® de Du Pont, se podrá usar para ligar la película protectora al revestimiento epóxido. La variedad de adhesivos disponibles, películas protectoras y capas de acabado serán familiares a una persona ordinariamente entendida en la materia.

Preferiblemente, el sustrato es revestido con una cantidad efectiva de la presente composición de revestimiento en polvo a fin de producir un espesor de película en seco que va de alrededor de 1 a unas 30 milésimas de pulg. Más preferiblemente, el sustrato es revestido con suficiente revestimiento en polvo para producir un espesor que va de unas 2 a unas 18 milésimas. Más preferiblemente aún, de unas 2 a unas 5 milésimas para revestimientos de película delgada que típicamente se aplican a sustratos metálicos que no estén sometidos a protección catódica, y de 6 a 8 milésimas para revestimientos funcionales de película gruesa aplicados a metal chorreado que pueda ser seguidamente protegido con protección catódica. Por lo general, el espesor de película en seco podrá variar dependiendo del tipo de revestimiento que se está aplicando. Por ejemplo, cuando se desea una película delgada, la composición de revestimiento de la presente invención se aplica para que produzca un revestimiento que tenga un espesor de unas 2 a unas 5 milésimas; cuando se desea un revestimiento de imprimación para usar bajo películas protectoras, la composición de revestimiento de la presente invención se aplica de manera que produzca un revestimiento que tenga un espesor de unas 6 a unas 12 milésimas; y cuando se desea un revestimiento para tuberías de capa simple que seguidamente vaya a ser protegido con protección catódica, la composición de revestimiento de la presente invención se aplicará para que produzca un revestimiento que tenga un espesor de unas 10 a unas 18 milésimas de pulg.

Método de protección catódica

La presente invención también se refiere a un procedimiento para producir una superficie resistente a la corrosión sobre un sustrato que tenga una superficie metálica corrosible, revistiendo la superficie del sustrato con la composición de revestimiento de la presente invención. Una persona ordinariamente entendida en la materia será familiar con las diversas etapas de procedimiento que se pueden utilizar al producir una superficie resistente a la corrosión sobre el sustrato. En un método, la superficie del sustrato se somete a un tratamiento mecánico, tal como chorreado de arena

ES 2 295 936 T3

seguido de un enjuagado con ácido, o una limpieza seguida de tratamiento químico. Luego, se aplica un revestimiento de la composición de revestimiento en polvo de la presente invención de acuerdo con los métodos variadamente disponibles de revestimiento en polvo, tales como, por ejemplo, inmersión en lecho fluidificado, floculado, aplicación de rociado tribo, o aplicación de rociado electrostático. Luego el sustrato es polarizado como un cátodo. Opcionalmente, sobre la composición de revestimiento de la presente invención se puede aplicar una película protectora de gran intensidad, tal como un forro de polietileno, una composición de revestimiento de uretano protectora de grandes cargas, una composición de revestimiento de resina epóxido, o similar, y/o una capa de acabado, tal como una capa de colorante.

Ejemplos

La presente invención se describirá, además, con los siguientes Ejemplos. Debe entenderse que esos Ejemplos se dan a título ilustrativo solamente.

Método de prueba

Método de Prueba de desunión catódica

El siguiente método de prueba de desunión catódica se empleó generando los datos aportados en los ejemplos 1-16. En las pruebas de 48 horas, pruebas de 88 horas y pruebas de 28 días utilizadas en los Ejemplos contenidos más abajo, unas chapas de acero (ya sea de 4 x 4 x 5/8" ó bien 4 x 4 x 1/4") fueron chorreadas con arena primeramente para darles un perfil de 3-4 milésimas de pulg. Las chapas de 4 x 4 x 5/8" usadas en las pruebas de 28 días fueron luego tratadas con un primer enjuague con ácido fosfórico, y luego enjuagadas con agua desionizada. Las respectivas chapas de 4 x 4 x 5/8" y/o de 4 x 4 x 1/4" usadas en las pruebas de 48 y 88 horas, sin embargo, no fueron sometidas a ningún otro tratamiento post-chorreado.

Luego, las respectivas chapas utilizadas en cada prueba fueron revestidas con las composiciones preparadas de acuerdo con los Ejemplos expuestos más claramente más abajo. Las chapas sujetas a la prueba de 28 días fueron revestidas con un espesor de 14-20 milésimas pulg., mientras que las sometidas a las pruebas de 48 y 88 horas fueron revestidas con un espesor de 13-16 milésimas pulg.

Cada revestimiento fue aplicado precalentando la respectiva chapa a una temperatura que iba de 350 (176°C) a 470°F (243°C), y luego sumergiendo la chapa calentada en un lecho fluidificado. Después de un post-endurecimiento de 2,3 ó 5 minutos en un horno graduado a 510°F (265°C), las chapas fueron enfriadas rápidamente en agua.

Luego se efectuó un agujero de 3 mm de diámetro por el centro de cada chapa de prueba revestida, y se selló un cilindro de 3'5 pulg. de diámetro sobre la chapa. El cilindro se llenó a continuación con una solución del 3% de NaCl, y se sumergió un hilo de platino en la solución. Dicho conjunto entero de chapa-cilindro se colocó luego en un horno graduado a 80°C, y se le aplicó un voltaje de 1'5 V (según se midió en la solución por un electrodo de calomelanos) a través del hilo de platino y chapa de pruebas durante 48 horas, 88 horas ó 28 días. Al final de cada período de prueba, se sacó la chapa del horno, la solución de NaCl se vertió fuera del cilindro, y el cilindro fue separado de la chapa.

Al sacar el cilindro, se hicieron 8 cortes radiales en la porción del revestimiento dentro del cilindro que estaba en contacto con el revestimiento de NaCl, lejos de la parte sin revestir, y se dejó la chapa durante una hora a enfriar a la temperatura ambiente. Luego el revestimiento se quitó con una cuchilla operando lejos del borde sin revestir usando una acción de palanca. En las pruebas de 28 días, la desunión desde el centro sin revestir al borde del área desunida se midió, y luego se promedió. Este método sigue la TransCanada Pipeline spec. TESCOAT FBE Rev.0, que está basada en el documento CSA Z245.20-98. Mientras, en las pruebas de 48 horas y 88 horas, la desunión desde el borde sin revestir al borde del área desunida se midió, y luego se promedió. Este método sigue la CSA Z245.20-02.

Método de prueba de niebla salina

El siguiente método de prueba de niebla salina se utilizó generando los datos aportados en los ejemplos 17-19. Unas chapas de acero ordinario (5 x 3 x 0'04") que no fueron pre-tratadas químicamente, fueron enjuagadas en metil etil acetona y luego secadas. A continuación cada chapa se revistió con 2-3'5 milésimas de las composiciones de revestimiento en polvo individuales más claramente expuestas en los Ejemplos contenidos más abajo. Las chapas se revistieron mediante rociado de las composiciones de revestimiento en polvo sobre cada chapa con una pistola electrostática Gema ajustada a un voltaje de 40 kV. Antes de aplicar las composiciones de revestimiento en polvo, sin embargo, la chapa fue puesta a tierra, pero no calentada. Después de aplicar electrostáticamente las composiciones de revestimiento en polvo, la chapa se horneó en un horno graduado a 325°F durante 10 minutos, y luego se quitó del horno y se enfrió por aire.

Después de enfriar, la chapa fue marcada con una X usando una cuchilla corriente y colocada en un programa de cámara de niebla salina según ASTM B117. Después de 66 horas, se quitó la chapa. Cualquier revestimiento que tenía pérdida de adhesión al acero se quitó rascando con una moneda. Luego la desunión de la línea de marca se midió, y luego se promedió.

ES 2 295 936 T3

Ejemplos 1 al 6

Los Ejemplos 2 al 5 de la siguiente Tabla 1 ilustran las composiciones de revestimiento en polvo epóxido termofijable conteniendo alcanolamina de la presente invención, en las que la cantidad de alcanolamina usada varía progresivamente de un 0% a 1%. El Ejemplo 1 es una muestra de control que contiene un 0% de alcanolamina. El Ejemplo 6 es un ejemplo comparativo que utiliza Resina Epon® DPS-2034 de Resolution Performance Products, LLC, la cual es una resina preempaquetada que se considera estar producida mediante prerreacción de Tris Amino® y una resina epóxido bisfenol A/epiclorohidrina. Para los ejemplos 1 al 6, el agente endurecedor epóxido es un agente endurecedor del tipo diciandiamida acelerado. Todas las cantidades se dan en porcentajes por peso del peso total de la formulación.

TABLA 1

Composiciones de revestimiento en polvo

Ingrediente	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6
Resina Epon® DPS- 2034(Resolution Performance Prod.LLC) ¹	0	0	0	0	0	67'5
Resina Epon™ 2024(Resolution Performance Prod.LLC) ²	67'5	67'5	67'5	67'5	67'5	0
Agente endurec. Epicure™P-104 Resolution perf Prod.LLC ³	1'7	1'7	1'7	1'7	1'7	1'7
Modaflow®600 0 (Solutia,Inc) ⁴	0	0	0	0	0	0'5
Tris Amino® (Dow Angus) ⁵	0	0'1	0'3	0'6	1'0	0
Carga Nyad™M400 (NYCO Minerals Inc.) ⁶	29'5	29'4	29'2	28'9	28'5	29
Pigmento óxido hierro Bayferrox™140 (Bayer Corp.)	1	1	1	1	1	1
Sílice ahumada no tratada Cab-	0'3	0'3	0'3	0'3	0'3	0'3

o-sil™ M5 (Cabot, Inc.)						
----------------------------	--	--	--	--	--	--

- 1.- Una resina epóxido de bisphenol A/epiclorohidrina que ha sido reaccionada con tris(hidroximetil)aminometano a fin de incorporarle el tris(hidroximetil)aminometano.
- 2.- Una resina epóxido de bisphenol A/epiclorohidrina sólida conteniendo una mitad por ciento de peso del agente controlador de fluidez, Modaflow® (Solutia, Inc.).
- 3.- Un agente endurecedor de diciandiamida acelerado.
- 4.- Un modificador de fluidez que comprende acrilatos copolimerizados.
- 5.- Un tris(hidroximetil)aminometano.
- 6.- Un metasilicato de calcio natural.

Los ingredientes comprendidos en las composiciones de revestimiento de los ejemplos 1-6 de la Tabla 1 fueron añadidos en un contenedor y mezclados mediante agitación durante aproximadamente 3 minutos. Luego la mezcla se vertió en un extrusor de fusión, donde la temperatura de salida del extrudido iba de 220 (104'4°C) a 260°F (126'6°C). Después de enfriar en rodillos refrigerados por agua a aproximadamente 100°F (37'8°C), el extrudido se molió usando un molino Bantam de modo que se obtuvieran unas partículas del tamaño de 2-100 micras con un tamaño medio de partícula de 40 micras. Luego, cada una de las composiciones de revestimiento así producidas de la Tabla 1 fue aplicada a chapas separadas de acero de 4 x 4 x 1/4" que habían sido chorreadas con arena.

El procedimiento de aplicación de las composiciones de revestimiento implicó el calentamiento de cada una de las chapas a una temperatura que iba de 350 (176'7°C) a 470°F (243'3°C) (ver Tabla 2 para establecer la temperatura con que se aplicó cada una de las respectivas composiciones de revestimiento), y luego se sumergió separadamente cada chapa en un lecho fluidificado que contenía la respectiva composición de revestimiento en polvo listada en la Tabla 1. Entonces cada una de las composiciones fue post-endurecida en un horno graduado a una temperatura de 510°F (265'5°C) durante 2,3 ó minutos (ver Tabla 2). Después de ser endurecida, cada chapa fue sometida a la prueba de desunión catódica descrita más arriba.

Como muestran las Tablas 1 y 2, se observó un importante aumento de adhesión, y por tanto una disminución de desunión catódica en las composiciones de los Ejemplos 2-5 que contenían concentraciones de Tris Amino® a o por encima de 0'1% en peso, basado en el peso total de la formulación de la composición de revestimiento. Sorprendentemente, este aumento de adhesión se observó con respecto a una amplia temperatura de aplicación que iba de 350 (176'7°C) a 450°F (232'2°C).

La Tabla 2, que contiene los resultados de las pruebas de desunión catódica de los ejemplos 1-6, ilustra además la adhesión mejorada de las composiciones de revestimiento en polvo epóxido termofijable conteniendo alcanolamina de la presente invención de los ejemplos 2-5 cuando se comparó tanto con la composición del Ejemplo 1 que contenía 0% de alcanolamina como la composición del Ejemplo 6 que contenía una alcanolamina que se consideró haber sido pre-reaccionada con una resina epóxido (la resina pre-embalada Epon® DPS-2034 de Resolution Performance Products, LLC) y a continuación se añadió a una mezcla preparada de antemano de revestimiento en polvo. De hecho, los resultados de la prueba de desunión catódica para los Ejemplos 2-5 indican que el nivel de desunión catódica disminuye a medida que la concentración de Tris-Amino® aumenta.

Además, el gráfico de la figura 1 de los resultados de desunión catódica obtenidos en el Ejemplo 4 ilustra también que la temperatura con que se aplican las composiciones de revestimiento conteniendo alcanolamina de la presente invención, no tiene virtualmente ningún efecto sobre el nivel de la desunión catódica; mientras que el gráfico de la figura 2 de los resultados de desunión catódica obtenidos en el Ejemplo 1 indican que el nivel de desunión catódica obtenido en las composiciones de revestimiento que contienen un 0% de alcanolamina es directamente dependiente de la temperatura con que se aplica el revestimiento. Más concretamente, las composiciones de revestimiento que no contienen alcanolamina requieren unas temperaturas de aplicación mayores; mientras que las composiciones de revestimiento de la presente invención que contienen alcanolamina tienen una desunión catódica menor independientemente de la temperatura con que el revestimiento se aplica al sustrato.

Los resultados de las pruebas de desunión catódica del Ejemplo 6, expuestas en la Tabla 2 indican que añadiendo a los componentes adicionales de una composición de revestimiento que han sido pre-mezclados, una resina Epon® DPS-2034 de Resolution Performance Products, LLC que está compuesta de Tris Amino® y resina epóxido de Bisfenol A/epiclorohidrina que se considera haber sido pre-reaccionada, no produce la misma disminución favorable en la desunión catódica como se ha observado con aquellas composiciones de revestimiento preparadas de acuerdo con la presente invención.

ES 2 295 936 T3

TABLA 2

Resultados de las pruebas de desunión catódica

(48 h. según CSA Z245.20-02, medido a partir del borde de la parte sin aplicación)

Temp. aplicación	Tiempo Pos t endurecido a 510°F	Ejem. 1	Ejem. 2	Ejem. 3	Ejem. 4	Ejem. 5	Ejem. 6
450°F	2 min	2'4mm	1'2mm	1'0mm	<1'0mm	<1'0mm	3'5mm
430°F	2 min.	5'5mm	1'7mm	1'5mm	1'2mm	1'3mm	-*
400°F	3 min.	5'5mm	1'7mm	1'3mm	0'9mm	0'8mm	-*
350°F	5 min.	5'0mm	-*	-*	1'5mm	-*	-*

*El “-” indica que no se comprobó la desunión para la respectiva composición de revestimiento en polvo en la temperatura particular referenciada.

Ejemplos 7 al 10

Los Ejemplos 8-11 de la Tabla 3 ilustran las composiciones de revestimiento en polvo epóxido termofijable que contienen alcanolamina de la presente invención, donde se usaron del 1 al 3% de varias alcanolaminas, y mezclas de las mismas, para preparar las composiciones de revestimiento adecuadas para barras de armadura, tuberías, y otros sustratos metálicos. El Ejemplo 7 es una muestra de control que contiene un 0% de alcanolamina. Para los ejemplos 7 a 11, el agente endurecedor epóxido es un agente endurecedor del tipo de diciandiamida acelerado. Todas las cantidades se dan en porcentajes por peso del peso total de la formulación del revestimiento en polvo.

Las composiciones de revestimiento en polvo del Ejemplo 7 al 11 se prepararon usando el mismo procedimiento que se expuso más arriba para los Ejemplos 1-6.

TABLA 3

Composiciones de revestimiento en polvo

Ingrediente	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemp. 10	Ejemp. 11
ResinaEpon™ 2024 (Resolution Performance Prod.LLC.) ¹	67'5	67'5	67'5	67'5	67'5
Agente Endur Epicure™P-104 (ResolPerformance Products LLC.) ²	1'7	1'7	1'7	1'7	1'7
Dietanolamina (Aldrich Chemical Co.,Inc.)	0	0	1	0'5	0
AMPD™(DowAngus) ³	0	1	0	0	0
Tris Amino® (DowAngus) ⁴	0	0	0'0	0'5	3'0
Cargas Nyad™M400 (NYCO Minerals,Inc.) ⁵	29'5	28'5	28'5	28'5	26'5

Pigm.óxido hierro	1	1	1	1	1
Bayferrox™140 (Bayer Corp.)					
Sílice ahum.no tratada	0'3	0'3	0'3	0'3	0'3
Cab-o-sil M5 (Cabot,Inc.)					

1. Una resina epóxido sólida de bisfenol A/epiclorohidrina conteniendo una mitad por ciento de peso del agente controlador de fluidez, Modaflow® (Solutia, Inc.).

2.- Un agente endurecedor de diciandiamida acelerado.

3.- Un 2-amino-2metil-1'3-propanodiol.

4. Un tris(hidroximetil)aminometano.

5.- Un metasilicato de calcio natural.

Las composiciones de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina de la Tabla 3 fueron revestidas sobre chapas de acero de 4 x 4 x 1/4" de acuerdo con el mismo procedimiento de revestimiento utilizado en los Ejemplos 1-6 que se exponen con más amplitud más abajo, con la única excepción que todas las chapas fueron precalentadas a una temperatura de 450°F (222'2°C) y luego post-endurecidas durante 2 minutos en un horno graduado a una temperatura de 510°F (265'5°C). Las chapas revestidas también fueron sometidas a la misma prueba de desunión catódica descrita más arriba.

La Tabla 4, que contiene los resultados de las pruebas de desunión catódica de los Ejemplos 7-11 ilustra, además, mediante los Ejemplos 8-12 que las composiciones de revestimiento conteniendo una concentración del 1 al 3% de varias alcanolaminas, y mezclas de las mismas de acuerdo con la presente invención, tendrán una adhesión mejorada si se comparan con una composición, tal como el Ejemplo 7 de control, que contiene un 0% de una alcanolamina.

TABLA 4

Resultados de las pruebas de desunión catódica

(88 h. según CSA Z245.20-02, medido a partir del borde de la parte sin aplicación)

Temperatura de aplic.	Tiempo de post-endur.a 510°F	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11
450°F	2min.	9'9mm	3'7mm	3'1mm	3'4mm	1'1mm

ES 2 295 936 T3

Ejemplos 12 al 16

Los Ejemplos 12-15 de la Tabla 5 ilustran las composiciones de revestimiento en polvo epóxido termofijables conteniendo alcanolamina de la presente invención, en las que se usó Tris Amino® para preparar unas composiciones de revestimiento adecuadas para barras de armadura, tuberías, y otros sustratos metálicos. El Ejemplo 16 es un ejemplo comparativo que contiene un compuesto de un 0% de alcanolamina y un 0% de borato de zinc.

Los Ejemplos 12-15 indican que añadiendo otros aditivos, tales como borato de zinc, que mejora la desunión catódica a largo término, y/o Durite® SD 357B [un agente endurecedor tetrafenol etano (conocido también como TPE)], que da un aumento de densidad de reticulación, a las composiciones de revestimiento que contienen Tris Amino® no afectará adversamente la adhesión mejorada obtenida con las composiciones de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina de la presente invención. Para los ejemplos 12-14, el agente endurecedor epóxido es tetra fenol etano o una mezcla de tetra fenol etano y un agente endurecedor del tipo de diciandiamida acelerado. Para los ejemplos 15 y 16 el agente endurecedor epóxido es un agente endurecedor del tipo de diciandiamida acelerado. Todas las cantidades se dan en porcentajes por peso del peso total de la formulación de revestimiento en polvo.

TABLA 5

Composiciones de revestimiento en polvo

Ingrediente	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14	Ejemplo 15	Ejemplo 16
ResinaEpon™ 2024 (Resol. Performance Produc.LLC) ¹	65'15	66'57	66'35	66'75	67'5
Agente Endur. Epicure™P-101 (Resol Perf. Produc.LLC) ²	0'8	0'8	0'8	0'8	0
Agente Endur. Epicure™P-104 (Resol Perf. Produc.LLC) ³	0	0	0	0	1'7
Agente Endur. Diciandiamida (SKW-Trotsberg)	0	0'68	0'575	0'9	0

ES 2 295 936 T3

Durite® SD357B (Borden Chemicals, Inc.) ⁴	2'85	0'75	0'75	0	0
Tris Amino® (Dow Angus) ⁵	0'3	0'3	0'3	0'4	0
Carga Nyad™M400 (NYCO Minerals, Inc.) ⁶	29	29	27'625	27'25	29'5
Borato de Zinc (Borogard® ZB, US Borax)	0	0	1'7	2'0	0
Pigm.óxidoHierr o Bayferrox™140 (Bayer Corp.)	1	1	1	1	1
Acrilonitrilo/ butadieno (Zealloy® 1422, Zeon Chemical)	0'6	0'6	0'6	0'6	0
Sílice ahum.no tratada Cab-o- sil™M45 (Cabot, Inc.)	0'3	0'3	0'3	0'3	0'3

1. Una resina epóxido sólida de bisfenol A/epiclorohidrina conteniendo una mitad por ciento de peso del agente controlador de fluidez, Modaflow® (Solutia, Inc.)
2. Un aducto imidazol.
3. Un agente endurecedor de diciandiamida acelerado.
4. Un agente endurecedor de fenol-glioxal condensado que también es conocido como TPE (tetra fenol etano).
- 5.- Un tris(hidroximetil) aminometano.
- 6.- Un metasilicato de calcio natural.

ES 2 295 936 T3

Las composiciones de revestimiento en polvo de los Ejemplos 12-16 se preparan usando el mismo procedimiento que se expuso más arriba para los ejemplos 1-6.

Las composiciones de revestimiento en polvo epóxido conteniendo alcanolamina de los ejemplos 12-15 de la Tabla 5 fueron revestidas tanto sobre una chapa de acero de 4 x 4 x 1/4" como sobre una de 4 x 4 x 5/8" en las pruebas de 48 horas, y sobre las de 4 x 4 x 5/8" en las pruebas de 28 días de acuerdo con el mismo procedimiento de revestimiento utilizada más arriba en los Ejemplos 1-6, con las únicas excepciones que las composiciones usadas en las pruebas de 48 horas y 28 días fueron efectuadas a 450°F (232°C). Las chapas probadas para los 28 días fueron luego chorreadas con arena y enjuagadas con ácido fosfórico. Las chapas revestidas fueron sometidas a la misma prueba de desunión catódica descrita más arriba.

La composición de revestimiento en polvo del Ejemplo comparativo 16 fue revestida sobre una chapa de acero de 4 x 4 x 5/8", que había sido chorreada con arena y enjuagada con ácido fosfórico. Las chapas fueron revestidas con 14-18 milésimas de la composición del Ejemplo 16 mediante precalentamiento de la chapa a 470°F (243°C) y luego sumergiendo la chapa en un lecho fluidificado. Después de un post-endurecimiento de 3 minutos, las chapas fueron enfriadas rápidamente en agua. Las chapas de acero revestidas con la composición del Ejemplo 16 fueron luego sometidas a la misma prueba de desunión catódica expuesta más arriba.

La tabla 6 contiene los resultados de las pruebas de desunión catódica de 48 horas de los Ejemplos 12-15. Los Ejemplos 12-13 ilustran que las composiciones de revestimiento que contienen un 0'3% de Tris Amino® y un agente endurecedor de tetra fenol etano tendrán una adhesión mejorada si se comparan con una composición, tal como del Ejemplo 1, que contiene un 0% de alcanolamina.

El ejemplo 14 ilustra que las composiciones de revestimiento que contienen un 0'3% de Tris Amino®, un 1'7% de borato de zinc, y un agente endurecedor de tetra fenol etano tendrán una adhesión mejorada si se comparan con una composición, tal como del Ejemplo 1, que contiene un 0% de alcanolamina. El Ejemplo 14 ilustra, además, cuando se compara con los Ejemplos 12-13, que la adhesión mejorada conseguida mediante adición de una alcanolamina no será adversamente afectada por la adición de borato de zinc ni de un agente endurecedor de tetra fenol etano.

El Ejemplo 15 ilustra que las composiciones de revestimiento que contienen un 0'4% de Tris Amino® y borato de zinc tendrán una adhesión mejorada si se comparan con una composición, tal como del ejemplo 1, que contiene un 0% de una alcanolamina. El ejemplo 15 ilustra, además, cuando se compara con los Ejemplos 2-5, que la adhesión conseguida por la adición de una alcanolamina no se verá adversamente afectada por la adición también de borato de zinc a la composición de revestimiento.

TABLA 6

Resultados de las pruebas de desunión catódica

(48 h. según CSA Z245.20-02, medido desde el borde de la parte sin aplicación)

Temp. De aplicación	Tiempo de post-endurecido a 510°F(265'5°C)	Ejem.12 4x4x1/4"	Ejem.13 4x4x1/4"	Ejem.14 4x4x5/8"	Ejem.15 4x4x5/8"
450°F (232'2°C)	3min.	1'5mmm	1'1mm	-*	1'2mm
450°F (232'2°C)	2min.	-*	-*	1'8mm	-*

* El "-" indica que la desunión no se comprobó para la respectiva composición de revestimiento a la temperatura particular referida.

ES 2 295 936 T3

La Tabla 7 que contiene los resultados de las pruebas de desunión catódica de 28 días de los Ejemplos 14,15 y 16 ilustran mediante los Ejemplos 14 y 15 que las composiciones de revestimiento que contienen Tris Amino® y borato de zinc darán un rendimiento mejorado si se comparan con el Ejemplo 16 que contiene 0% de borato de zinc y 0% de Tris Amino®, incluso cuando se apliquen con una temperatura de aplicación inferior.

TABLA 7

Resultados de las pruebas de desunión catódica

(28 días según TransCanada Pipeline spec. TESCOAT FBE Rev.0, que está basada en CSA Z245.20-98, medido desde el centro de la parte sin aplicación)

Temp. de aplicación	Tiempo de post-endurecido a 510°F (265'5°C)	Ejemplo 14	Ejemplo 15	Ejemplo 16
450°F (232,2°C)	2min.	19'4	17'5	-*
470°F (243'3°C)	2min.	-*	-*	32'9

* El “-” indica que la desunión no se comprobó para la respectiva composición de revestimiento en polvo a la temperatura particular referida.

Ejemplos 17 a 19

Los Ejemplos 17-18 de la tabla 8 ilustran las composiciones de revestimiento en polvo epóxido termofijable que contienen alcanolamina de la presente invención, en las que se incorporaron un agente endurecedor de tipo fenólico y un 1% de una alcanolamina. Los revestimientos en polvo de la Tabla 5 se usan para preparar un revestimiento delgado (2-3'5 milésimas pulg.). El Ejemplo 19 es una muestra de control que contiene 0% de alcanolamina. Todas las cantidades se dan en porcentajes por peso del peso total de la formulación.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 295 936 T3

TABLA 8

Ingrediente	Ejemplo 17	Ejemplo 18	Ejemplo 19
Resina epóxido sólida D.E.R™672U (Dow Chemical Co.) ¹	30	30	30'3
Resina epóxido sólida D.E.R™642U (Dow Chemical Co.) ²	30	30	30'3
Endurecedor fenólico D.E.H™ 84 (DowChemical Co.) ³	20	20	20'2
Agente fluidez Resiflow 200A (Estron Chemical Inc.)	0'9	0'9	0'9
Tris Amino® (Dow Angus) ⁴	1	0	0
Dietanolamina (Aldrich Chemical Co.Inc)	0	1	0
Huber 10 (J.M.HuberCorp) ⁵	17	17	17'2
Negro de humo (Raven® 450, Columbian Chemicals)	0'9	0'9	0'9
Sílice 8120	0'2	0'2	0'2

(Wacker)			
----------	--	--	--

1. Un producto de reacción novolaca modificado de alto peso molecular de resina epóxido líquida y bisfenol-A.
2. Un producto de reacción sólido novolaca modificado de alto peso molecular de resina epóxido líquida y bisfenol-A.
3. Un producto de reacción sólido de resina epóxido líquida y bisfenol-A conteniendo un endurecedor acelerador.
4. Un tris(hidrometil)aminometano.
5. Carga de sulfato de bario.

Los ingredientes que comprenden las composiciones de revestimiento de los ejemplos 17-19 de la Tabla 8 se añadieron a un contenedor y se mezclaron durante 3 minutos aproximadamente. Entonces la mezcla se vertió a un extrusor caliente de fusión, donde la temperatura de salida del extrudido iba de 220 (104'4°C) a 260°F (121'7°C). Después de enfriar en rodillos de enfriamiento refrigerados por agua a aproximadamente 100°F (37'8°C), el extrudido se molió usando un molino Bantam para que se produjeran unas partículas de un tamaño de 2-100 micras, con un tamaño medio de partícula de 40 micras. Luego, cada una de las composiciones de revestimiento de la Tabla 8 así producidas, se aplicó a unas chapas de acero ordinario de 3 x 5 x 0'04" que no habían sido pre-tratadas químicamente.

El procedimiento de aplicación de las composiciones de revestimiento implicaron el rociado electrostáticamente de cada chapa, que se efectuó a una temperatura de 77°F (25°C), con cada una de las respectivas composiciones de revestimiento listadas en la tabla 8.

Luego las chapas fueron endurecidas en un horno graduado a 325°F (162'8°C) durante 10 minutos. Después de sacarlas del horno, las chapas se enfriaron con aire. Después del endurecido, cada chapa se sometió a una prueba de niebla salina de corta duración de acuerdo con ASTM B117, según se describió más arriba.

La Tabla 9, que contiene los resultados de las pruebas de niebla salina de corta duración de los Ejemplos 17-19 ilustra, además, por medio de los Ejemplos 17-18, que las composiciones que contienen alcanolamina de acuerdo con la presente invención, presentan una adhesión mejorada si se comparan con el Ejemplo de control 19 que contiene un 0% de alcanolamina. Más específicamente, las composiciones de revestimiento de los Ejemplos 17-18 tuvieron menos desunión desde la línea de la marca que la composición del Ejemplo 19.

Los ejemplos 17-19 ilustran, además, que la adhesión mejorada se puede obtener incluso a pesar de que las composiciones de revestimiento de la presente aplicación se apliquen a la superficie de un sustrato que haya sido preparado menos que lo ideal.

TABLA 9

Resultados de la prueba de niebla salina

(66 h. de desunión media desde la línea de la marca)

Ejemplo 17	Ejemplo 18	Ejemplo 19
4mm	4mm	7mm

REIVINDICACIONES

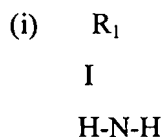
1. Una composición de revestimiento en polvo epóxido que comprende una mezcla íntima de:

- (a) al menos una resina epóxido;
- (b) de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos una alcanolamina;
- (c) al menos un agente endurecedor epóxido en una cantidad efectiva para endurecer dicha composición de revestimiento en polvo; y
- (d) al menos un compuesto de borato de zinc en una cantidad de un 0'5 a 4'75% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo,

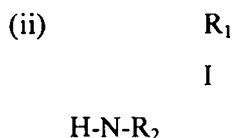
en la que dichos componentes (a), (b), (c) y (d) no se reaccionan antes de ser mezclados entre sí.

2. La composición de revestimiento según la reivindicación 1, en la que la al menos una resina epóxido se selecciona entre los éteres di-glicídicos de 4-4-(bishidroxifenil)alcanos, resinas funcionales epóxido novolacas de fenol, resinas funcionales epóxido novolacas de cresol, resinas funcionales epóxido de bisfenol-A/epiclorohidrina, y mezclas de las mismas.

3. La composición de revestimiento según la reivindicación 1, en la que dicha al menos una alcanolamina comprende al menos uno de



donde R_1 es un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono conteniendo al menos un grupo hidroxilo primario;



donde:

R_1 es un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono, o un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono conteniendo al menos un grupo hidroxilo primario; y

R_2 es un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 10 átomos de carbono conteniendo al menos un grupo hidroxilo primario; y

(iii) unas mezclas de los mismos.

4. La composición de revestimiento según la reivindicación 1, en la que la al menos una alcanolamina se selecciona entre la dietanolamina, etanolamina, 2-amino-1-butanol, 2-amino-2-metil-1-propanol, 2-amino-2-etil-1'3-propanodiol, tris(hidroximetil)

aminometano, 2-amino-2-metil-1'3-propanodiol, monometilaminoetanol, isopropilaminoetanol, t-butilaminoetanol, etilaminoetanol, n-butilaminoetanol, isopropanolamina, diisopropanolamina, y mezclas de los mismos.

5. La composición de revestimiento según la reivindicación 1, en la que la al menos una alcanolamina va de un 0'1 a 0'5% en peso.

6. La composición de revestimiento según la reivindicación 1, en la que el al menos un agente endurecedor es un compuesto endurecedor epóxido seleccionado entre las aminas aromáticas, anhídridos de ácidos, ácidos, ácidos aromáticos, mercaptanos, compuestos fenólicos, derivados de dicianidamida que tengan una reacción de adición y una actividad catalítica de auto-poliadición, imidazoles, aductos de imidazol, hidracidas y mezclas de los mismos.

ES 2 295 936 T3

7. La composición de revestimiento según la reivindicación 1, en la que dicho al menos un compuesto de borato de zinc se selecciona entre el metaborato de zinc, borato de zinc básico, borato de zinc, y mezclas de los mismos.

8. La composición de revestimiento según la reivindicación 1 que comprende, además, al menos una carga seleccionada entre el óxido de calcio, silicato de calcio, sulfato de bario, y mezclas de los mismos, y/o que comprende, además, al menos un aditivo seleccionado entre pigmentos, colorantes, agentes controladores de fluidez, dispersantes, agentes tixotrópicos, promotores de adhesión, antioxidantes, fotoestabilizantes, catalizadores de endurecimiento, agentes anti-corrosión, benzotriazoles sustituidos, polímeros termoplásticos, y mezclas de los mismos.

9. Un método de protección catódica para un material metálico que contiene hierro y que tiene al menos una superficie, que comprende:

(a) someter la superficie del material metálico que contiene hierro a un tratamiento mecánico, y luego

(b) aplicar la composición de revestimiento de la reivindicación 1 a dicha superficie, y finalmente

(c) polarizar el material metálico que contiene hierro y que lleva aplicada la composición de revestimiento de la reivindicación 1 sobre el mismo en función de cátodo.

10. El método de protección catódica de acuerdo con la reivindicación 9 que comprende, además, el revestimiento de un adhesivo y/o una película protectora de grandes cargas y/o una capa de acabado sobre la composición de revestimiento aplicada en la etapa (b).

11. Un procedimiento para revestir un sustrato metálico que comprende la aplicación de la composición de revestimiento según la reivindicación 1 a un sustrato metálico y endurecer dicha composición de revestimiento.

12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 que comprende, además, el precalentamiento del sustrato a una temperatura que va de 177 a alrededor de 243°C (350 a 470°F) antes de aplicar la composición de revestimiento de la reivindicación 1.

13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que dicho sustrato es endurecido a una temperatura que va de 149 a alrededor de 232°C (300 a 450°F).

14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 que comprende, además, el revestimiento de una película protectora de grandes cargas y/o una capa de acabado sobre la composición de revestimiento de la reivindicación 1.

15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que dicho sustrato es una tubería que tiene una superficie interior y/o exterior y en el que dicha composición de revestimiento se aplica a la superficie interior y/o superficie exterior.

16. Un sustrato metálico revestido con la composición de acuerdo con la reivindicación 1.

17. El sustrato según la reivindicación 16, en el que dicho sustrato es una tubería o una barra de armadura.

18. Una composición de revestimiento en polvo epóxido que comprende una mezcla íntima de:

(a) al menos una resina epóxido sólida;

(b) de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de tris (hidroximetil)aminometano;

(c) una cantidad efectiva de tetra fenol etano o de diciandiamida para endurecer la composición de revestimiento en polvo; y

(d) una cantidad efectiva de al menos un catalizador;

en la que dichos componentes (a), (b) y (c) no se reaccionan antes de ser mezclados entre sí.

19. Una composición de revestimiento en polvo epóxido que comprende una mezcla íntima de:

(a) al menos una resina epóxido sólida;

(b) de un 0'02% a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de tris (hidroximetil)aminometano;

(c) de un 0'5 a 4'75% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos un compuesto de borato de zinc;

ES 2 295 936 T3

(d) una cantidad efectiva de tetra fenol etano para endurecer la composición de revestimiento en polvo; y

(e) una cantidad efectiva de al menos un catalizador;

5 en la que dichos componentes (a), (b), (c) y (d) no se reaccionan antes de ser mezclados entre sí.

20. Un procedimiento para hacer una composición de revestimiento en polvo epóxido endurecible que comprende:

(a) añadir al menos una resina epóxido a un recipiente de mezcla;

10

(b) añadir de un 0'02 a 6'0% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos una alcanolamina al recipiente de mezcla;

15

(c) añadir de un 0'5 a 4'75% en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento en polvo, de al menos un compuesto de borato de zinc;

(d) añadir al menos un agente endurecedor epóxido, en una cantidad efectiva para endurecer dicha composición de revestimiento en polvo, al recipiente de mezcla;

20

(e) y mezclar los componentes (a), (b), (c) y (d) entre sí,

en el que dichos componentes (a), (b), (c) y (d) no se reaccionan antes de ser añadidos al recipiente de mezcla.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

FIG. 1

Efecto de la Aplicación de Temperaturas en el Ejemplo 1 de la Composición de Revestimiento que Contiene 0% de Alcanolamina

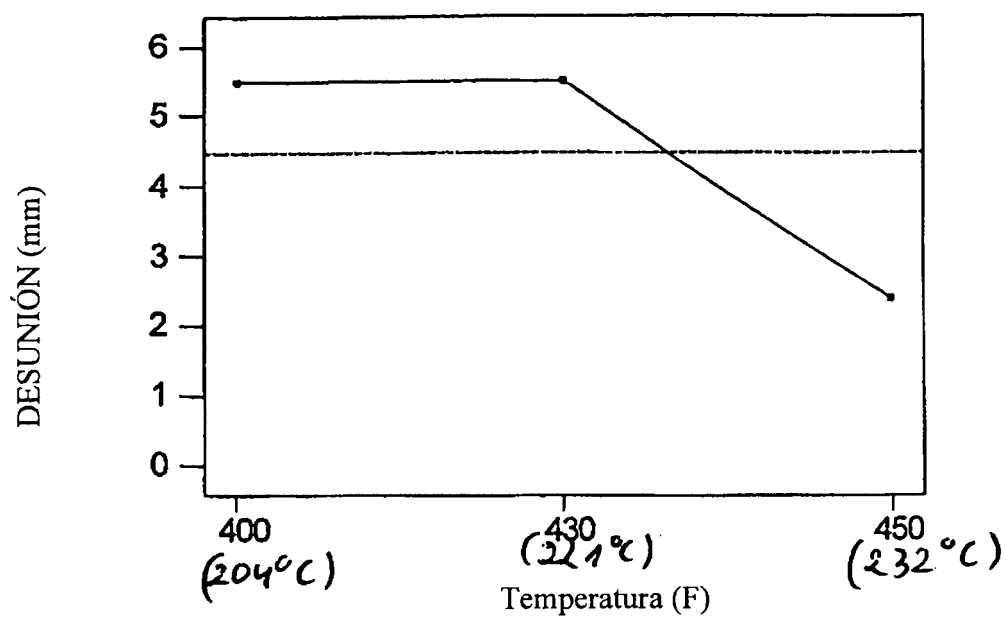


FIG. 2

Efecto de la Aplicación de Temperaturas en el ejemplo 1 de la Composición de Revestimiento que Contiene 0% de Alcanolamina

