



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1013109-4 B1



(22) Data do Depósito: 08/06/2010

(45) Data de Concessão: 20/08/2019

(54) Título: PEÇA COMPÓSITA À BASE DE METAL E DE POLÍMERO, APLICAÇÃO NOTADAMENTE AO DOMÍNIO DO AUTOMÓVEL

(51) Int.Cl.: B32B 15/18; B32B 15/08; B32B 27/18; B32B 27/32.

(30) Prioridade Unionista: 08/06/2009 FR PCT/FR2009/00674.

(73) Titular(es): ARCELORMITTAL INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO, S.L..

(72) Inventor(es): MARJOLAINE DOUX; DIDIER VERCHERE.

(86) Pedido PCT: PCT FR2010000418 de 08/06/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/142868 de 16/12/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 07/12/2011

(57) Resumo: PEÇA COMPÓSITA À BASE DE METAL E DE POLÍMERO, APLICAÇÃO NOTADAMENTE AO DOMÍNIO DO AUTOMÓVEL A presente invenção refere-se essencialmente a uma peça compósita que compreende pelo menos uma chapa de aço revestida de pelo menos uma película polimérica previamente formada por extrusão de uma mistura polimérica que comporta pelo menos um dos seguintes elementos: -um polímero formado de uma dispersão de nódulos de elastômero em uma matriz poliisopropileno, a proporção de elastômero na matriz sendo inferior a 20% em peso do conjunto formado pela matriz e pelo elastômero; - um primeiro antioxidante da família dos antioxidantes fenólicos para um teor em peso superior ou igual a 0,2%; -um segundo antioxidante da família dos antioxidantes decomponentes de hidroperóxidos para um teor em peso superior ou igual a 0,1 %; - cargas de reforço para um teor em peso inferior a 10%. A invenção se refere, além disso, a um processo de fabricação dessa peça compósita e à aplicação dessa peça compósita ao domínio do automóvel e do transporte.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PEÇA COM-
PÓSITA À BASE DE METAL E DE POLÍMERO, APLICAÇÃO NOTADA-
MENTE AO DOMÍNIO DO AUTOMÓVEL"**.

5 A presente invenção refere-se a uma peça compósita à base de metal e de polímero, ao respectivo processo de fabricação e à utilização notadamente no domínio do automóvel e dos transportes.

As peças compósitas permitem concorrer ao alojamento das estruturas automóveis.

10 É conhecida, notadamente pela patente FR 2 866 592, a fabricação, para isso, de uma peça que comporta uma chapa de aço recoberta de uma ou várias películas aderentes de polímero de espessura de pelo menos 0,1 milímetro. Essa peça, à base sob a forma de bobina, deve poder suportar todas as etapas de aplicação (manutenção, recorte, dobra, encaixe, perfuração, ...).

15 Por outro lado, essas peças devem imperativamente suportar a passagem em cataforese e a aplicação de todas as camadas de pinturas sobre a face lado aço. Assim, a integralidade do processo de colocação em pintura automóvel é transponível sobre esse compósito, como sobre uma superfície metálica clássica, com as mesmas pinturas e as mesmas espes-
20 suras, portanto, em final com o mesmo aspecto pintado. A cataforese é uma técnica de pintura industrial, empregada notadamente na indústria automobilstica que consiste essencialmente em imergir a peça em um banho de pintura, colocando a peça em catodo e fazendo migrar as partículas de pintura em suspensão no banho por meio de uma corrente elétrica. Em seguida, a
25 pintura é cozida no forno.

Por conseguinte, a peça deve, portanto, poder suportar uma passagem em uma atmosfera a uma temperatura compreendida entre 150 e 210°C durante aproximadamente 30 minutos e não apresentar zonas de retirada, de escoamento, de deformação ou de problemas internos que põem
30 acarretar craqueamento, fissuração, deformação ou uma deslaminação entre o metal e o polímero. Sua estabilidade térmica deve ser suficientemente elevada para manter durante as etapas de preparo de superfície e de tratamen-

to de superfície do metal e todas as etapas de cozimento das diferentes camadas de pinturas. O ciclo de cozimento da camada de cataforese é o mais rigoroso para o polímero comparativamente aos outros ciclos de cozimento das camadas de pintura: o preparo, a base e o verniz.

5 Além disso, a fabricação dessa peça deve ser compatível com as saídas de linhas e notadamente a saída de linha de galvanização ou de linha de laqueamento, denominada vernissage em faixa ou laqueamento em faixa. Isto supõe que a película de polímero, seja de grande espessura (tipicamente 300 μm) e se apresenta sob a forma de uma bobina de grande largura (tipicamente 1,5 m), a fim de ser colaminado sobre a chapa de aço a
10 velocidades que podem ir até 180 m/min.

Enfim, em serviço sobre um veículo automóvel, a peça deve resistir a variações térmicas que vão de -40 a 80°C.

É conhecido pela patente US 4 229 504 recorrer a um polímero
15 que compreende 10 a 70% de cargas inorgânicas e 30 a 90% de uma mistura ela própria constituída de 50 a 75% de uma poliolefina e de 25 a 50% de um elastômero. Esse polímero, associado a um ornato metálico, não se deforma, quando da etapa de cataforese. Todavia, as elevadas proporções de elastômero e de cargas inorgânicas, necessárias à resistência à deforma-
20 ção, deterioram as propriedades mecânicas do polímero, tais como sua rigidez e seu alongamento, e impedem também a fabricação de películas homogêneas e de grande largura por extrusão.

A invenção tem por finalidade prevenir os inconvenientes da técnica anterior, fornecendo uma mistura polimérica extrudável sob uma forma
25 compatível com o processo de fabricação da peça compósita e uma peça compósita resistente à etapa de cataforese.

Para isso, a peça compósita da invenção compreende pelo menos uma chapa de aço revestida de pelo menos uma película polimérica previamente formada por extrusão de uma mistura polimérica que comporta
30 pelo menos os seguintes elementos:

- um polímero formado de uma dispersão de nódulos de elastômero em uma matriz polipropileno, a proporção de elastômero na matriz

sendo inferior a 20% em peso do conjunto formado pela matriz e pelo elastômero;

- um primeiro antioxidante da família dos antioxidantes fenólicos para um teor em peso superior ou igual a 0,2%;

5 - um segundo antioxidante da família dos antioxidantes decomponentes de hidroperóxidos para um teor em peso superior ou igual a 0,1%;

- cargas de reforço para um teor em peso inferior a 10%.

A peça compósita da invenção pode também comportar as seguintes características opcionais consideradas isoladamente ou em combinação:

10 - a proporção de elastômero na matriz está compreendida entre 8 e 20% em peso do conjunto formado pela matriz e pelo elastômero;

- o primeiro antioxidante está presente na mistura polimérica com altura de 0,2% e de o segundo antioxidante está presente na mistura polimérica com altura de 0,1%;

15 - as cargas são o microtalco;

- a peça compósita comporta, além disso, uma camada polimérica de poliolefina funcionalizada em subface da película polimérica;

20 - a película polimérica é recoberta de uma camada polimérica de poliolefina funcionalizada;

- a peça compósita comporta, além disso, entre a chapa de aço e a película polimérica, um primário aplicado sobre a chapa de aço e/ou uma cola aplicada sobre o primário.

A invenção se refere também a um processo de fabricação da peça compósita essencialmente caracterizado pelo fato de compreender pelo menos uma etapa de extrusão da mistura polimérica sob a forma de uma película e uma etapa de colaminação da película polimérica obtida sobre a chapa em aço, eventualmente recoberta de um primário e de uma cola. Opcionalmente a mistura polimérica é coextrudada com a camada polimérica de poliolefina funcionalizada.

30

Enfim, a invenção se refere à utilização da peça compósita da invenção anteriormente descrita no domínio do automóvel.

A utilização da peça compósita da invenção pode também comportar as seguintes características opcionais consideradas isoladamente ou em combinação:

- a peça compósita é enformada por encaixe, estampagem, hidroformagem ou perfilamento;
- a peça compósita é utilizada para a fabricação de peças por sobremoldagem.

No conjunto do texto, entender-se-á por chapa de aço um substrato de aço eventualmente recoberto de um revestimento metálico por galvanização ou eletrodeposição e eventualmente recoberto de um tratamento de superfície tal como um tratamento de conversão.

A invenção será melhor compreendida com a leitura da descrição que se segue:

De forma surpreendente, foi constatado pelos inventores que a combinação de um polímero formado de uma dispersão de nódulos de elastômero em uma matriz polipropileno e pequenas quantidades de antioxidantes e cargas minerais, tais como o microtalco permitia obter, por um lado, uma mistura polimérica extrudada sob a forma de uma película de grande espessura e grande largura e, por outro lado, uma peça compósita resistente à etapa de cataforese.

A mistura polimérica é baseada em uma matriz polipropileno que oferece o melhor compromisso das propriedades de uso (mecânicas, de isolamento e de não sonorização), custo, impacto ambiental (redução de peso, diminuição dos compostos orgânicos voláteis reampliados). Essa matriz pode ser constituída de um único polipropileno ou de uma mistura de vários polipropilenos. De preferência, ter-se-á recorrido a um polipropileno isotático de massa molar em peso de aproximadamente 400 000 g/mol e de MFI (índice de fluidez) de aproximadamente 2, que participa da resistência da película polimérica a -40°C.

A essa matriz é acrescentado um elastômero em proporções que vão de 8 a 20% em peso de elastômero na matriz polipropileno. Esse elastômero poderá ser, por exemplo, um EPR (*Ethylene / Propylene Rubbers*) ou um EPDM (*Ethylene / Propylenediene terpolymer*). Ele é introduzi-

do na matriz propileno sob a forma de uma fase dispersada, o que significa que nódulos de elastômeros são uniformemente repartidos na matriz polipropileno.

5 Esses nódulos de elastômero exercem o papel de concentrador de esforço, o que acarreta a propagação das fissuras. O acréscimo de elastômero permite nesse caso passar de um modo de ruptura frágil a um modo de ruptura dúctil.

10 Abaixo de 8% em peso de elastômero na matriz, a manutenção a frio da película polimérica é julgada insuficiente. Além de 20% de elastômero, a dispersão dos nódulos de elastômero na matriz polipropileno se degrada e o elastômero começa a se dissolver na matriz e plastifica. Essa plastificação é particularmente penalizante, pois ela conduz a uma perda da rigidez da película polimérica.

15 Preferencialmente, ter-se-á recorrido ao EPR, em proporções compreendidas entre 14 e 17%, o que apresenta o melhor compromisso entre os desempenhos de manutenção a frio da película polimérica e a qualidade da fase dispersada.

20 A mistura polimérica, de acordo com a invenção, sofre três fases sucessivas de fortes esforços térmicos que são a extrusão, a etapa de cataforese e a fase de serviço por toda a duração de vida do veículo. A fim de minimizar a degradação da mistura polimérica no decorrer dessas três fases, essa mistura incorpora aditivos complementares.

25 Em primeiro lugar, a fim de evitar a degradação, quando da extrusão e a etapa de cataforese, a mistura polimérica contém uma mistura de dois antioxidantes. O primeiro antioxidante pertence à família dos antioxidantes fenólicos. Esse primeiro antioxidante agirá principalmente quando da extrusão da mistura polimérica, evitando a oxidação do segundo antioxidante.

30 O segundo antioxidante pertence à família dos antioxidantes decomponentes de hidroperóxidos. Ele vai, entre outros, ter um papel sobre a manutenção térmica da película polimérica é durante a cataforese.

A singularidade dessa mistura se refere a uma sinergia entre esses dois antioxidantes que permite à película polimérica feita à base de um

polímero que só não suporta a cataforese, passar dessa operação sem degradação, nem zonas de retirada ou de esforços na película orgânica que pode acarretar a deslaminação entre o metal e o polímero.

5 Esse efeito de sinergia só é válido para quantidades respectivas específicas desses dois antioxidantes na mistura polimérica, a saber um mínimo de 0,2% em peso da mistura polimérica para o primeiro antioxidantes o mínimo de 0,1% em peso da mistura polimérica para o segundo antioxidante.

10 Testes feitos com percentagens idênticas de 0,1% em peso da mistura polimérica para os dois antioxidantes mostraram que a peça composta resultante não passava a cataforese.

Escolher-se-á, de preferência, como primeiro antioxidante do tetrakis (3-(3,5-di-t- butil-4-hidróxi fenil) propionato de penta eritrol) vendido com os nomes comerciais de IRGANOX[®] e ETHANOX[®].

15 Como segundo antioxidante, escolher-se-á, de preferência, um fosfito aromático, e mais especificamente, fosfito de tris (2,4-di-t- butil fenila) vendido pelo nome comercial de ETHAPHOS[®].

20 Em segundo lugar, por toda a duração de vida de um veículo, o polímero deve se degradar o menos possível. Assim, é preferível que esse polímero, além de sua manutenção em temperatura mantenha perfeitamente sua influência do meio ambiente: envelhecimento termodinâmico (temperaturas elevadas), envelhecimento termo-oxidativo (temperatura e oxigênio), envelhecimento químico em meio líquido (água, reagentes químicos (sal, projeção de lamas sujas e corrosivas, gasolina, óleo...)). Por outro lado, buscase também que o composto suporte, em serviço, as mudanças climáticas (-25 40°C a + 80°C) conforme explicado anteriormente, e as agressões mecânicas (cascalhos, choques *caddies*).

30 Para isso, acrescentam-se também na mistura polimérica cargas de reforço para uma percentagem mássica inferior a 10%. Além de 10%, as cargas alteram o alongamento à ruptura da película polimérica e sua duração tende a marcar a superfície das peças compostas enformadas, tornando essa superfície de uma qualidade imprópria à utilização da peça compósi-

ta no setor automóvel.

Essas cargas permitem notadamente poder diminuir a quantidade de antioxidantes presentes na mistura polimérica, beneficiando se do efeito sinérgico descrito anteriormente e evitar, portanto, modificar, de forma muito conseqüente, as propriedades do polímero. As cargas aumentam a resistência térmica e mecânica, elas conferem à película polimérica uma resistência aos choques satisfatória à -40°C , assim como uma boa rigidez a $+80^{\circ}\text{C}$.

Além disso, as cargas contribuem sensivelmente à minimização da retirada da película polimérica, quando da fase de cataforese. Essas cargas agem como pontos de reticulação que melhoram a estabilidade das cadeias amorfas e como concentradores de esforço. Eles melhoram assim a estabilidade dimensional da película polimérica.

Pode-se utilizar qualquer tipo de cargas (minerais, orgânicas, metálicas) conhecidas, por exemplo, a dolomita, os carbonatos de cálcio ou de magnésio, a cal, o quartzo, o nitreto de boro, o sulfeto de zinco, o caulim, a wolastonita, o dióxido de titânio, a sílica, a Montmorilonita (nano-argila), as esferas de vidro, as fibras de vidro ou de carbono, o talco, a mica ou ainda o negro de fumo, a grafita lamelar, os nanotubos de carbono, as fibras de inox, os fosfetos metálicos, as fibras de poliamida e de cargas celulósicas.

De forma preferencial, utiliza-se microtalco, que compreende plaquetas de tamanho inferior ao micrón. Ele é notadamente comercializado sob a forma de granulado em mistura mestre (mistura mestre à base de polipropileno e de microtalco) por multibase, Groupe Dow Corning. O microtalco sob a forma de granulado em mistura mestre é vantajoso pelo fato de permitir obter uma dispersão muito boa na mistura polimérica e, portanto, no final de um aspecto muito bom de superfície. Por outro lado, com somente entre 2 a 9% em peso de microtalco, a película polimérica conserva seu alongamento, seu aspecto e sua flexibilidade, aumentando muito as propriedades mecânicas da película polímero. Essa percentagem de microtalco facilitado também a extrusão da película, aumentando ligeiramente a viscosidade da mistura polimérica. Ao contrário, além de 10%, as cargas, que são de uma

grande dureza, usam prematuramente os instrumentos de extrusão.

Além disso, durante a etapa de extrusão da película, à temperatura de extrusão do polipropileno, não aparece incompatibilidade ou de interação química entre os antioxidantes e o microtalco podendo acarretar uma
5 degradação da película ou uma mudança de sua estrutura semicristalina e uma perda de suas propriedades ou de seu aspecto ou de sua durabilidade.

Além disso, o recurso ao microtalco diminui significativamente a retirada da película polimérica, quando da etapa de cataforese comparativamente a outras cargas. Com efeito, esse microtalco está sob a forma de
10 plaquetas que se orientam no sentido da extrusão. Essas plaquetas encontram assim com mais eficácia a retirada e tornam esta homogênea nas duas direções transversais e longitudinais da extrusão.

Pode-se, além disso, prever a introdução de cargas condutoras (esférica ou lamelar ou agulha ou fibra) na mistura polimérica, a fim de tornar
15 a película polimérica condutora e assim apta a receber uma pintura (líquida ou em pó) depositada por via eletrolítica ou eletrostática.

Independentemente de sua utilização no setor automobilístico, a película polimérica deve aderir de forma otimizada sobre a chapa de aço.

Para isto, prevê-se aplicar sobre a chapa, por exemplo, na saída
20 de banho de galvanização, um tratamento de superfície e um primário orgânico depositado por revestimento (para linha de laqueamento). A tecnologia empregada sobre as linhas de laqueamento dos aços planos consiste em aplicar com rolo o primário anticorrosão.

Esse primário orgânico, classicamente entre 6 e 10 microns, assegura a proteção do metal e a perfeita aderência entre o metal e as camadas orgânicas. Além disso, esse primário deve ser extremamente flexível, a fim de permitir a enformação do compósito. Os primários são classicamente misturas à base de resina poliéster que reticulam em presença de endurecedor de tipo melanina e/ou isocianato. Esses primários possuem também
30 pigmentos inorgânicos e inibidores de corrosão. No âmbito desse compósito, privilegia-se a utilização de um primário extremamente flexível, na base, com massas molares muito elevadas, com uma aderência metal / polímero ex-

trema. No nível do compósito, em razão do papel sacrificial do revestimento metálico, também em razão do tratamento de superfície sem cromo (tratamento de conversão) e do primário, a corrosão sobre corte se acha consideravelmente minimizada.

5 Esse primário pode ser recoberto de uma cola. Essa cola é também aplicada aos cilindros por revestimento, classicamente entre 3 e 20 μm , ela deve imperativamente formar uma película contínua, aplicando-se as condições da linha industrial (velocidade da linha até 180 m/min). Essa cola pode ser da família dos epóxidos, mas também da família dos poliésteres.

10 Ela deverá também ser selecionada em razão de sua perfeita compatibilidade com o primário e o polipropileno, mas certamente em razão de sua ausência de retirada durante o cozimento do compósito. Graças à cola, a adesão da película polimérica sobre a chapa de aço é melhorada. Pode-se escolher como cola a cola MORAD[®] de Rohm & Haas ou a cola de referência

15 FL 200 ou HL 406 que são comercializadas por Kommerling.

 Alternativamente, pode-se também prever, permanecendo no âmbito da invenção, substituir a cola e/ou o primário por uma camada polimérica aderente constituída de uma poliolefina funcionalizada, de forma a torná-la polar e, portanto, aderente entre a chapa e a película polimérica,

20 essa camada assegurando a adesão da película polimérica sobre a chapa. Essa camada aderente será seja depositada diretamente sobre o metal, seja coextrudada com a mistura polimérica, de acordo com a invenção. Mas essa camada polimérica deverá ela também suportar a passagem em cataforese, assim como as outras exigências requeridas no domínio automobilístico. Escolher-se-á, de preferência, um polipropileno enxertado anidrido maleico para

25 isso.

 A película polimérica é fabricada, de preferência, segundo um processo clássico de extrusão. O polímero, os antioxidantes e as cargas são introduzidos sob a forma de granulados no estojo cilíndrico termo-regulado

30 no interior do qual encontra um parafuso sem fim que malaxa os granulados e os transporta para uma fieira, para se obter uma mistura homogênea em via fundida. Depois a fieira confere à massa plástica, a forma de uma pelícu-

la de espessura de aproximadamente 300 micrometros que é aplicada sobre a chapa eventualmente revestida do primário, e, se for o caso da cola ou da camada aderente de polipropileno enxertado.

5 Obtém-se então a peça compósita que, para aplicações automobilísticas, será em seguida enformada, por exemplo, por encaixe e submetida a colocação em pintura (fosfatação, cataforese, depósito e cozimento de todas as camadas de pintura). A peça pode também ser recortada, perfurada e ligada por parafusão ou soldagem com outros termoplásticos por ultrassons. A película polímero será homogênea, com um aspecto perfeito, a fim de não deixar nenhuma marca quando da enformação do compósito. Anotar-se-á, em particular, que a peça compósita, de acordo com a invenção, tem a vantagem de ser formada de uma película polimérica termoplástica compatível com o processo de sobremoldagem consistindo em moldar a matéria plástica sobre uma peça ou em torno dela.

15 Pode-se também prever que a face polimérica da peça compósita seja compatível com os adesivos e os mastiques do setor automóvel. Para a realização de certas peças automobilísticas, tais como, por exemplo, a parte inferior da porta, é, com efeito, importante que colem sobre a face polimérica os adesivos estruturais ou semi-estruturais, os mastiques de estanqueidade ou ainda os mastiques de calagem que são, de natureza química variada, tal como epóxi, poliuretano e borracha.

25 A matriz de polipropileno utilizada no âmbito da invenção é de uma natureza química, não permitindo a aderência dos adesivos e mastiques. A fim de prevenir esse inconveniente, pode-se seja funcionalizar a matriz, seja depositar sobre a película polimérica uma camada adesiva compatível, por um lado, com o polipropileno e, por outro com os adesivos e mastiques do setor automobilístico.

30 De preferência, ter-se-á recorrido a uma camada adesiva, compreendendo uma poliolefina funcionalizada por meio de funções polares, tais como acrilatos e anidrido maleico. Essa camada adesiva será seja depositada diretamente sobre a película polimérica, por exemplo, por colaminação ou por revestimento, seja coextrudada com a mistura polimérica, de acordo com

a invenção. Ela terá, de preferência, uma espessura compreendida entre 30 e 100 μm . De preferência, ter-se-á recorrido a uma camada de polipropileno enxertado anidrido maleico, tais como o Priex[®] 25050 comercializado pela sociedade Addcomp.

5 Enfim, anotar-se-á uma vantagem notável da peça compósita da invenção que reside no fato de a aderência entre o metal e o polímero é tão boa que, assim, esse compósito pode ser reciclável; ele suporta assim uma moagem e uma irregularidade.

10 A fim de ilustrar a invenção, testes foram realizados e vão ser descritos a título de exemplos não limitativos.

Testes

15 O módulo de Young e o alongamento à ruptura são medidos segundo a norma ASTM D368 com amostras de tipo M-II formadas da película polimérica sozinha, para uma velocidade de teste de 50 mm/min e a 23°C. O módulo de Young E deve ser superior a 1000 MPa e o alongamento à ruptura superior aquele do aço utilizado.

20 A aderência da película polímero sobre a chapa de aço é avaliada por meio de um teste de descascamento normalizado (ISO1139). A partir de amostras de 200 mm x 25 mm, introduz-se, por um lado, a extremidade da película polimérica em um freio de uma máquina de tração e, por outro lado, a extremidade do metal no segundo freio. A força necessária ao descascamento da película para uma velocidade de deslocamento dos freios de 100 mm/min é indicativa da aderência da película. A aderência da película é julgada suficiente, quando a força de descascamento ultrapassa 2 daN/cm.

25 Esse teste é feito, por um lado, sobre amostras controladas à temperatura ambiente e, por outro lado, sobre amostras que sofreram uma etapa de cataforese, a saber uma manutenção a 175°C durante 30 minutos.

30 A retirada da película polimérica, quando da etapa de cataforese é avaliada, submetendo-se uma caçamba, obtida por encaixe de uma peça compósita, a uma temperatura de 210°C, durante 45 minutos. Um disco de 150 mm de diâmetro é recortado em uma peça compósita, depois encaixado com o auxílio de um punção a 25 mm / min, de forma a atingir a profundida-

de de 50 mm. Após passagem a 210°C durante 45 minutos, a retirada eventual da película é medida manualmente no nível da virola da caçamba. A retirada da película polimérica deve ser inferior a 2 mm em qualquer ponto da virola.

5 A manutenção em temperatura da película polimérica é avaliada por um teste de deformação expondo uma peça compósita verticalmente a uma temperatura de 210°C durante 30 minutos. A manutenção da película em temperatura será satisfatória, se houver ausência de deformação.

10 A manutenção a frio da película polimérica é avaliada, submetendo-se uma peça compósita mantida a -40°C ao choque de uma esfera de aço de 25 mm de diâmetro e 66,8 g deixada de 1 mm. No nível do ponto de impacto, mede-se manualmente o diâmetro da zona de ruptura da película polimérica. Esse teste é feito sobre amostras que sofreram uma etapa de cataforese, a saber uma manutenção a 175°C durante 30 minutos. A ruptura
15 da película deve ser limitada a uma zona muito reduzida, tipicamente 1-2 mm de diâmetro.

Quando dos testes de extrusão da mistura polimérica, controla-se também para que a extrusão se faça sem depósito de fieira, isto é, sem formação de aglomerados sobre as saliências da extrudadora. A mistura que
20 acarreta depósitos da fieira são afastadas em razão da falta de homogeneidade da película polimérica formada.

Quando dos testes de colaminação da película polimérica, controla-se também para que a película possa ser co-laminada a velocidades superiores a 50 m/min, a fim de que a fabricação da peça compósita seja
25 compatível com as linhas de galvanização e de laqueamento.

A compatibilidade da face polimérica da peça compósita com os adesivos e os mastiques do setor automobilístico é avaliada por meio de um teste de tração sobre uma amostra formada de uma lingüeta da peça compósita, de acordo com a invenção, e de uma lingüeta de metal desprotegido,
30 as duas lingüetas sendo coladas sobre uma parte de sua superfície por meio de adesivos e de mastic representativos destes utilizados no setor automobilístico. Os adesivos retidos para a realização do teste são as referên-

5 cias BM1496V[®] (adesivo estrutural à base de epóxi comercializado por Dow), RB10BV[®] (adesivo semiestrutural à base de borracha comercializado por Revocoat) e Terostat 1159[®] (mastique de calagem comercializado por Henkel). O esforço máximo obtido quando do teste de tração é comparado a uma referência constituída de duas lingüetas em metal desprotegido. O resultado não deve se afastar de mais de 30% da referência.

Exemplos

10 A tabela 1 resume as características de algumas peças compósitas formadas e as propriedades obtidas. PP1 e PP2 são dois polipropileno isotáticos que se diferenciam por sua taxa de gel. Eles são vendidos por total Petrochemicals respectivamente sob as referências PPC3650 e PPC3666 e incorporam já o EPR.

Foi constatado que só as peças compósitas, de acordo com a invenção, apresentam as características técnicas desejadas. Com efeito:

15 - na ausência de cargas de reforço (testes nº 5 e nº 6), a película polimérica apresenta um módulo de Young a 20°C insuficiente e pode apresentar uma retirada importante no teste de retirada sobre caçamba;

20 - na presença de elevadas taxas de cargas (testes nº 7 e nº 8), observa-se notadamente depósito de fieira e má resistência ao choque a 40°C;

- se a percentagem do primeiro oxidante for inferior a 0,2% (teste nº 9), a película polimérica será deformada no teste de deformação.

25 A tabela 2 resume os resultados de compatibilização com os adesivos e os mastiques do setor automóvel obtidos com uma camada adesiva coextrudada com a mistura polimérica, de acordo com a invenção.

Teste nº	1*	2*	3*	4*
Natureza da matriz	PP1	PP1	PP2	PP1
Natureza do elastômero	EPR	EPR	EPR	EPR
% elastômero na matriz PP	14%	14%	16%	17%
Natureza das cargas	µtalco	µtalco	µtalco	µtalco
% de cargas	7%	8%	7%	7%
1º oxidante	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]

Teste nº	1*	2*	3*	4*
% do 1º anti-oxidante	0,2%0,2%	0,2%	0,2%	0,2%
2º anti-oxidante	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]
% do 2º anti-oxidante	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%
Velocidade de colaminação	110 m/min	130 m/min	NE	NE
Depósito feira	NÃO	NÃO	NÃO	NÃO
Espessura de película (µm)	300	300	300	300
Largura da película (mm)	1400	1300	300	300
Força de descascamento (DaN/cm)	5,24	2,2	5,23	3,61
Força de descascamento após cataforese (DaN/cm)	NE	NE	3,81	3,74
E (Mpa) sentido do comprimento / sentido pontual	1200	2313	1200	1198
	1300	2417	1400	1000
Alongamento sentido do comprimento / sentido pontual	1100	1276	840	795
	900	1237	880	540
Retirada sobre caçamba (mm)	0	1	0	0
Deformação	NÃO	NÃO	NÃO	NÃO
Manutenção ao choque a -40°C(mm)	1,1	NE	1	1,1

Continuação da tabela 1

Teste nº	5	6	7	8	9
Natureza da matriz	PP1	PP2	PP1	PP1	PP1
Natureza do elastômero	EPR	EPR	EPR	EPR	EPR
% elastômero na matriz PP	17%	16%	13%	13%	14%
Natureza das cargas	<u>NÃO</u>	<u>NÃO</u>	Ca-CO3	CaCO3	µtalco
% de cargas	0%	0%	<u>23%</u>	<u>34%</u>	7%
1º oxidante	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]
% do 1º antioxidante	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	<u>0,1%</u>
2º antioxidante	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]	Ethanox [®]
% do 2º antioxidante	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%
Velocidade de colamina-	NE	NE	130	NE	130

Teste nº	5	6	7	8	9
ção			m/min		m/min
Depósito feira	NÃO	NÃO	SIM	NE	NÃO
Espessura de película (µm)	300	300	300	300	300
Largura da película (mm)	300	300	NE	NE	1300
Força de descascamento (DaN/cm)	5,54	5,03	NE	NE	NE
Força de descascamento após cataforese (DaN/cm)	3,81	4,29	NE	NE	NE
E (Mpa) sentido do comprimento / sentido pontual	<u>820</u>	<u>960</u>	NE	NE	NE
	<u>830</u>	<u>870</u>	NE	NE	NE
Alongamento sentido do comprimento / sentido pontual	950	1000	NE	NE	NE
	1100	1000	NE	NE	NE
Retirada sobre caçamba (mm)	0	9	NE	NE	NE
	NÃO	NÃO	NE	NE	NE
Deformação	NÃO	NÃO	NE	NE	<u>SIM</u>
Manutenção ao choque a -40°C(mm)	0	0	NE	9	NE

Tabela 1 (* = peça compósita, de acordo com a invenção; NE = não avaliado)

Teste nº		1	2*
Natureza da camada aderente		Referência	Priex®
Esforço máximo (Mpa) com os adesivos e mastiques seguintes	BM1496V®	21,5	17,5
	RB10BV®	11,7	14,2
	Terostat 1159®	0,5	0,5

Tabela 2 (* = peça compósita, de acordo com a invenção; NE = não avaliado).

REIVINDICAÇÕES

1. Peça compósita compreendendo pelo menos uma chapa de aço revestida de pelo menos uma película polimérica previamente formada por extrusão de uma mistura polimérica que comporta pelo menos os seguintes elementos:
- 5
- um polímero formado de uma dispersão de nódulos de elastômero em uma matriz polipropileno, a proporção de elastômero na matriz sendo inferior a 20% em peso do conjunto formado pela matriz e pelo elastômero;
 - 10 - um primeiro antioxidante da família dos antioxidantes fenólicos para um teor em peso superior ou igual a 0,2%;
 - um segundo antioxidante da família dos antioxidantes decomponentes de hidroperóxidos para um teor em peso superior ou igual a 0,1%;
 - cargas de reforço para um teor em peso inferior a 10%.
- 15 2. Peça compósita, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de a proporção de elastômero na matriz estar compreendida entre 8 e 20% em peso do conjunto formado pela matriz e pelo elastômero.
3. Peça compósita, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de o primeiro antioxidante estar
- 20 presente na mistura polimérica com altura de 0,2% e de o segundo antioxidante estar presente na mistura polimérica com altura de 0,1%.
4. Peça compósita, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de as cargas serem o microtalco.
5. Peça compósita, de acordo com qualquer uma das reivindicações
- 25 precedentes, caracterizada pelo fato de comportar, além disso, uma camada polimérica de poliolefina funcionalizada em subface da película polimérica.
6. Peça compósita, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de a película polimérica ser reco-
- 30 berta de uma camada polimérica de poliolefina funcionalizada.
7. Peça compósita, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizada pelo fato de comportar, além disso, entre a

chapa de aço e a película polimérica, um primário aplicado sobre a chapa de aço e/ou uma cola aplicada sobre o primário.

5 8. Processo de fabricação de uma peça compósita, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de compreender pelo menos uma etapa de extrusão da mistura polimérica sob a forma de uma película e uma etapa de colaminação da película polimérica obtida sobre a chapa em aço, eventualmente recoberta de um primário e de uma cola.

10 9. Processo de fabricação, de acordo com a reivindicação 8, de uma peça, como definida na reivindicação 5 ou 6, caracterizado pelo fato de a mistura polimérica ser coextrudada com a camada polimérica de poliolefina funcionalizada.

10. Utilização da peça compósita, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, no domínio automobilístico.

15 11. Utilização, de acordo com a reivindicação 10, caracterizada pelo fato de essa peça compósita ser enformada por encaixe, estampagem, hidro-enformação ou perfilagem.

12. Utilização, de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 ou 11, para a fabricação de peças por sobremoldagem.