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

(21) PI 0920755-4 A2

(22) Data do Depósito: 25/09/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 18/08/2020

(54) Título: REVESTIMENTOS DE FLUOROPOLIMERO COMBINADOS PARA SUBSTRATOS RIGIDOS

(51) Int. Cl.: C08L 27/18; C09D 127/18.

(30) Prioridade Unionista: 16/01/2009 US 61/145,433; 20/01/2009 US 61/145,875; 26/09/2008 US 61/100,311; 31/10/2008 US 61/109,950.

(71) Depositante(es): WHITFORD CORPORATION.

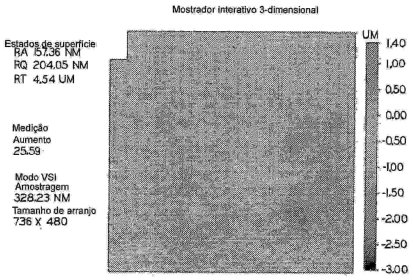
(72) Inventor(es): LAWRENCE D. LEECH; LEONARD W. HARVEY.

(86) Pedido PCT: PCT US2009058407 de 25/09/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/036911 de 01/04/2010

(85) Data da Fase Nacional: 28/03/2011

(57) Resumo: REVESTIMENTOS DE FLUOROPOLÍMERO COMBINADOS PARA SUBSTRATOS RÍGIDOS. A presente invenção refere-se a uma composição de revestimento de fluoropolímero que pode ser aplicada sobre uma primeira demão e/ou pelo menos um revestimento intermediário em um sistema de revestimento não pegajoso. A composição de revestimento pode ser preparada e aplicada na forma de uma dispersão líquida, e inclui pelo menos um componente base de fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE) e, em particular, pelo menos um PTFE de alto peso molecular (HPTFE). A composição de revestimento adicionalmente inclui uma composição de fluoropolímero combinada. A composição de fluoropolímeros combinados é uma combinação de pelo menos um PTFE de baixo peso molecular (LPTFE) e pelo menos um fluoropolímero processável em fusão. Após aplicação diretamente a um substrato ou sobre um revestimento subjacente, o revestimento demonstra aperfeiçoada resistência à abrasão e arranhão, assim como aperfeiçoadas características de liberação, comparado a revestimentos conhecidos que incluem somente HPTFE ou HPTFE com uma pequena quantidade de fluoropolímero de fusão processável.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"REVESTIMENTOS DE FLUOROPOLÍMERO COMBINADOS PARA SUBSTRATOS RÍGIDOS".**

REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDOS DE PATENTE RELACIONADOS

Este pedido de patente reivindica o benefício sob Título 35, U.S.C. §119(e) de pedido de patente provisória U.S. N° de série 61/100.311, intitulado BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS, depositado em 26 de setembro de 2008; Pedido de Patente Provisória U.S. N° de série 61/109.950, intitulado FLUOROPOLYMER TOPCOATS INCLUDING BLENDED FLUOROPOLYMER ADDITIVES, depositado em 31 de outubro de 2008; Pedido de Patente Provisória U.S. N° de série 61/145.433, intitulado BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS, depositado em 16 de janeiro de 2009; e Pedido de Patente Provisória U.S. N° de série 61/145.875, intitulado BLENDED FLUORPOLYMER COMPOSITIONS, depositado em 20 de janeiro de 2009, as exposições dos quais são aqui incorporadas inteiramente por referência.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

1.Campo da Invenção

A presente invenção refere-se a fluoropolímeros e, em particular, refere-se a revestimentos de fluoropolímeros, tais como revestimentos do tipo usado sobre substratos rígidos tais como utensílio de cozinhar ou outras aplicações nas quais uma superfície não pegajosa e/ou superfície resistente à abrasão é desejada. Em particular, a presente invenção refere-se a um revestimento de fluoropolímero tendo aperfeiçoadas características de liberação ou não pegajosice e/ou aperfeiçoada resistência à abrasão.

2. Descrição da Técnica Relacionada

Fluoropolímeros são polímeros de cadeia longa compreendendo principalmente unidades de repetição lineares etilênicas nas quais alguns ou todos os átomos de hidrogênio são substituídos com flúor. Exemplos incluem politetrafluoroetileno (PTFE), metilfluoroalcóxi (MFA), flúor etileno propileno (FEP), perfluoroalcóxi (PFA), poli(clorotrifluoroetileno) e fluoreto de polivinila.

Sistemas de revestimento não pegajosos incluindo fluoropolímeros são aplicados em revestimentos únicos ou múltiplos à superfície de um substrato para prover um substrato revestido tendo um revestimento não pegajoso ao qual materiais estranhos não aderirão. Em um sistema de revestimento de camadas múltiplas, o revestimento não pegajoso geralmente inclui um primer e um revestimento superior, e opcionalmente, um ou mais revestimentos intermediários.

O uso de sistemas de revestimento não pegajosos que são aplicados a um substrato em camadas múltiplas é conhecido há muitos anos. Os primers para tais sistemas tipicamente contêm uma resina ligante orgânica resistente ao calor e uma ou mais resinas de fluoropolímero, junto com vários pigmentos opacos e materiais de enchimento. Os revestimentos intermediários contêm principalmente fluoropolímeros com alguma quantidade de pigmentos opacos, materiais de enchimento, e auxiliares de coalescência, enquanto os revestimentos superiores são quase inteiramente compostos por fluoropolímeros, tal como politetrafluoroetileno inteiramente de alto peso molecular (HPTFE), ou HPTFE com uma pequena quantidade de um fluoropolímero de fusão processável.

O que é necessário é um sistema de revestimento não pegajoso que seja um aperfeiçoamento sobre o anterior.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção provê uma composição de revestimento de fluoropolímero que pode ser aplicada sobre um primer e/ou pelo menos um revestimento intermediário em um sistema de revestimento não pegajoso. A composição de revestimento pode ser preparada e aplicada na forma de uma dispersão líquida, e inclui pelo menos um componente base de fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE) e, em particular, pelo menos um PTFE de alto peso molecular (HPTFE). A composição de revestimento adicionalmente inclui uma composição de fluoropolímero combinada. A composição de fluoropolímero combinada é uma combinação de pelo menos um PTFE de baixo peso molecular (LPTFE) e pelo menos um fluoropolímero processável em fusão. Após aplicação diretamente a um substrato ou sobre

um revestimento subjacente, o revestimento demonstra aperfeiçoada resistência à abrasão e arranhão, assim como aperfeiçoadas características de liberação, como comparado a revestimentos conhecidos que incluem somente HPTFE ou HPTFE com uma pequena quantidade de fluoropolímero processável em fusão.

Em uma forma, a presente invenção provê uma composição de revestimento de fluoropolímero, compreendendo: um componente base de fluoropolímero presente em uma quantidade de entre 30% em peso e 96% em peso baseado no peso total de sólidos de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento, o componente base de fluoropolímero compreendendo pelo menos um fluoropolímero incluindo politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) tendo um peso molecular numérico médio (M_n) de pelo menos 500.000; e uma composição de fluoropolímero combinada presente em uma quantidade de entre 4% em peso e 70% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento, a composição de fluoropolímeros combinada compreendendo: pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) tendo uma primeira temperatura de fusão (T_m) de 335 °C ou menos; e pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF).

O componente base de fluoropolímero pode estar presente em uma quantidade de entre 60% em peso e 96% em peso e a composição de fluoropolímero combinada está presente em uma quantidade de entre 4% em peso e 40% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento. O pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) pode estar presente em uma quantidade entre 2% em peso e 15% em peso e o pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) está presente em uma quantidade de entre 2% em peso e 15% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento.

O pelo menos um polímero de fusão processável pode compreender perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 20% em peso e 85% em peso, baseado no peso de sólidos totais dos fluoropolímeros

na composição de fluoropolímeros combinada. O pelo menos um fluoropolímero de fusão processável pode compreender perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 37% em peso e 65% em peso, baseado no peso de sólidos totais dos fluoropolímeros na composição de fluoropolímero combinada.

O pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) pode ter um tamanho de partícula médio selecionado do grupo consistindo em 0,9 mícron (µm) ou menos, 0,75 mícron (µm) ou menos, 0,5 mícron (µm) ou menos, 0,4 mícron (µm) ou menos, 0,3 mícron (µm) ou menos, e 0,2 mícron (µm) ou menos. O pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) pode ter uma primeira temperatura de fusão T_m selecionada do grupo consistindo em 332 °C ou menos, 330 °C ou menos, 329 °C ou menos, 328 °C ou menos, 327 °C ou menos, 326 °C ou menos, e 325 °C ou menos. O pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) pode ser selecionado do grupo consistindo em: um LPTFE obtido via polimerização de emulsão e sem ser submetido à aglomeração, degradação térmica, ou irradiação, e tem um tamanho de partícula médio de 1,0 mícron (µm) ou menos; um micropulverizado de LPTFE obtido via polimerização de emulsão com ou sem uma subsequente etapa de redução de peso molecular; e um micropulverizado de LPTFE obtido via polimerização de suspensão com ou sem uma subsequente etapa de redução de peso molecular.

O pelo menos um politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) pode incluir um comonômero de modificação em uma quantidade de menos que 1% em peso baseado no peso do politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE). O pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) tem um tamanho de partícula médio de 1,0 mícron (µm) ou menos.

Em uma outra forma disso, a presente invenção provê um artigo revestido, compreendendo: um substrato rígido; e um revestimento sobre o substrato rígido, compreendendo: pelo menos um politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) tendo um peso molecular numérico médio (M_n)

de pelo menos 500.000 e presente em uma quantidade de entre 30% em peso, e 96% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento; pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) tendo um peso molecular numérico médio (M_n) de menos que 500 000; e pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF).

O pelo menos um componente base fluoropolímero pode estar presente em uma quantidade de entre 60% em peso e 96% em peso e o pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) e o pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) estão juntos presentes em uma quantidade entre 4% em peso e 40% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros no revestimento. O pelo menos um politetrafluoroetileno (LPTFE) de baixo peso molecular pode estar presente em uma quantidade entre 2% em peso e 15% em peso e o pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) está presente em uma quantidade de entre 2% em peso e 15% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros no revestimento.

O pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) pode compreender perfluoroalcóxi (PFA) presente em quantidades entre 20% em peso e 85% em peso baseado no peso de sólidos totais do pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) e o pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF). O pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) pode compreender perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 37% em peso e 65% em peso baseado no peso de sólidos totais do pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) e o pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF).

O revestimento pode ter um ângulo de contato de pelo menos 110°, e/ou um brilho medido de pelo menos 25% de refletância a 60°, e/ou uma aspereza de superfície (Ra) de menos que 100 nm.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

As características mencionadas acima e outras e vantagens des-

ta invenção, e a maneira de obter as mesmas, tornar-se-ão aparentes e a própria invenção será melhor entendida através de referência à seguinte descrição de uma realização da invenção tomada em conjunção com os desenhos acompanhantes, em que:

as figuras 1 e 2 correspondem ao exemplo 6, em que:

a figura 1 é uma imagem de perfilômetro de laser do revestimento superior controle;

a figura 2 é uma imagem de perfilômetro de laser de um revestimento superior fabricado de acordo com a presente exposição;

as figuras 3-23 correspondem a revestimentos superiores 1-10 de exemplo 1, em que:

a figura 3 é um gráfico de classificação de teste de liberação de ovo *vs.* teor de HPTFE;

a figura 4 é um gráfico de resultados de testes de abrasão alternativo *vs.* teor de HPTFE;

a figura 5 é um gráfico de resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) vs. teor de HPTFE;

a figura 6 é um gráfico de brilho 60° *vs.* teor de HPTFE;

a figura 7 é um gráfico de ângulo de contato *vs.* teor de HPTFE;

a figura 8 é um gráfico de classificação de teste de liberação de ovo *vs.* teor de LPTFE;

a figura 9 é um gráfico de resultados de teste de abrasão alternativo *vs.* teor de LPTFE;

a figura 10 é um gráfico de resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) *vs.* teor de LPTFE;

a figura 11 é um gráfico de ângulo de contato *vs.* teor de LPTFE;

a figura 12 é um gráfico de brilho de 60° *vs.* teor de LPTFE;

a figura 13 é um gráfico de classificação de teste de liberação de ovo *vs.* teor de MPF;

a figura 14 é um gráfico de resultados de teste de abrasão alternativo *vs.* teor de MPF;

a figura 15 é um gráfico de resultados de teste de adesão de ar-

ranhão mecânico (MSAT) *vs.* teor de MPF; e

a figura 16 é um gráfico de brilho de 60° *vs.* teor de MPF;

a figura 17 é um gráfico de ângulo de contato *vs.* teor de MPF;

as figuras 18-23 correspondem a exemplo 8, em que:

a figura 18 é um gráfico de contorno de resultados de teste de liberação de ovo plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 19 é um gráfico de controle de resultados de teste de abrasão alternativo plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 20 é um gráfico de contorno de resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 21 é um gráfico de contorno de brilho medido plotado contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 22 é um gráfico contorno de ângulo de contato medido plotado contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 23 é um gráfico de contorno dos resultados normalizados dos resultados de teste de liberação de ovo seco, os resultados de teste de abrasão alternativo, os resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT), o brilho medido, e o ângulo de contato medido, plotados contra o teor de LPTFE e MPF (PFA).;

as figuras 24-35 correspondem aos resultados de testes para os revestimentos superiores de exemplo 9, em que:

a figura 24 é um gráfico de contorno do teste de liberação de ovo seco contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 25 é um gráfico de controle do teste de leite queimado plotado contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 26 é um gráfico de contorno de brilho medido plotado contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 27 é um gráfico de contorno de ângulo de contato medido plotado contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 28 é um gráfico de contorno do teste de abrasão alternativo de revestimentos superiores aplicados sobre revestimento base A plota-

dos contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 29 é um gráfico de contorno do teste de abrasão alternativo de revestimentos superiores aplicados sobre revestimento base B plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 30 é um gráfico de contorno dos resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) de revestimentos superiores aplicados sobre revestimento base A plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 31 é um gráfico contorno dos resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) de revestimentos superiores aplicados sobre revestimento base B plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 32 é um gráfico de contorno de resultados de teste de abrasão normalizados plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 33 é um gráfico de contorno de resultados de teste de liberação normalizados plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA);

a figura 34 é um gráfico controle de propriedades de superfície normalizadas plotadas contra teor de LPTFE e MPF (PFA); e

a figura 35 é um gráfico de contorno de resultados de teste de abrasão normalizados, resultados de teste de liberação, e propriedades de superfície plotados contra teor de LPTFE e MPF (PFA).

As exemplificações aqui mostradas ilustram realizações da invenção, e tais exemplificações não são para serem construídas como limitantes do escopo da invenção em qualquer maneira.

DESCRIÇÃO DETALHADA

A presente invenção provê uma composição de revestimento de fluoropolímero que pode ser aplicada sobre um primer e/ou pelo menos um revestimento intermediário em um sistema de revestimento não pegajoso. A composição de revestimento pode ser preparada e aplicada na forma de uma dispersão líquida, e inclui pelo menos um componente base de fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE) e, em particular, pelo menos um PTFE de alto peso molecular (HPTFE). A composição de revestimento adicionalmente inclui uma composição de fluoropolímero combinada. A composição de fluoropolímero combinada é uma combinação de pelo menos

um PTFE de baixo peso molecular (LPTFE) e pelo menos um fluoropolímero de fusão processável. Após aplicação diretamente a um substrato ou sobre um revestimento subjacente, o revestimento demonstra aperfeiçoada resistência a arranhão e abrasão, assim como aperfeiçoadas características de liberação, comparado a revestimentos conhecidos que incluem somente HPTFE ou HPTFE com uma pequena quantidade de fluoropolímero processável na fusão.

Em uma realização, a presente composição de revestimento é aplicada sobre um revestimento subjacente, ou revestimento inferior. O revestimento inferior pode ser um revestimento base, que é o revestimento aplicado diretamente a um substrato subjacente (algumas vezes aqui referido como primer), opcionalmente junto com um ou mais revestimentos intermediários. Nestas realizações, o presente revestimento é aqui referido como um "revestimento superior" ou um "revestimento de cima" e estes termos são geralmente intercambiáveis. Em outras realizações, a presente composição de revestimento pode ser aplicada diretamente a um substrato para formar um revestimento em contato direto com o substrato pelo que o revestimento não é aplicado sobre quaisquer revestimentos inferiores. Ainda em realizações, o presente sistema de revestimento pode ser ele próprio um revestimento inferior.

A presente composição de revestimento geralmente inclui pelo menos um componente base de fluoropolímero e uma composição de fluoropolímero combinada. O componente base de fluoropolímero é tipicamente um PTFE de alto peso molecular (HPTFE). A composição de fluoropolímero combinada inclui pelo menos um PTFE de baixo peso molecular (LPTFE) e pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF).

I. Componentes base de fluoropolímero

O componente base de fluoropolímero inclui pelo menos um fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE), copolímeros de tetrafluoroetileno e etileno (ETFE), copolímeros de tetrafluoroetileno e perfluoro (alquil vinil éteres) (PAVE), copolímeros de tetrafluoroetileno e perfluoro (etil vinil éter) (PEVE), copolímeros de tetrafluoroetileno e perfluoro (propil vinil

éter) (PPVE), copolímeros de tetrafluoroetileno e perfluoro (metil vinil éter) (PMVE), copolímeros de tetrafluoroetileno e hexafluoropropileno (FEP), copolímeros de tetrafluoroetileno e perfluoro vinil éter (PFA) e fluoreto de polivinilideno (PVDF) e copolímeros de tetrafluoroetileno, hexafluoropropileno, e difluoreto de vinilideno (THV), e outros polímeros perfluorados. Flúors elastômeros baseados em PTFE também podem ser usados.

Tipicamente, o componente base de fluoropolímero será um ou mais fluoropolímeros perfluorados e, em particular, será um ou mais tradicionais componentes PTFE de alto peso molecular (HPTFE).

O peso molecular numérico médio (M_n) do HPTFE é tipicamente pelo menos 500 000 ou mais, e pode ser pelo menos 1.000.000 ou mais, e HPTFE apropriado na forma de dispersões líquidas e/ou pulverizados são disponíveis de muitas fontes comerciais. Dispersões de HPTFE líquidas tipicamente incluem tensoativos para estabilidade, embora dispersões de HPTFE "não estabilizadas", tipicamente tendo menos que 1,0% em peso de tensoativo, também são disponíveis e também podem ser usadas. Quando é usado um pulverizado, o pulverizado tipicamente será disperso em um líquido para preparar a composição de revestimento.

Em algumas modalidades, o HPTFE pode incluir uma pequena quantidade de comonômero de modificação, em cujo caso o HPTFE é um copolímero conhecido na técnica como "PTFE modificado" ou "PTFE modificado com traços". Exemplos do comonômero de modificação incluem perfluoropropilviniléter (PPVE), outros modificadores, como hexafluoropropileno (HFP), clorotrifluoroetileno (CTFE), perfluorobutiletileno (PFBE), ou outros perfluoroalquilviniléteres, como perfluorometilviniléter (PMVE) ou perfluoroetilviniléter (PEVE). O comonômero de modificação tipicamente estará presente em uma quantidade de menos que 1% em peso, por exemplo, baseado no peso do HPTFE.

II. Composições de fluoropolímero combinadas

A composição de fluoropolímero combinada geralmente inclui pelo menos um PTFE de baixo peso molecular (LPTFE) e pelo menos um fluoropolímero processável em fusão. Apropriados componentes fluoropolí-

mero e combinações são discutidos abaixo, e também são mostrados no pedido de patente U.S. N° 12/468 580, intitulado "Composições de fluoropolímero combinadas", depositado em 19 de maio de 2009, cedida para o cessionário da presente invenção, a exposição da qual é expressamente aqui incorporada por referência.

A. Politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE)

O primeiro fluoropolímero da presente composição de fluoropolímeros combinados pode ser uma dispersão líquida de tpolitetrafluoroetileno (PTFE) e, em particular, pode ser uma dispersão líquida de um PTFE tendo um baixo peso molecular (LPTFE) e/ou opcionalmente outras propriedades como aqui discutidas em detalhes.

A dispersão líquida de LPTFE na maioria das reações será uma dispersão aquosa, embora o LPTFE possa ser disperso em outros solventes e/ou LPTFE originalmente em uma fase aquosa pode ser transferido de fase em um outro solvente, tais como solventes orgânicos incluindo hexano, acetona, ou um álcool.

O LPTFE, quando produzido como descrito acima, tipicamente terá um tamanho de partícula médio de 1,0 mícron (um) ou menos, 0,9 mícron (um) ou menos, 0,75 mícron (um) ou menos, 0,5 mícron (um) ou menos, 0,4 mícron (um) ou menos, 0,3 mícron (um) ou menos, ou 0,2 mícron (um) ou menos, como medido através de uma maneira apropriada tal como através de difração de luz laser através de ISSO 13320. Em algumas modalidades, o LPTFE pode ter um tamanho de partícula médio tão baixo como 30, 50, 100, ou 150 nm, ou tão grande como 200, 250, ou 350 nm, por exemplo.

O peso molecular numérico médio (M_n) do LPTFE tipicamente será menos que 500.000 e, na maioria das modalidades, pode ser tão baixo como 10.000 ou maior, 20.000 ou maior, ou 25.000 ou maior, ou pode ser tão alto como 200.000 ou menos, 100.000 ou menos, ou 70.000 ou menos, 60.000 ou menos, ou 50.000 ou menos, por exemplo.

Uma maneira alternativa de caracterização de peso molecular do LPTFE é através de sua primeira temperatura de fusão (T_m), como determinada através de um processo apropriado tal como calorimetria de explora-

ção diferencial (DSC), cuja primeira temperatura de fusão (T_m) para LPTFE pode ser igual a ou menos que 335 °C. Em outras modalidades, a primeira temperatura de fusão do LPTFE pode ser igual a ou menos que 332 °C, igual a ou menos que 330 °C, igual a ou menos que 329 °C, igual a ou menos que 328 °C, igual a ou menos que 327 °C, igual a ou menos que 326 °C, ou igual a ou menos que 325 °C.

O LPTFE pode ser provido na forma de uma dispersão aquosa que é estabilizada, não estabilizada, ou minimamente estabilizada. Como aqui usado, "não estabilizada" ou "minimamente estabilizada" refere-se a uma dispersão aquosa que inclui menos que 1,0% em peso de um tradicional tensoativo, tal como um tensoativo não iônico, ou um tensoativo aniônico, baseado no peso da dispersão aquosa de LPTFE. Em algumas modalidades, a dispersão de LPTFE pode ser provida na forma de uma dispersão aquosa tendo menos que 1,0% em peso de tensoativo, menos que 0,8% em peso de tensoativo, menos que 0,6% em peso de tensoativo, ou mesmo menos que 0,5% em peso de tensoativo. Em outras modalidades, a dispersão de LPTFE pode ser provida na forma de uma dispersão aquosa que está "estabilizada", tipicamente tendo 1-12% em peso de tensoativo. Entretanto, a natureza da embalagem de estabilização empregada não é uma característica crítica desta invenção.

Também, como discutido abaixo, o LPTFE pode ser provido na forma de um micropulverizado sólido.

O LPTFE tipicamente estará na forma de um homopolímero de PTFE de baixo peso molecular. Entretanto, em outras modalidades, o LPTFE pode incluir uma pequena quantidade de comonômero de modificação, em cujo caso o PTFE é um copolímero conhecido na técnica como "PTFE modificado" ou "PTFE modificado com traço". Exemplos do comonômero de modificação incluem perfluoropropilviniléter (PPVE), outros modificadores, como hexafluoropropileno (HFP), clorotrifluoroetileno (CTFE), perfluorobutiletileno (PFBE), ou outros perfluoroalquilviniléteres, como perfluorometilviniléter (PMVE) ou perfluoroetilviniléter (PEVE). O comonômero de modificação tipicamente estará presente em uma quantidade de menos que 1% em peso,

por exemplo, com relação ao PTFE.

Apropriadas dispersões de LPTFE incluem SFN-D, disponível de Chenguang R.I.C.I., Chengdu, 610036 P.R. China, assim como TE3877N, disponível de DuPont. Outros micropulverizados de LPTFE exemplares incluem Dyncon TF-9207, disponível de Dyncon LLC, LDW-410, disponível de Daikin Industries, Inc., e MP-25, MP-55, MP-8T e UF 8TA, cada um disponível de Laurel Products.

Estes fluoropolímeros têm características mostradas na tabela 1 abaixo:

Tabela 1

Características de politetrafluoroetilenos de baixo peso molecular (LPTFE) exemplares

LPTFE	Teor de sólidos (% em peso)	Peso molecular (Mn) (estimado)	Tamanho de partícula médio (µm)	Tensoativo (% em peso, baseado no peso de LPTFE) (tipo)	Primeira temperatura de fusão (DSC) (°C)
SFN-D	**50**	10.000 - 20.000	0,19	5%	324,5 - 326
TE3877N	**60**	65.000 - 70.000	0,2	6% (não-iônico)	327,6
LDW-410	**40**	80.000 - 90.000	0,2	5%	329,4
TF-9207	100	65.000 - 70.000	13,27	N/A	327,6
MP-8T	100	ca. 25.000	1,32	N/A	323,1
MP-10	100	100.000	0,84	N/A	330
MP-55	100	40.000 - 50.000	11,06	N/A	324,3
MP-25	100	ca. 130.000	0,28	N/A	332
UF-8TA	100	ca. 95.000	1,22	N/A	331,5

Tipos exemplares de LPTFE que podem ser usados na presente invenção são discutidos abaixo.

i. LPTFE produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão e que a seguir não é aglomerado, irradiado, ou degradado termicamente

Em uma primeira modalidade da presente invenção, o LPTFE é produzido através de um processo de polimerização que é bem conhecido na técnica como polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão. Estes processos de polimerização podem ser conduzidos com agentes de transferência de cadeia, que reduzem o peso molecular médio dos fluoropolímeros produzidos, e/ou via outros processos pelo que o processo de polimerização é controlado para formar uma dispersão líquida de partículas polimerizadas diretamente de PTFE tendo baixo peso molecular (LPTFE).

Nestas modalidades, o LPTFE, após ser produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão, a seguir não é aglomerado, irradiado, ou degradado termicamente. Em particular, o LPTFE não foi submetido a quaisquer etapas de aglomeração durante sua fabricação, e por isso retém um tamanho médio de partícula pequeno. Ainda, o LPTFE não foi submetido à degradação térmica para reduzir seu peso molecular. Ainda, o LPTFE não foi submetido à irradiação, tal como através de feixe de elétrons de alta energia, para reduzir seu peso molecular. Nestas modalidades, as dispersões de LPTFE não demonstrarão um espectro e/ou estarão abaixo de um limite de detecção quando submetidas à espectroscopia de ressonância de spin de elétron (ESR) ou ressonância paramagnética de elétron (EPR), como oposto a PTFE irradiado, que demonstrará tais espectros e/ou de outro modo terá radicais livres detectáveis.

Estes tipos de dispersões de LPTFE são providas como dispersões aquosas que são obtidas via um processo de polimerização de emulsão ou dispersão controlada para produzir LPTFE diretamente polimerizado que não é a seguir submetido à aglomeração, degradação térmica, ou irradiação. Estes tipos de dispersões de LPTFE serão apreciados por aqueles versados na técnica serem distintos de outros materiais PTFE que são co-

mercialmente disponíveis.

Primeiro, estes tipos de dispersões de LPTFE são distintas de PTFE que é produzido através do processo de polimerização bem conhecido na técnica como polimerização de suspensão ou granular, que rende PTFE conhecido na técnica como resina PTFE granular ou pulverizado de moldagem de PTFE granular. Resinas PTFE granulares tipicamente terão um alto peso molecular, tal como um peso molecular numérico médio (M_n) de pelo menos 1.000 000 ou mais e uma primeira temperatura de fusão (T_m) maior que 335 °C, tipicamente muito maior que 335 °C. Resina PTFE granular é tipicamente provida em forma pulverizada sólida incluindo partículas tendo um tamanho de partícula médio de vários micra, tipicamente de 10 a 700 mícrons (um). Estas resinas também podem ser providas como resinas de corte fino tendo um tamanho de partícula médio de 20 a 40 mícrons (um), por exemplo.

Adicionalmente, estes tipos de dispersões de LPTFE podem ser distintos de materiais de menor peso molecular preparados de resinas PTFE granulares de alto peso molecular que foram degradadas por irradiação ou degradação térmica para formação de materiais de baixo peso molecular conhecidos como micropulverizados de PTFE granular, que tipicamente têm um tamanho de partícula variando entre 0,2 e 20 mícrons (um). Exemplos de micropulverizados de PTFE granulares incluem resinas Zonyl MP1200, MP1300, e MP1400, disponíveis de DuPont (Zonyl é uma marca registrada de E.I. duPont de Nemours & Co.).

Segundo, estes tipos de dispersões de LPTFE também são distintas de dispersões de PTFE de alto peso molecular fabricadas a partir de polimerização de dispersão ou emulsão conduzida sem agentes de transferência de cadeia para pelo que polimerizar um PTFE de alto peso molecular tendo um peso molecular numérico médio (M_n) de pelo menos 1.000.000 ou mais, e uma primeira temperatura de fusão (T_m) maior que 335 °C, tipicamente muito maior que 335 °C. Estas dispersões de PTFE de alto peso molecular são tipicamente estabilizadas com um tradicional tensoativo presente em uma quantidade maior que 1,0% em peso, tipicamente muito maior que 1,0%

em peso.

Adicionalmente, estes tipos de dispersões de LPTFE também são distintas de dispersões de PTFE de alto peso molecular que são produzidas via polimerização de dispersão ou emulsão e a seguir coaguladas ou aglomeradas.

Ainda, estes tipos de dispersões de LPTFE são distintos de dispersões de PTFE de alto peso molecular que são produzidas via polimerização de dispersão ou emulsão e a seguir coaguladas ou aglomeradas, e então são submetidas à degradação térmica ou irradiação para formação de pulverizados de PTFE de baixo peso molecular, conhecidos na técnica como micropulverizados de PTFE, que são providos como pulverizados sólidos tendo um tamanho de partícula entre 0,2 e 20 mícrons (um), tal como para uso em extrusão e outras aplicações. Exemplos de micropulverizados de PTFE incluem resinas Zonyl MP1000, MP1100, MP1500 e MP1600, disponíveis de DuPont (Zonyl é uma marca registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.). Entretanto, como discutido abaixo, estes tipos de micropulverizados de LPTFE também podem ser usados em uma segunda modalidade da presente invenção.

Terceiro, estes tipos de dispersões de LPTFE são distintos de micropulverizados de LPTFE que são polimerizados via polimerização de dispersão ou emulsão na presença de agentes de transferência de cadeia, e então são aglomerados para formação de micropulverizados de PTFE tendo um tamanho de partícula médio de entre 0,2 e 20 mícrons (um), por exemplo.

ii. Micropulverizados de LPTFE

Em uma segunda modalidade da presente invenção, o LPTFE pode estar na forma de um micropulverizado de LPTFE.

Um primeiro tipo de micropulverizados de LPTFE são derivados de dispersões de PTFE de alto peso molecular que são produzidas via polimerização de dispersão ou emulsão e a seguir coaguladas ou aglomeradas, e então submetidas à degradação térmica ou irradiação para formação de pulverizados de PTFE de baixo peso molecular, conhecidos na técnica como micropulverizados de PTFE e aqui referidos como micropulverizados de

LPTFE, que são tipicamente providos como pulverizados sólidos tendo um tamanho de partícula tipicamente entre 0,2 e 20 mícrons (um).

Exemplos destes tipos de micropulverizados de LPTFE incluem resinas Zonyl MP1000, MP1100, MP1500 e MP1600, disponíveis de DuPont (Zonyl é uma marca registrada de E. I. du Pont de Nemours & Co.); e MP-10, MP-25, MP-55 e UF-8TA, cada uma disponível de Laurel Products.

Um segundo tipo de micropulverizados de LPTFE são derivados de resinas PTFE granulares de alto peso molecular que foram degradadas por irradiação ou degradação térmica para formação de materiais de baixo peso molecular conhecidos como micropulverizados de PTFE granulares, que tipicamente têm um tamanho de partícula variando tipicamente entre 2 e 20 mícrons (um).

Exemplos destes tipos de micropulverizados de LPTFE incluem resinas Zonyl MP1200, MP1300, e MP1400, disponíveis de DuPont (Zonyl é uma marca registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.) e MP-8T e MP-10, disponíveis de Laurel Products.

Um terceiro tipo destes micropulverizados de LPTFE são polimerizados via polimerização de dispersão ou emulsão ou suspensão na presença de agentes de transferência de cadeia, e então podem ser aglomerados para formação de micropulverizados de LPTFE tendo um tamanho de partícula médio de tipicamente entre 0,2 e 20 mícrons (um), por exemplo.

B. Fluoropolímeros processáveis em fusão (MPF)

O segundo fluoropolímero da composição de fluoropolímeros combinados pode ser uma dispersão líquida de um ou mais fluoropolímeros processáveis em fusão (MPF), como perfluoroalcóxi (PFA) (copolímeros de tetrafluoroetileno (TFE) e perfluoroalquilviniléteres), incluindo etilfluoroalcóximetilfluoroalcóxi (MFA) (um copolímero de tetrafluoroetileno (TFE) e perfluorometilviniléter (PMVE)) e etilfluoroalcóxi (EFA) (um copolímero de tetrafluoroetileno (TFE) e perfluoroetilviniléter (PEVE)); e etileno propileno fluorado (FEP), por exemplo.

O MPF pode ser produzido através de um processo de polimerização que é bem conhecido na técnica como polimerização de dispersão ou

polimerização de emulsão. Estes processos de polimerização podem ser conduzidos com agentes de transferência de cadeia, que reduzem o peso molecular médio dos fluoropolímeros produzidos, e/ou via outros processos pelo que o processo de polimerização é controlado para formar uma dispersão líquida de partículas de MPF polimerizadas diretamente.

Na maioria das modalidades, o MPF, após ser produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão, a seguir não é aglomerado, irradiado, ou degradado termicamente. Em particular, o MPF não terá sido submetido a quaisquer etapas de aglomeração durante sua fabricação, e por isso retém um pequeno tamanho de partícula médio como descrito abaixo.

A dispersão líquida de MPF na maioria das modalidades será uma dispersão aquosa, embora o MPF possa ser disperso em outros solventes e/ou MPF originalmente em uma fase aquosa pode ser transferido de fase em um outro solvente, tais como solventes orgânicos incluindo hexano, acetona, ou um álcool.

O MPF, quando produzido como descrito acima, tipicamente terá um tamanho médio de partícula de 1,0 mícron (um) ou menos, 0,9 mícron (um) ou menos, 0,75 mícron (um) ou menos, 0,5 mícron (um) ou menos, 0,4 mícron (um) ou menos, 0,3 mícron (um) ou menos, 0,2 mícron (um) ou menos. Em particular, o MPF pode ter um tamanho de partícula médio tão baixo quanto 30, 50, 100, ou 150 nm, ou tão grande quanto 200, 250, ou 350 nm, por exemplo.

Em outras modalidades, pulverizados de MPF também podem ser usados.

O MPF pode ser provido na forma de uma dispersão aquosa que é estabilizada, não estabilizada, ou minimamente estabilizada. Como aqui usados, "não estabilizada" ou "minimamente estabilizada" referem-se a uma dispersão aquosa que inclui menos que 1,0% em peso de um tensoativo tradicional, tal como tensoativo não iônico ou um tensoativo aniônico, baseado no peso da dispersão aquosa de MPF. Em algumas modalidades, a dispersão de MPF pode ser provida na forma de uma dispersão aquosa tendo me-

nos que 1,0% em peso de tensoativo, menos que 0,8% em peso de tensoativo, menos que 0,6% em peso de tensoativo, ou mesmo menos que 0,5% em peso de tensoativo. Em outras modalidades, a dispersão de MPF pode ser provida na forma de uma dispersão aquosa que é "estabilizada", tipicamente tendo 1-12% em peso de tensoativo.

Tipicamente, a taxa de fluxo de fusão (MFR) do MPF será maior que 0,5 g / 10 minutos e, em uma modalidade, pode ser cerca de 2 g / 10 minutos ou maior, como determinada por ASTM D1238.

Também, o MPF tipicamente terá um teor de comonômero, isto é, um teor de um ou mais monômeros outros que não tetrafluoroetileno (TFE), de cerca de 3,0% em peso ou maior, tal como 4,0% em peso ou maior, 4,5% em peso ou maior, 5,0% em peso ou maior, 5,5% em peso ou maior, ou 6,0% em peso ou maior.

Apropriadas dispersões de MPF incluem TE7224 (PFA), disponível de DuPont, 6900Z (PFA), disponível de Dyneon LLC, TE9568 (FEP), disponível de DuPont, Neoflon ND-110 (FEP), disponível de Daikin, e Hyflon XPH 6202-1 (MFA), disponível de Solvay. Estas dispersões de MPF têm características mostradas na tabela 2 abaixo:

Tabela 2

Características de fluoropolímeros processáveis em fusão exemplares (MPF)

MPF (tipo)	Teor de sólidos (% em peso)	Tamanho médio de partícula (µm)	Taxa de escoamento de fusão (MFR) (g/10 minutos)	Primeira temperatura de fusão (DSC) (°C)
DuPont TE7224 (FA)	58,6	0,26	2,4	313,0 (patamar 321,2)
Dyneon 6900Z (PFA)	49,4	0,31	19,4	310,25

MPF (tipo)	Teor de sólidos (% em peso)	Tamanho médio de partícula (µm)	Taxa de escoamento de fusão (MFR) (g/10 minutos)	Primeira temperatura de fusão (DSC) (°C)
DuPont TE9568 (FEP)	55,6	0,17	11,9	257,84
Daikin Neoflon ND-110 (FEP)	56,5	0,16	-	232,83
Solvay Hyflon XPH 6202-1 (MFA)	27,2	0,28	4,5	306,31 (patamar 287,29)

Para formar a composição de fluoropolímeros combinados da presente invenção, uma dispersão líquida de LPTFE e uma dispersão líquida de MPF são combinadas. Quando as dispersões líquidas são usadas, as dispersões podem ter teores de sólidos variáveis, e aqueles versados na técnica reconhecerão que os pesos úmidos das dispersões de LPTFE e MPF líquidas podem ser selecionados baseado nos teores de sólidos das dispersões e a desejada razão de porcentagem em peso relativa do LPTFE e MPF que é desejada nas resultantes composições combinadas.

Notavelmente, devido LPTFE e o MPF serem providos na forma de dispersões líquidas tendo os pequenos tamanhos médios de partículas mostrados acima, com combinação das partículas das dispersões do LPTFE e MPF são colocadas em contato umas com as outras no nível submícron, antes de posteriores etapas de processamento nas quais as dispersões são secas ou fundidas, por exemplo. Como discutido acima, o LPTFE e MPF não são aglomerados antes de combinação, de modo que a interação submícron do LPTFE e MPF é pensada facilitar a formação de uma específica forma cristalina da combinação de fluoropolímeros seca ou curada que é acreditada ser importante para obtenção de resultados benéficos obtidos com as

presentes composições combinadas.

As razões relativas, frações, ou porcentagens em peso do LPTFE e MPF na composição de fluoropolímeros combinados descritas abaixo são baseadas no peso de sólidos totais dos fluoropolímeros LPTFE e MPF, excluindo outros fluoropolímeros que não LPTFE e MPF assim como componentes não fluoropolímero que podem estar presentes, tais como água ou outros solventes, tensoativos, pigmentos, materiais de enchimento, e outras composições.

O LPTFE pode compreender tão pouco quanto 5% em peso, 10% em peso, ou 15% em peso, ou tanto quanto 85% em peso, 90% em peso, ou 95% em peso da composição de fluoropolímeros combinados e, em outras modalidades, o LPTFE pode compreender entre 40% em peso e 60% em peso da composição combinada, entre 45% em peso e 55% em peso da composição combinada, ou cerca de 50% em peso da composição de fluoropolímeros combinados. Assim, o MPF pode compreender tanto quanto 85% em peso, 90% em peso, ou 95% em peso, ou tão pouco quanto 5% em peso, 10% em peso, ou 15% em peso da composição de fluoropolímeros combinados e, em outras modalidades, o MPF pode compreender entre 60% em peso e 40% em peso da composição combinada, entre 55% em peso e 45% em peso da composição combinada, ou cerca de 50% em peso da composição de fluoropolímeros combinados.

Combinações de LPTFE e MFA podem incluir, em uma modalidade, de 35% em, peso a 90% em peso de MFA e de 10% em peso a 65% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 35% em peso a 76% em peso de MFA e de 24% em peso a 65% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 56% em peso a 76% em peso de MFA e de 24% em peso a 44% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 63% em peso a 70% em peso de MFA e de 30% em peso a 37% em peso de LPTFE. Ainda em uma modalidade, tais combinações podem incluir 67% em peso de MFA e 33% em peso de LPTFE.

Combinações de LPTFE e FEP podem incluir, em uma modali-

dade, de 25% em peso a 90% em peso de FEP e de 10% em peso a 75% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 35% em peso a 90% em peso de FEP e de 10% em peso a 65% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 35% em peso a 55% em peso de FEP e de 45% em peso a 65% em peso de LPTFE, ou de 60% em peso a 90% em peso de FEP e de 10% em peso a 40% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 40% em peso a 50% em peso de FEP e de 50% em peso a 60% em peso de LPTFE, ou de 75% em peso a 85% em peso de FEP e de 15% em peso a 25% em peso de LPTFE. Ainda em uma modalidade, tais combinações podem incluir 50% em peso de FEP e 50% em peso de LPTFE, ou 75% em peso de FEP e 25% em peso de LPTFE.

Combinações de LPTFE e PFA podem incluir em uma modalidade de 37% em peso a 80% em peso de PFA e de 20% em peso a 63% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 37% em peso a 65% em peso de PFA e de 35% em peso a 63% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 43% em peso a 63% em peso de PFA e de 37% em peso a 57% em peso de LPTFE. Em uma outra modalidade, tais combinações podem incluir de 50% em peso a 60% em peso de PFA e de 40% em peso a 50% em peso de LPTFE. Ainda em uma modalidade, tais combinações podem incluir 53% em peso de PFA e 47% em peso de LPTFE.

III.Formação e aplicação de composições de revestimento

Para formar a presente composição de revestimento, dispersões aquosas dos componentes da presente composição de revestimento podem ser combinadas em qualquer ordem com lenta agitação, por exemplo, ou via um outro processo de cisalhamento baixo ou médio que minimiza o potencial para aglomeração, coagulação ou fibrilação das partículas de fluoropolímero. Quando dispersões líquidas são usadas, as dispersões podem ter teores variáveis de sólidos, e aqueles versados na técnica reconhecerão que os pesos úmidos das dispersões líquidas de HPTFE, LPTFE e MPF podem ser selecionados baseados nos teores de sólidos das dispersões e as desejadas

razões de porcentagem em peso relativas do HPTFE, LPTFE e MPF que são desejadas nas resultantes composições combinadas.

As presentes composições de revestimento também podem incluir componentes ou composições auxiliares, tais como materiais de enchimento, composições de reforço, pigmentos, e formadores de película, se desejado, dependendo da aplicação de uso final das composições de revestimento. As presentes composições de revestimento podem ser aplicadas a substratos rígidos, tais como utensílios de cozinhar, utensílios de assar, moldes, pequenas aplicações elétricas, fixadores, rolos de reprografia, e outras aplicações.

Em uma modalidade, baseado no teor de sólidos de todos os componentes fluoropolímeros das presentes composições de revestimento, o componente base de fluoropolímero está presente em uma quantidade tão pequena como 30% em peso, 35% em peso, 40% em peso, 45% em peso, 55% em peso, 60% em peso, ou 70% em peso, ou tão grande como 80% em peso, 90% em peso, 95% em peso, ou 96% em peso, ou dentro de uma faixa definida entre qualquer par dos valores anteriores, com a composição de fluoropolímeros combinados presente em uma quantidade tão pequena como 4% em peso, 5% em peso, 10% em peso, ou 20% em peso, ou tão grande como 30% em peso, 40% em peso, 45% em peso, 55% em peso, 60% em peso, 65% em peso, ou 70% em peso dentro de uma faixa definida entre qualquer par dos valores anteriores.

Em modalidades particulares, o HPTFE pode estar presente em uma quantidade entre 75% em peso e 95% em peso, entre 80% em peso e 95% em peso, entre 85% em peso e 95% em peso, ou entre 90% em peso e 95% em peso, baseado no teor de sólidos de todos os componentes fluoropolímeros da presente composição de revestimento, com a composição de LPTFE/MPF combinados presente em uma correspondente quantidade entre 5% em peso e 25% em peso, entre 5% em peso e 20% em peso, entre 5% em peso e 15% em peso, ou entre 5% em peso e 10% em peso, baseado no teor de sólidos de todos os componentes fluoropolímeros da presente composição de revestimento.

Com relação às quantidades de LPTFE e MPF um em relação ao outro, em particulares modalidades, o LPTFE pode estar presente em uma quantidade de entre 33% em peso e 66% em peso, entre 40% em peso e 60% em peso, entre 45% em peso e 55% em peso, ou presente em uma quantidade de 50% em peso, baseado no teor de sólidos combinados dos componentes LPTFE e MPF, com o MPF presente em uma correspondente quantidade de entre 33% em peso e 66% em peso, entre 40% em peso e 60% em peso, entre 45% em peso e 55% em peso, ou presente em uma quantidade de 50% em peso, baseado no teor de sólidos combinados dos componentes LPTFE e MPF. Em outras palavras, a razão de LPTFE/MPF pode estar entre 2:1 e 1:2, entre 1,5:1 e 1:1,5, entre 1,2:1 e 1:1,2, ou pode ser 1:1 baseado no teor de sólidos combinados dos componentes LPTFE e MPF.

A composição de revestimento pode ser preparada através de qualquer técnica padrão de formulação tal como simples adição e mistura de baixo cisalhamento. A composição de revestimento pode ser aplicada sobre um revestimento base ou primer e/ou um revestimento intermediário através de qualquer técnica, e é então curado para prover um substrato revestido com um revestimento tendo aperfeiçoamentos em brilho, desempenho não pegajoso, e resistência a arranhão e abrasão. As particulares composições do primer e/ou revestimento intermediário podem variar amplamente, e não são pensadas serem críticas com relação às aperfeiçoadas propriedades demonstradas pelos revestimentos aqui mostrados.

As presentes composições de revestimento serão tipicamente termocuradas em uma temperatura de 400-430°C por entre 3 e 15 minutos, dependendo da espessura aplicada e temperatura de cura. Os presentes revestimentos são tipicamente aplicados para uma espessura de filme seco (DFT) de entre 10 e 30 mícrons, dependendo da aplicação.

Foi verificado que combinação das dispersões facilita interação do HPTFE, LPTFE e MPF em um nível sub-mícron para facilitar combinação íntima de modo que, quando a composição de fluoropolímeros combinados é seca, uma estrutura de cristal representando uma verdadeira liga dos fluoro-

polímeros é formada, tendo características que diferem daquelas dos fluoropolímeros individuais. Uma composição de fluoropolímeros combinados pode ser usada para prover um revestimento tendo aperfeiçoada resistência à abrasão, brilho, e maiores ângulos de contato.

IV.Propriedades de revestimento

A presente composição de revestimento, quando aplicada a um substrato, tanto diretamente ao substrato como sobre um revestimento subjacente, exibe um ângulo de contato de pelo menos 110°, e pode ter um ângulo de contato de pelo menos 120°, 125°, 130°, 135°, ou 140°, por exemplo, como medido para uma gotícula de água de acordo com a Relação de Young. Ângulo de contato pode ser medido de acordo com ASTM D7334-08 com qualquer instrumento comercialmente disponível apropriado, tal como o "Drop Shape Analysis" system (DSA10), disponível de Kruss GmbH de Hamburgo, Alemanha.

A presente composição de revestimento, quando aplicada a um substrato, tanto diretamente ao substrato ou em cima de um revestimento subjacente,exibe uma aspereza de superfície (Ra, desvio de média aritmética do perfil de aspereza, medido em nanômetros (nm)) de menos que 100 nm, e pode ter uma aspereza de superfície de menos que 80 nm, 60 nm, ou 50 nm, por exemplo, como determinado por um perfilômetro de laser, por exemplo, de acordo com ASME Y 14.36M-1996 ou ISSO 1302:2002.

A presente composição de revestimento, quando aplicada a um substrato, tanto diretamente ao substrato como sobre um revestimento subjacente, exibe um brilho medido, em % de refletância, de pelo menos 15, e pode ter um brilho medido de pelo menos 25, 30, 35, 40, ou 45, por exemplo, como medido a 60° com qualquer instrumento comercialmente disponível apropriado, tal como um medidor de brilho Microglos 60°, disponível de Byk-Gardner, de acordo com os seguintes padrões: BS3900/D5, DIN EN ISO 2813, DIN 67530, EN ISO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064, TAPPI T 480. Unidades de medição são expressas como % de refletância.

Outros processo um pouco mais subjetivos de caracterização de

revestimentos formados pelas presentes composições de revestimento são discutidos em detalhes nos exemplos abaixo.

Exemplos 1-7

Os seguintes exemplos não limitantes ilustram várias características da presente invenção, a qual não deve ser construída como limitada aos mesmos. Por todos os exemplos e em outras partes aqui, porcentagens são em peso a menos que de outro modo indicado.

Exemplo 1

Formulação de revestimentos superiores e aplicação a substratos rígidos

Neste exemplo, revestimentos superiores fabricados de acordo com a presente invenção foram aplicados sobre revestimentos bases convencionais ("revestimentos bases") para substratos rígidos na forma de painéis de alumínio. Revestimentos superiores formulados de acordo com a presente invenção foram avaliados contra revestimentos superiores controles.

A. Descrição do revestimento base

É bem conhecido na técnica que soluções aquosas de ácido poliamico podem ser preparadas através de dissolução de um pulverizado de poliamida – imida (PAI) em água, tal como Torlon AI-10, disponível de Solvay Advanced Polymers, LLC (Torlon é uma marca registrada de Solvay Advanced Polymers, LLC) na presença de vários componentes incluindo aimnas, como dimetiletanolamina (DMAE) e cossolventes, como álcool furfurílico e n-metil pirrolidona (NMP). Uma descrição mais detalhada da preparação de soluções PAI aquosas pode ser encontrada na patente U.S. 4 014 834, a exposição da qual é aqui expressamente incorporada por referência. A solução de ácido poliamico então pode ser formulada em um revestimento base através da adição de várias composições.

As formulações de revestimento superior foram revestidas sobre um dos dois revestimentos bases (Revestimento Base A ou Revestimento Base B) preparados como descrito acima e formulados como mostrado na tabela 3 abaixo.

Tabela 3

Formulações de revestimento base

	Revestimento Base A	Revestimento Base B
Componente	% em peso	% em peso
Negro-de-fumo	0,56	0,51
Dispersão de PTFE (60% de sólidos)	11,5	9,2
Dispersão de FEP (60% de sólidos)	6,8	5,2
Antiespumante Foamblast 389	0,07	0,05
Surfynol 440	1,09	0,79
Tensoativo não iônico octil fenol polietoxi	0,15	0,11
Pulverizado de Torlon AI-10	6,7	5,8
NMP	4,76	3,83
Álcool furfurílico	1,83	1,54
Dimetil amino etanol (DMAE)	1,83	1,53
Resina PES	1,39	Nenhuma
Sílica coloidal (30% de sólidos)	Nenhuma	7,3
Alumina (0,35-0,5 micron)	3,62	4,33
Azul ultramarinho	2,79	2

Amostras testes foram preparadas através de espargimento de revestimento base A ou revestimento base B sobre painéis de alumínio pré-limpos, seguido por aquecimento em um forno a 100 °C por dois minutos. Revestimentos superiores 1-10 foram aplicados sobre revestimento base A enquanto revestimentos superiores 11-17 foram aplicados sobre revestimento base B.

B. Aplicação de revestimentos superiores

Revestimentos superiores como descritos abaixo foram aplicados às amostras testes através de espargimento. Os painéis revestidos fo-

ram então curados por 10 minutos em um forno a 430 °C. Como aplicado, a espessura de filme seco (DFT) do revestimento base foi de aproximadamente 8 micrometros, e aquela dos revestimentos superiores foi de aproximadamente 25 micrometros.

Exemplos de revestimentos superiores foram fabricados usando uma combinação de três dispersões de fluoropolímeros e uma base de revestimento superior. Os componentes de fluoropolímeros dos revestimentos superiores incluíram um ou mais do seguinte: uma ou mais dispersões de PTFE de alto peso molecular (HPTFE), uma ou mais dispersões de fluoropolímero processável em fusão (MPF), aqui exemplificado como perfluoroalcóxi (PFA), e uma ou mais dispersões de PTFE de baixo peso molecular (LPTFE).

Um primeiro conjunto de revestimentos superiores, designados revestimentos superiores 2-10 abaixo, foram formulados usando LPTFE produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão e que a seguir não é aglomerado, irradiado, ou degradado termicamente. Um segundo conjunto de revestimentos superiores, designados revestimentos superiores 11-17 abaixo, foram formulados usando micropulverizados de LPTFE.

1. Revestimentos superiores formulados com LPTFE produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão e que a seguir não é aglomerado, irradiado ou termicamente degradado

Em adição ao componente HPTFE, os presentes revestimentos superiores incluem uma combinação dos componentes MPF e LPTFE. Em algumas das formulações descritas abaixo, a razão de MPF e LPTFE varia enquanto a quantidade de HPTFE é mantida constante. Em outras formulações descritas abaixo, a razão de MPF e LPTFE é mantida constante enquanto a quantidade de HPTFE usada varia.

A fórmula para a base de revestimento superior, usada em cada formulação de revestimento superior do presente exemplo, é mostrada abaixo na tabela 4.

Tabela 4

Base de revestimento superior

Componente	% em peso
Antiespumante Foamblast 384E	0,31
Água deionizada	59
Espessante Carbopol EP-1	0,93
Resina acrílica	10,96
Negro-de-fumo	2,61
Tensoativo não iônico octilfenolpolietóxi	2,73
Polietileno glicol	2,64
Trietanolamina	6,99
Ácido oleico	2,02
Etil-hexanoato de cério 12%	1,8
Tensoativo Surfynol 440	1,71
Aromatic 100	4,6
DGBE glicol éter	3,7

Várias razões de combinações de fluoropolímeros foram investigadas através de combinação de base de revestimento superior com razões variáveis dos componentes HPTFE, LPTFE e MPF (PFA). Expressos como porcentagens em peso, os componentes fluoropolímeros totalizaram 67,8 porcento em peso da fórmula de exemplo, enquanto a base de revestimento superior compreendeu os restantes 32,2 porcento em peso de cada formulação de revestimento superior, para tabela 5 abaixo.

Tabela 5

Fórmula de revestimento superior de exemplo

Componente	% em peso
Dispersão de HPTFE	% em peso de fluoropolímeros combinados = 67,8
Dispersão de LPTFE	
Dispersão de MPF (PFA)	
Base de revestimento superior	32,2

Nas formulações de revestimento superior, o componente HPTFE foi dispersão de Daikin's D-310 PTFE (60% de sólidos), o componente

LPTFE foi dispersão de SFN-D PTFE (50% de sólidos), e o componente MPF foi tanto Tipo 1 (dispersão de Dyneon 6900GZ PFA (50% de sólidos)) ou Tipo 2 (dispersão de DuPont TE7224 PFA (60% de sólidos)).

As tabelas 6 e 7 abaixo contêm dados de formulação e desempenho sobre os vários revestimentos superiores de exemplos que serão referidos ainda nos exemplos descritos abaixo. Procedimentos de testes para os dados de desempenho são mostrados na seção de Processos de Testes abaixo.

Tabela 6

Exemplos de revestimentos superiores 1-5

Exemplo de revestimento superior	1 (controle)	2	3	4	5
HPTFE, % em peso úmido	63,7	61,3	63,6	46,2	32,3
LPTFE, % em peso úmido	0	2,4	4,2	11,2	18,3
MFP, % em peso úmido	4,1	4,1	0	10,4	17,2
Tipo de MFP	1	1		2	2
Base de revestimento superior (Tabela 2), % em peso	32,2	32,2	32,2	32,2	32,2
Classificação de teste de liberação de ovo seco (1-5, com 5 melhor)	4	5	5	4,5	3
Teste de abrasão alternativo, RAT úmido ciclos /µm DFT	98	161	233	101	65
Teste de adesão de arranhão mecânico, Classificação = 1-9, com 9 melhor	6	8	5	5	6
Brilho 60°	42	40	46	30	22
Ângulo de contato, °	129	131	112	130	131

Tabela 7

Exemplos de revestimentos superiores 6-10

Exemplo de revestimento superior	6	7	8	9	10
HPTFE, % em peso úmido	19,1	35,2	32	60,4	52,1
LPTFE, % em peso úmido	25	16,3	23	3,8	6,3

Exemplo de revestimento superior	6	7	8	9	10
MFP, % em peso úmido	23,7	16,3	12,8	3,6	9,4
Tipo de MFP	2	2	2	2	1
Base de revestimento superior (Tabela 2), % em peso	32,2	32,2	32,2	32,2	32,2
Classificação de teste de liberação de ovo seco (1-5, com 5 melhor)	1,2	1,2	2,5	5	5
Teste de abrasão alternativo, RAT úmido ciclos /µm DFT	134	60	58	126	113
Teste de adesão de arranhão mecânico, Classificação = 1-9, com 9 melhor	4	4,5	4	8	6
Brilho 60°	19	36	19	44	48
Ângulo de contato, °	122	117	142	131	126

2. Revestimentos superiores formulados com micropulverizados de LPTFE

Dispersões de micropulverizado de LPTFE foram formuladas como na tabela 8 abaixo:

Tabela 8

Dispersão de micropulverizado de LPTFE

Componente	% em peso
Água deionizada	47,7
Surfynol 440	1,5
Triton X-100	0,6
Foamblast 384E	0,2
Micropulverizado de LPTFE	50,0

Dispersões transportadas em água 50% foram obtidas usando um dispersador para umedecer inicialmente os micropulverizados. Após umedecimento, as dispersões foram movidas para um misturador Silverson e dispersões foram continuadas usando a tela #2 (telas são numeradas 1-4, com 4 o maior tamanho de tela). Estas pré-misturas foram dispersas com o misturador Silverson em 50% de velocidade por 30 minutos.

Revestimentos superiores então formulados na tabela 9 abaixo usando a mesma base de revestimento superior descrita acima e foram aplicados a amostras testes usando o mesmo procedimento descrito acima.

Tabela 9

Revestimento superior de micropulverizado de LPTFE

Componente	% em peso
Dispersão de Daikin D310 PTFE (HPTFE)	60,0
Dispersão de PFA (MPF) na Tabela 12 abaixo	4,1
Dispersão de micropulverizado de PTFE (LPTFE)	3,6
Base de revestimento superior	32,3

Os micropulverizados avaliados são mostrados na tabela 10 abaixo.

Tabela 10

Micropulverizados de LPTFE avaliados

Micropulverizado usado	Teor de sólidos (% em peso)	Tamanho de partícula médio, µm	Primeira temperatura de fusão (DSC), °C
Laurel MP-8T	100,0	1,32	323,1
Laurel MP-55	100,0	0,84	324,3
Laurel MP-25	100,0	0,28	332
Laurel UF-8T A	100,0	1,22	331,5
Dyneon 9207	100,0	13,27	327,6
Laurel MP-10	100,0	11,06	330

A tabela 11 abaixo contem dados de formulação e desempenho sobre os vários revestimentos superiores exemplares que foram formulados com os micropulverizados de LPTFE indicados.

Tabela 11

Revestimentos superiores exemplares 11-15

Revestimento superior exemplar	11 (controle)	12	13	14	15	16	17
HPTFE, % de sólidos em peso de componente FP	94	90	90	90	90	90	90

Revestimento superior exemplar	11 (controle)	12	13	14	15	16	17
MPF, % de sólidos em peso de componente FP	6	5	5	5	5	5	5
Micropulverizado de LPTFE, % de sólidos em peso de componente FP	0	5	5	5	5	5	5
Micropulverizado e tipo de polimerização (S-suspensão, D-dispersão)	Nenhuma	MP-8T (S)	MP-55 (D)	MP-25 (D)	UF-8TA (D)	9207 (D)	MP-10 (S)
Teste de liberação de ovo seco, classificação = 1-5, com 5 melhor	4,0	1,4	3,4	4,4	5	4,8	4,8
Teste de adesão de arranhão mecânico, classificação = 1-9, com 9 melhor	6	6	6	6	6	6	6
Brilho 60°	32	32	32	38	33	33	27
Ângulo de contato, °	129	132	126	129	130	129	
126							

Será visto a partir dos dados acima que os resultados de teste de arranhão mecânico para revestimentos superiores 11-17, que foram formulados com micropulverizados de LPTFE, tendem a ser menores que os melhores resultados observados para revestimentos superiores 2-10, que foram formulados com LPTFE produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão e que a seguir não é aglomerado, irradiado, ou termicamente degradado. Entretanto, revestimentos superiores 15, 16, e 17, formulados com os micropulverizados de LPTFE UF-8TA, 9207, e MP-10, respectivamente, que têm pesos moleculares e primeiras temperaturas de fusão (Tm) relativamente maiores entre os micropulverizados de LPTFE testados, ainda demonstraram aceitável desempenho nos testes de tabela 11, que são particularmente pertinentes para aplicações de utensílios de cozinhar. Isto indica que micropulverizados de LPTFE tendo primeiras tempera-

turas de fusão (T_m) entre 327 °C e 332 °C são talvez mais idealmente apropriados nestas aplicações.

Também, revestimentos superiores 12 e 13, formulados com os micropulverizados de LPTFE MP-8T e MP-55, respectivamente, têm seus pesos moleculares e primeiras temperaturas de fusão (T_m) relativamente menores dos micropulverizados de LPTFE testados. Formulações baseadas em tais materiais de baixo peso molecular têm uma tendência a amolecimento sob condições de cozimento em fogão o que resulta no pobre comportamento de liberação observado. Entretanto, tais formulações ainda podem ser esperadas terem utilidade em menores temperaturas de serviço.

A tabela 12 abaixo é um resumo das porcentagens em peso relativas dos componentes fluoropolímeros de revestimentos superiores 1-17.

Tabela 12

Resumo de formulação de fluoropolímeros para revestimentos superiores 1-17

Revestimento superior	% em peso de HPTFE de sólidos FP totais	% em peso de LPTFE de sólidos FP totais	% em peso de MPF de sólidos FP totais	% em peso de LPTFE de LPTFE e MPF	% em peso de MPF de LPTFE e MPF	Tipo de LPTFE	Tipo de MPF
1 (controle)	**94.0**	0.0	6.0	0.0	100.0	NONE	TE7224
2	91.9	**3.0**	**5.1**	36.9	63.1	SFN-D	6900GZ PFA
3	94.8	**5.2**	0.0	100.0	0.0	SFN-D	NONE
4	70.1	14.2	15.8	47.3	52.7	SFN-D	TE7224
5	49.9	23.6	26.6	47.0	53.0	SFN-D	TE7224
6	**30.0**	32.7	37.2	46.8	53.2	SFN-D	TE7224
7	54.1	20.9	**25.0**	45.5	54.5	SFN-D	TE7224
8	**50.0**	30.0	**20.0**	60.0	40.0	SFN-D	TE7224
9	89.9	4.7	**5.4**	46.8	53.2	SFN-D	TE7224
10	78.1	**7.9**	14.1	35.8	64.2	SFN-D	TE7224

Revestimento superior	% em peso de HPTFE de sólidos FP totais	% em peso de LPTFE de sólidos FP totais	% em peso de MPF de sólidos FP totais	% em peso de LPTFE de LPTFE e MPF	% em peso de MPF de LPTFE e MPF	Tipo de LPTFE	Tipo de MPF
11 (control)	**94.0**	0.0	6.0	0.0	100.0	NONE	TE7224
12	**90.0**	**5.0**	**5.0**	50.0	50.0	MP-8T	TE7224
13	**90.0**	**5.0**	**5.0**	50.0	50.0	MP-55	TE7224
14	90.0	5.0	5.0	50.0	50.0	MP-25	TE7224
15	90.0	5.0	5.0	50.0	50.0	UF-8TA	TE7224
16	90.0	5.0	5.0	50.0	50.0	TF-9207	6900GZ PFA
17	90.0	5.0	5.0	50.0	50.0	MP-10	TE7224

Exemplos 2-7

Nos exemplos 2-7 abaixo, os dados de desempenho de revestimentos superiores 1-10 são discutidos ainda em detalhes.

Exemplo 2

Comparação entre combinação de LPTFE/MPF carecendo de revestimento superior controle e revestimento superior incluindo combinação de LPTFE/MPF

Uma comparação entre as características de desempenho de um revestimento superior controle (revestimento superior 1) com falta de LPTFE e um revestimento superior (revestimento superior 2) incluindo LPTFE é mostrada abaixo na Tabela 13.

Tabela 13

Processo de teste	Teste de liberação de ovo seco (classificação 1-5, com 5 melhor)	Teste de adesão de arranhão mecânico (classificação 1-9, com 9 melhor)	Teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmido / µm DFT)	Brilho 60°	Ângulo de contato, °
Revestimento superior 1 (controle)	4	6	98	42	129
REVESTIMENTO SUPERIOR 2	5	8	161	40	131

A partir de um exame dos dados na Tabela 13, é facilmente visível que adição de uma pequena quantidade de uma combinação de fluoropolímeros LPTFE/MPF de acordo com a presente invenção à formulação de revestimento resulta em dramáticos aperfeiçoamentos para as propriedades de abrasão e liberação do revestimento. Os testes de arranhão mecânico e RAT são testes tradicionais usados para medir a resistência à abrasão e durabilidade de um dado sistema. Em ambos os casos, o revestimento superior 2 mostrou um significante aperfeiçoamento em resistência a abrasão e aspereza *versus* o controle.

A facilidade de limpeza ou remoção de alimento cozido de uma superfície não pegajosa é chamada "liberação". Ambos, o teste de leite queimado (como mostrado na tabela 19 abaixo) e o teste de liberação de ovo seco são reconhecidos pela indústria de utensílios de cozinha como medidas válidas de liberação. Um dramático aperfeiçoamento em liberação como medida através do teste de leite queimado foi visto para revestimento superior 2 *versus* o controle. Um aperfeiçoamento similar, mas menos dramático em liberação como medida pelo teste de liberação de ovo seco foi visto para revestimento superior 2.

Exemplo 3

Investigação de variação de quantidade de LPTFE na combina-

ção de LPTFE / MPF

O efeito de adição de LPTFE a revestimentos superiores baseados em HPTFE foi estudado. Revestimento superior 3 foi fabricado através de uma substituição de porcentagem em peso de LPTFE para o componente MPF em revestimento superior 1. Revestimento superior 3 foi comparado a revestimento superior 1 através de avaliação de resistência a abrasão, adesão com arranhão mecânico, e propriedades de liberação de ovo seco. Painéis testes e caçarolas foram preparadas através de espargimento de revestimento base A sobre um substrato de painel de alumínio pré-limpo, seguido por aquecimento em um forno a 100 °C por dois minutos.

Revestimentos superiores 1 e 3 foram então aplicados para respectivas amostras testes através de espargimento de substratos primados e resfriados com o revestimento superior a ser avaliado, os componentes do qual são descritos na tabela 6 acima. Os substratos revestidos foram curados por 10 minutos em um forno a 430 °C. Como aplicado, a espessura de filme seco (DFT) do revestimento base foi de aproximadamente 8 µm, e aquela dos revestimentos superiores foi de aproximadamente 25 µm. Uma comparação entre as características de desempenho é mostrada abaixo na tabela 14.

Tabela 14

Processo de teste	Teste de liberação de ovo seco (classificação 1-5, com 5 melhor)	Teste de adesão de arranhão mecânico (classificação 1-9, com 9 melhor)	Teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmidos / µm DFT)	Brilho 60°	Ângulo de contato, °
Revestimento superior 1 (controle)	4	6	98	42	129
Revestimento superior 3	5	5	233	46	112

A partir de um exame de tabela 14, é facilmente aparente que a substituição de LPTFE para o componente MPF no revestimento superior 1, como exemplificado por revestimento superior 3, resulta em uma formulação de revestimento superior que exibe aperfeiçoamentos em propriedades de abrasão e liberação, mas também exibe uma queda em durabilidade como refletida no teste de adesão de arranhão mecânico.

Embora resistência à abrasão e liberação sejam importantes características de revestimento, o teste de adesão de arranhão mecânico simula mais de perto uso e abuso pelo consumidor de utensílio de cozinhar.

Exemplo 4

Otimização da combinação de fluoropolímeros e níveis de HPTFE

Variações nas razões de combinação de fluoropolímeros de revestimento superior para o nível de componente HPTFE foram avaliadas para resistência a abrasão, adesão de arranhão mecânico, e liberação. Painéis de testes e caçarolas foram preparados através de espargimento de revestimento base A sobre um substrato pré-limpo, seguido por aquecimento em um forno a 100 °C por dois minutos.

Revestimentos superiores foram então aplicados através de espargimento de substratos primados e resfriados com o revestimento superior a ser avaliado, as formulações dos quais são descritas em tabelas 6 e 7 acima. Os substratos revestidos foram curados por 10 minutos em um forno a 430 °C. Como aplicado, a espessura de filme seco (DFT) do revestimento base foi de aproximadamente 8 micrometros, e aquela dos revestimentos superiores foram de aproximadamente 25 micrometros. Uma comparação entre as características de desempenho é mostrada abaixo na tabela 15.

Tabela 15

Processo de Teste	Teste de liberação de ovo seco (classificação 1-5, com 5 melhor)	Teste de adesão de arranhão mecânico (classificação 1-9, com 9 melhor)	Teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmidos / µm DFT)	Brilho 60°	Ângulo de contato, °
Revestimento superior 1 (controle)	4	6	98	42	129
Revestimento superior 7	1.2	4.5	60	36	117
Revestimento superior 8	2.5	4	58	19	142
Revestimento superior 4	4.5	5	101	30	130
Revestimento superior 10	5	6	113	48	126
Revestimento superior 9	5	8	126	44	131

Exame da tabela 15 mostra que revestimento superior 9 contendo aproximadamente 5% de LPTFE e 5% de PFA em peso de fluoropolímeros totais rendeu a melhor combinação total de propriedades. Em geral onde HPTFE > 70% em peso de fluoropolímeros em revestimentos contendo ambos HPTFE e MPF algum aperfeiçoamento em propriedades foi observado versus o controle. A tabela 11 também indica que uma razão 1:1 aproximada de MPF : LPTFE é preferida. O nível de LPTFE para propriedades ótimas é dado abaixo no exemplo 5.

Exemplo 5

Avaliação de uma combinação fixa de fluoropolímeros (razão 1:1 de LPTFE para MPF) para níveis variáveis de HPTFE

Variações na quantidade de componente HPTFE usado nas

formulações de revestimento superior foram investigadas, com os componentes LPTFE e MPF presentes em uma razão constante de cerca de 1:1, para resistência a abrasão, adesão de arranhão mecânico e liberação. Painéis de testes e caçarolas foram preparados através de espargimento de revestimento base A sobre um substrato pré-limpo, seguido por aquecimento em um forno a 100 °C por dois minutos.

Revestimentos superiores foram então aplicados através de espargimento de substratos primados e resfriados com o revestimento superior a ser avaliado, as formulações dos quais são descritas em tabelas 6 e 7 acima. Os substratos revestidos foram curados por 10 minutos em um forno a 430 °C. Como aplicado, a espessura de filme seco (DFT) do revestimento base foi de aproximadamente 8 micrometros, e aquela dos revestimentos superiores foi de aproximadamente 25 micrometros. Uma comparação entre as características de desempenho é mostrada abaixo na tabela 16.

Tabela 16

Processo de Teste	Teste de liberação de ovo seco (classificação 1-5, com 5 melhor)	Teste de adesão de arranhão mecânico (classificação 1-9, com 9 melhor)	Teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmidos / µm DFT)	Brilho 60°	Ângulo de contato, °
Revestimento superior 6	1.2	4	134	19	122
Revestimento superior 5	3	6	65	22	131
Revestimento superior 4	4.5	5	101	30	130
Revestimento superior 10	5	6	113	48	126
Revestimento superior 9	5	8	126	44	131

A tabela 16 reporta resultados de testes que indicam que quan-

do a combinação de fluoropolímeros está na preferida razão de 1:1 que o nível preferido de HPTFE é > que 80% do teor de fluoropolímeros totais de revestimento superior.

Exemplo 6

Investigação de uniformidade de revestimentos superiores modificados de combinação de fluoropolímeros

Revestimentos superiores modificados de combinação de fluoropolímeros formulados de acordo com a presente invenção foram verificados exibirem brilho similar a, ou maior que revestimentos superiores convencionais similarmente formulados sem o componente LPTFE. Os revestimentos superiores formulados de acordo com a presente invenção também exibem uma sensação tátil mais uniforme comparados com revestimentos superiores não modificados convencionais.

Revestimentos superiores formulados de acordo com a presente invenção exibem aperfeiçoada uniformidade comparados a revestimentos superiores não modificados quando as áreas testadas dos revestimentos superiores são visualmente observadas após testes de aranhão mecânico acelerado terem sido realizados sobre um substrato ao qual os revestimentos superiores foram aplicados. Entretanto, devido estas observações serem subjetivas, comparações de perfilômetro de laser de revestimentos superiores controles e revestimentos superiores formulados de acordo com as superfícies da presente invenção foram empreendidas no presente exemplo usando um Wyko 1100 Optical Profilometer fabricado por Veeco.

A figura 1 é uma imagem de perfilômetro laser do revestimento superior controle, Revestimento Superior 1, e figura 2 é uma imagem de perfilômetro de laser de um revestimento superior formulado de acordo com a presente invenção, Revestimento Superior 2.

As seguintes três medições de aspereza de superfície são mostradas em figuras 1 e 2, e também na tabela 17 abaixo.

Ra = média aritmética de desvio do perfil de aspereza, medido em nanômetros (nm).

Rq = raiz quadrada média de desvio do perfil de aspereza, me-

dido em nanometros (nm).

Rt = a soma da altura de pico de perfil máxima e a profundidade de vale de perfil máxima na área de avaliação, medida em mícrons (μm).

Tabela 17

Revestimento superior	Ra, nm	Rq, nm	Rt, μm
Revestimento superior 1	157,36	204,05	4,54
Revestimento superior 2	42,59	58,9	0,82

A partir de um exame de tabela 17, é facilmente aparente que o revestimento superior 2 é muito mais uniforme que o revestimento superior controle 1.

Exemplo 7

Estudo de efeitos de teores relativos de componentes fluoropolímeros sobre propriedades de revestimento

Os dados apresentados em exemplos 1-6 em conexão com Revestimentos superiores 1-10 são resumidos em figuras 3-17 na forma de gráficos nos quais os teores relativos dos vários componentes fluoropolímeros das presentes composições de revestimento são plotados *versus* as propriedades medidas dos revestimentos.

Em particular, as figuras 3-7 mostram propriedades medidas para os revestimentos superiores plotados como uma função da % em peso do componente HPTFE, as figuras 8-12 mostram propriedades medidas para os revestimentos superiores plotadas como uma função da % em peso do componente LPTFE, e figuras 13-17 mostram propriedades medidas para os revestimentos superiores plotadas como uma função da % em peso do componente MPF. As figuras 3—17mostram geralmente que uma combinação total de desejadas propriedades pode ser obtida quando o componente fluoropolímero da combinação contem entre 2-20% em peso de LPTFE e 2-20% em peso de MPF.

Exemplo 8

Gráficos de contorno de componentes fluoropolímeros sobre propriedades de revestimento

As figuras 18-23 mostram gráficos de contorno em conexão com

revestimentos superiores 1-10 liberação de ovo, testes RAT, teste de arranhão mecânico, brilho, ângulo de contato e "Todos os dados Normalizados" respectivamente como uma função das porcentagens de peso de sólidos secos dos componentes MPF (PFA) e LPTFE dos revestimentos superiores. O último termo, "Todos os Dados Normalizados" é obtido a partir da seguinte equação:

Equação 1: Cálculo de todos os dados normalizados

Meio {[liberação de ovo seco – (liberação de ovo seco)] / [máxima (liberação de ovo seco) – mínima (liberação de ovo seco)],

[ciclos RAT úmidos / µm DFT – Mínima (RAT úmida)] / [máxima (RAT úmida-)-Mínima (RAT úmida)],

[MSAT – mínima (MSAT)] / [Máxima (MSAT) – Mínima (MSAT)],

[brilho 60° – mínimo (brilho 60°)] / [máximo (brilho 60°) – mínimo (brilho 60°)],

[Ângulo de contato – Mínimo (Ângulo de Contato)] / [Máximo (Ângulo de Contato) – Mínimo (ângulo de contato)]}

(MSAT é o teste de adesão de arranhão mecânico)

Ou seja, para cada teste o [valores reais – valor mínimo de todos os dados daquele teste] medido para todas as amostras são divididos pela faixa de valores para aquele teste, o que normaliza os dados em uma faixa 0-1. Então, para combinar todos os testes para um único valor a média de todos os valores normalizados é tomada.

Exame de figuras 18-23 revela que brilho, RAT e desempenho de arranhão mecânico correspondem com boa liberação de ovo seco, enquanto existe uma correlação um pouco menos pronunciada entre ângulo de contato e liberação de ovo.

A figura 23 mostra os dados normalizados obtidos pela equação 1 acima, onde pode ser visto que, em uma modalidade, uma combinação benéfica de propriedades é obtida por um revestimento superior incluindo aproximadamente entre 5% em peso e 15% em peso de LPTFE e entre 5% em peso e 15% em peso de MPF, com o restante HPTFE, baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros no revestimento superior.

Exemplo 9

Outras formulações de revestimento superior

A tabela 18 abaixo mostra formulações para adicionais revestimentos superiores preparadas como descrito acima. Os revestimentos superiores 1-10 são uma nova expressão de Revestimentos Superiores 1-10 dos exemplos acima, e são incluídos abaixo junto com adicionais formulações, todas as quais são formuladas com LPTFE produzido por polimerização de dispersão ou polimerização de emulsão e que não foi a seguir aglomerado, irradiado, ou degradado termicamente. Revestimentos superiores 11-17 dos exemplos acima foram omitidos da tabela 18 quando os mesmos são formulados com micropulverizados de LPTFE.Revestimentos superiores 18-52 abaixo foram preparados usando revestimento base A ou B de exemplo 1 como definidos na chave para tabelas 18 e 19, abaixo.

Tabela 18

Outras formulações de revestimento superior

Revestimento superior #	Tipo de Revestimento superior	(A)LPTFE	(B) HPTFE	(C) PFA	(D) SFN-DNs	(E) SFN-D	(F) LDW-410	(G) TE-3887N	(H)6900GZ	(I)TE7224	(J)D-310	(K)TF5035Z	(L)SFN-CO1
1	6900 D310	0	0,949	0,051	0	0	0	0	4,1	0	76,6	0	0
1	6900 D310	0	0,949	0,051	0	0	0	0	4,1	0	76,6	0	0
1	6900 D310	0	0,949	0,051	0	0	0	0	4,1	0	76,6	0	0
1	6900 D310	0	0,949	0,051	0	0	0	0	4,1	0	76,6	0	0
2	SFND6900 D310	0,03	0,93	0,04	2,4	0	0	0	3,2	0	74,8	0	0
2	SFND6900 D310	0,03	0,93	0,04	2,4	0	0	0	3,2	0	74,8	0	0
3	SFNDD310	0,052	94,8	0	4,2	0	0	0	0	0	76,6	0	0
4	SFND7224 D310	0,141	0,7	0,159	0	11,7	0	0	0	11,8	57,7	0	0
5	SFND7224 D310	0,235	0,5	0,265	0	19,7	0	0	0	19,5	41,9	0	0
6	SFND7224 D310	0,327	0,3	0,373	0	26,4	0	0	0	30,1	24,2	0	0
7	SFND7224 D310	0,209	0,54	0,251	0	17,1	0	0	0	20,5	44,1	0	0

Revestimento superior #	Tipo de Revestimento superior	(A)LPTFE	(B) HPTFE	(C) PFA	(D) SFN-DNs	(E) SFN-D	(F) LDW-410	(G) TE-3887N	(H)6900GZ	(I)TE7224	(J)D-310	(K)TF5035Z	(L)SFN-CO1
8	SFND7224 D310	0,3	0,5	0,2	0	24,9	0	0	0	14,6	41,6	0	0
9	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	73,2	0	0
9	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	73,2	0	0
10	SFND6900 D310	0,08	0,8	0,12	6,5	0	0	0	9,7	0	64,4	0	0
10	SFND6900 D310	0,08	0,8	0,12	6,5	0	0	0	9,7	0	64,4	0	0
18	SFND7224 D310	0,1	0,5	0,4	0	8	0	0	0	32,2	40,3	0	0
19	SFND6900 D310	0,06	0,88	0,06	4,8	0	0	0	4,8	0	70,6	0	0
20	SFND6900 D310	0,06	0,88	0,06	4,8	0	0	0	4,8	0	70,6	0	0
21	SFND7224 D310	0,14	0,7	0,16	0	11,3	0	0	0	12,9	56,5	0	0
25	SFND6900 D310	0,04	0,88	0,08	3,2	0	0	0	6,5	0	70,9	0	0
25	SFND6900 D310	0,04	0,88	0,08	3,2	0	0	0	6,5	0	70,9	0	0
25	SFND6900 D310	0,04	0,88	0,08	3,2	0	0	0	6,5	0	70,9	0	0
25	SFND6900 D310	0,04	0,88	0,08	3,2	0	0	0	6,5	0	70,9	0	0
26	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	6,5	0	68,5	0	0
27	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	6,5	0	68,5	0	0
27	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	6,5	0	68,5	0	0
27	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	6,5	0	68,5	0	0
28	SFND7224 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	0	6,5	68,5	0	0
28	SFND7224 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	0	6,5	68,5	0	0
28	SFND7224 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	0	6,5	68,5	0	0
28	SFND7224 D310	0,07	0,85	0,08	5,6	0	0	0	0	6,5	68,5	0	0
29	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	68,5	0	0
29	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	68,5	0	0
29	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	68,5	0	0
29	SFND6900 D310	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	68,5	0	0

Revestimento superior #	Tipo de Revestimento superior	(A)LPTFE	(B) HPTFE	(C) PFA	(D) SFN-DNs	(E) SFN-D	(F) LDW-410	(G) TE-3887N	(H)6900GZ	(I)TE7224	(J)D-310	(K)TF5035Z	(L)SFN-CO1
30	SFND6900 5035	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	0	68,5	0
30	SFND6900 5035	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	0	68,5	0
30	SFND6900 5035	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	0	68,5	0
30	SFND6900 5035	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	6,5	0	0	68,5	0
31	SFND7224 D310	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	0	6,5	68,5	0	0
31	SFND7224 D310	0,07	0,85	0,08	0	5,6	0	0	0	6,5	68,5	0	0
32	SFND7224 D310	0,039	0,913	0,047	0	3,2	0	0	0	3,9	74,4	0	0
32	SFND7224 D310	0,039	0,913	0,047	0	3,2	0	0	0	3,9	74,4	0	0
33	SFND7224 D310	0,02	0,957	0,023	0	1,6	0	0	0	1,9	78	0	0
33	SFND7224 D310	0,02	0,957	0,023	0	1,6	0	0	0	1,9	78	0	0
34	SFND7224	0,467	0	0,533	0	37,7	0	0	0	43,0	0	0	0
35	SFND7224 D310	0,42	0,1	0,48	0	33,9	0	0	0	38,8	8,06	0	0
36	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	73,2	0	0
36	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	73,2	0	0
37	3887N 7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	0	0	4,3	0	4,3	72,8	0	0
38	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	73,2	0	0
39	SFND7224 SFN-COI	0,047	0,9	0,053	0	3,8	0	0	0	4,3	0	0	73,5
39	SFND7224 SFN-COI	0,047	0,9	0,053	0	3,8	0	0	0	4,3	0	0	73,5
40	SFND7224 SFN-COI	0,05	0,8	0,15	0	4	0	0	0	12,4	0	0	65,1
41	SFND7224 SFN-COI	0,05	0,7	0,25	0	4,1	0	0	0	20,3	0	0	57
42	7224 D310 LDW40	0,062	0,886	0,052	0	0	5,1	0	0	4,3	72,3	0	0

Revestimento superior #	Tipo de Revestimento superior	(A)LPTFE	(B) HPTFE	(C) PFA	(D) SFN-DNs	(E) SFN-D	(F) LDW-410	(G) TE-3887N	(H)6900GZ	(I)TE7224	(J)D-310	(K)TF5035Z	(L)SFN-CO1
43	3887N 7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	0	0	3,8	0	4,4	73,2	0	0
44	3887N 7224 SFN-COI	0,047	0,9	0,053	0	0	0	3,9	0	4,4	0	0	73
45	3887N 7224 D310 SFNCOI	0,047	0,9	0,053	0	0	0	3,9	0	4,4	36,8	0	36,3
46	3887N 7224 D310 SFNCOI	0,047	0,9	0,053	0	0	0	3,9	0	4,4	55	0	18,1
47	3887N 7224 D310 SFNCOI	0,047	0,9	0,053	0	0	0	3,9	0	4,4	18,4	0	54,6
48	3887N 7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	0	0	3,8	0	4,4	73,2	0	0
49	SFND7224 D310	0,09	0,8	0,11	0	7,4	0	0	0	9	65,2	0	0
50	3887N 7224 D310	0,09	0,8	0,11	0	0	0	7,4	0	9	65,2	0	0
51	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	72,3	0	0
52	SFND7224 D310	0,047	0,9	0,053	0	3,9	0	0	0	4,4	72,3	0	0

A tabela 19 abaixo mostra os resultados de testes dos revestimentos superiores da tabela 18.

Tabela 19

Outros dados de testes de formulação de revestimento superior

Topcoat #	(M) Dry Egg Release	(N) Burnt Milk Test	(O) Gloss	(P) Contact Angle	(Q) Wet RAT Basecoat A	(R) Wet RAT Basecaot B	(S)MSAT Basecoat A	(T) MSAT Basecoat B	(U) norm abrasion	(V) norm release	(W) norm surface	(X) norm data
1	4	2	49	129	60	.	6	.	0.31	0.37	0.91	0.53
1	.	.	.	.	47	.	.	.	0	.	.	0
1	.	.	.	.	145	.	.	.	0.42	.	.	0.42
1	.	.	.	.	139	.	.	.	0.39	.	.	0.39
2	5	4	46	117	167	.	8	.	0.76	1	0.6	0.78
2	.	.	.	.	154	.	.	.	0.46	.	.	0.46
3	5	3.5	46	112	233	.	5	.	0.56	0.88	0.48	0.64
4	4.5	.	30	130	.	101	.	5	0.56	0.87	0.68	0.7
5	3	.	22	131	.	65	.	6	0.54	0.47	0.6	0.54
6	1.2	.	19	122	.	67	.	4	0.33	0.02	0.36	0.23
7	1.2	.	36	117	.	30	.	4.5	0.25	0	0.47	0.24
8	2.5	.	19	132	.	29	.	4	0.19	0.34	0.58	0.37
9	5	4	.	.	133	.	8	.	0.68	1	.	0.84
9	5	4	.	.	115	.	.	.	0.29	1	.	0.65
10	4	2	48	126	145	.	6	.	0.49	0.37	0.83	0.56
10	.	.	.	.	50	.	.	.	0.01	.	.	0.01
18	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
19	4	2	46	128	88	.	6	.	0.37	0.37	0.85	0.53
20	.	.	.	.	181	.	.	.	0.57	.	.	0.57
21	2.6	.	43	114	.	27	.	6.5	0.46	0.47	0.49	0.47
25	4.5	3	46	129	121	.	6	.	0.44	0.68	0.87	0.66
25	.	.	.	.	188	.	.	.	0.6	.	.	0.6
25	.	.	.	.	80	.	.	.	0.14	.	.	0.14
25	.	.	.	.	150	.	.	.	0.44	.	.	0.44
26	5	4	46	129	100	.	6	.	0.39	1	0.87	0.75
27	.	.	.	.	129	.	.	.	0.35	.	.	0.35
27	5	4	.	.	257	.	6	.	0.73	1	.	0.86
27	.	.	.	.	83	.	.	.	0.15	.	.	0.15
28	5	4	48	123	281	.	8	.	1	1	0.76	0.92

28	.	.	.	.	186	.	.	.	0.59	.	.	0.59
28	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
28	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
29	5	4	33	.	92	.	6	.	0.37	1	0.58	0.65
29	.	.	.	.	186	.	.	.	0.59	.	.	0.59
29	5	4	37	.	69	.	.	.	0.09	1	0.68	0.59
29	.	.	.	.	50	.	.	.	0.01	.	.	0.01
30	5	4	21	131	104	.	3.5	.	0.12	1	0.59	0.57
30	.	.	.	.	96	.	.	.	0.21	.	.	0.21
30	.	.	.	.	74	.	.	.	0.12	.	.	0.12
30	.	.	.	.	79	.	.	.	0.14	.	.	0.14
31	5	4	34	115	148	.	6.1	.	0.5	1	0.39	0.63
31	.	.	.	.	155	.	.	.	0.46	.	.	0.46
32	5	4	21	114	115	.	6.1	.	0.43	1	0.2	0.54
32	.	.	.	.	135	.	.	.	0.38	.	.	0.38
33	5	4	28	111	162	.	6	.	0.52	1	0.22	0.58
33	.	.	.	.	86	.	.	.	0.17	.	.	0.17
34	2	.	11	118	.	22	.	2.5	0	0.32	0.16	0.16
35	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
36	5	4	.	.	156	.	6	.	0.51	1	.	0.76
36	5	4	.	.	100	.	.	.	0.23	1	.	0.61
37	5	.	33	129	.	66	.	6	0.55	1	0.7	0.75
38	5	.	37	130	.	75	.	7	0.69	1	0.77	0.82
39	3	.	25	111	.	48	.	6	0.48	0.47	0.18	0.38
39	3	.	25	132	.	59	.	5	0.41	0.47	0.66	0.52
40	3	.	24	124	.	161	.	6	0.89	0.47	0.47	0.61
41	3.1	.	18	126	.	85	.	4.9	0.49	0.5	0.43	0.48
42	4.6	.	29	128	.	51	.	6	0.49	0.89	0.62	0.67
43	5	.	33	126	.	47	.	6	0.48	1	0.63	0.7
44	2.6	.	34	132	.	46	.	6	0.48	0.41	0.78	0.56
45	3.8	.	34	132	.	60	.	6	0.53	0.72	0.78	0.67
46	4.2	.	35	131	.	58	.	6	0.52	0.82	0.77	0.7
47	4	.	34	130	.	55	.	6	0.51	0.77	0.73	0.67
48	4.6	.	33	130	.	59	.	6.2	0.54	0.93	0.72	0.73
49	1.5	.	37	133	.	63	.	6.5	0.59	0.2	0.84	0.54
50	5	.	33	127	.	42	.	6.5	0.52	1	0.65	0.72
51	4.6	.	39	133	.	36	.	7	0.55	0.91	0.87	0.78
52	4.8	.	34	128	.	35	.	6	0.44	0.95	0.69	0.69

Certos títulos de Tabelas 18 e 19 têm chaves com letras A-X como mostrado abaixo.

(A) O volume de sólidos do componente LPTFE como uma fração do teor de fluoropolímeros totais (FP) (1,0) na fórmula de revestimento superior. Por exemplo, 0,07 pode significar que 7% em volume dos sólidos em volume de FP totais são LPTFE.

B) Os sólidos em volume do componente HPTFE como uma fração do teor de FP total (1,0) na fórmula de revestimento superior.

C) Os sólidos em volume do componente PFA (um fluoropolímero processável em fusão (MPF)) como uma fração do teor de FP total (1,0) na fórmula de revestimento superior.

D) Porcentagem de sólidos em volume de Chenguang SFN-DNs (25% em peso de sólidos de dispersão de LPTFE não estabilizado) no volume de filme seco de revestimento superior total.

E) Porcentagem de sólidos em volume de Chenguang SFN-D (50% em peso de sólidos de dispersão de LPTFE estabilizado) no volume de filme seco de revestimento superior total.

F) Porcentagem de sólidos por volume de Daikin LDW-410 (60% em peso de sólidos de dispersão de LPTFE estabilizado) no volume de filme seco de revestimento superior total.

G) Porcentagem de sólidos por volume de DuPont Zonyl TE-3887N (60% em peso de sólidos de dispersão de LPTFE estabilizado) no volume total de filme seco de revestimento superior.

H) Porcentagem de sólidos em volume de Dyneon PFA 6900GZ (50% em peso de sólidos de dispersão de MPF estabilizado) no volume total de filme seco de revestimento superior.

I) Porcentagem de sólidos em volume de DuPont TE-7224 PFA (60% em peso de sólidos de dispersão de MPF estabilizado) no volume total de filme seco de revestimento superior.

J) Porcentagem de sólidos em volume de Daikin D-310 (60% em peso de sólidos de dispersão de HPTFE estabilizado) no volume total de filme seco de revestimento superior.

K) Porcentagem de sólidos em volume de Dyneon TF 5035Z (58% em peso de sólidos de dispersão de HPTFE estabilizado) no volume total de filme seco de revestimento superior.

L) Porcentagem de sólidos em volume de Chenguang SFN-CO1 (60% em peso de sólidos de dispersão de HPTFE estabilizado) no volume total de filme seco estabilizado.

M) resultado de teste de liberação de ovo seco (DER), classificado 1-5, com 5 melhor.

N) resultado de teste de liberação de leite queimado, classificado 1-4, com 4 melhor.

O) leitura de brilho anotada como % de refletância usando um medidor de brilho em 60°.

P) medição de ângulo de contato em graus usando água.

Q) Teste de abrasão recíproco úmido (RAT) com revestimentos superiores aplicados sobre revestimento base A. Resultados expressos em ciclos WRAT por mícron de construção de filme total medida em mícrons (espessuras de filme de revestimento base e revestimento superior combinadas).

R) Teste de abrasão recíproco úmido (RAT) com revestimentos superiores aplicados sobre revestimento base B. Resultados expressos em ciclos WRAT por mícron de construção de filme total medida em mícrons (espessuras de filme de revestimento base e revestimento superior combinadas).

S) Resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) com revestimento superior aplicado sobre revestimento base A. Classificações = 1-9, com 9 melhor.

T) Resultados de teste de adesão de arranhão mecânico (MSAT) com revestimentos superiores aplicados sobre revestimento B. Classificações = 1-9, com 9 melhor.

U) resultados de teste de abrasão normalizados, como calculados a partir da seguinte equação:

Média {[(Q) RAT úmido de revestimento base A – mínimo ((Q) RAT úumido de revestimento base A)] / [máximo ((Q) RAT úmido revestimento base A – mínimo ((Q) RAT úmido de revestimento base A)),

[(R) RAT úmido de revestimento base B – mínimo ((R) RAT úmido de revestimento base B)] / [máximo ((R) RAT úmido de revestimento base B-) – mímino ((R) RAT úmido de revestimento base B)],

[MSAT de revestimento base A – mínimo (MSAT de revestimento base A)] / [máximo (MSAT revestimento base A) – mínimo (MSAT revestimento base A),

[MSAT revestimento base B – mínimo (MSAT revestimento base B)] / [máximo (MSAT revestimento base B) – mínimo (MSAT revestimento base B)]}

V) resultados de teste de liberação normalizados, como calculados a partir da seguinte equação:

Média {[(M) liberação de ovo seco – mínimo ((M) liberação de ovo seco)] / [máximo ((M) liberação de ovo seco – mínimo ((M) liberação de ovo seco)),

[(N) teste de leite queimado – mínimo (((N) teste de leite queimado)) / [máximo ((N) teste de leite queimado-) – mínimo ((N) teste de leite queimado)]]

W) resultados de teste de superfície normalizados, como calculados a partir da seguinte equação:

Média {[(O) brilho – Mínimo ((O) Brilho)] / [máximo ((O) Brilho) - Mínimo ((O) Brilho)],

[(P) Ângulo de Contato – Mínimo ((P) Ângulo de Contato)] / [Máximo ((P) Ângulo de contato) – Mínimo ((P) Ângulo de Contato)]}

X) resultados de teste todos normalizados, como calculados a partir da seguinte equação:

Média {(U) abrasão norm, (V) liberação norm, (W) superfície norm}

As figuras 24-36 mostram gráficos de contorno derivados de dados da Tabela 19 que indicam que propriedades benéficas são observadas para revestimentos superiores que, em uma modalidade, contêm entre 5-20% em peso de LPTFE e 5-20% em peso de MPF e, em uma outra modalidade, contêm entre 5-15% em peso de LPTFE e 5-15% em peso de MPF, baseado no teor total de fluoropolímeros.

M[etodos de testes

Os protocolos de testes do teste de abrasão recíproco (RAT), o teste de adesão de arranhão mecânico, o teste de adesão de leite queimado, e o teste de liberação de ovo seco são mostrados abaixo.

I.Teste de abrasão recíproco (RAT)

O teste de abrasão recíproco foi conduzido sob as seguintes condições modificadas com relação ao protocolo de teste completo mostrado abaixo: (1) as amostras revestidas foram testadas até 10% de exposição do substrato; (2) o teste foi realizado usando um peso de 3 kg em temperatura ambiente; (3) as almofadas Scotchbrite 3M (7447) foram trocadas cada 2000 ciclos; e (4) o teste foi corrido úmido através de adição de 120 mL de uma solução 0,5% de Triton X-100 em água deionizada à caçarola antes de início de teste.

O completo protocolo de teste é como se segue:

Escopo: Este teste mede a resistência de revestimentos a abrasão através de uma almofada Scotch-Brite recíproca. O teste submete abrasão ao revestimento em um movimento para frente e para trás. O teste é uma medida da vida útil de revestimentos que foram submetidos à esfregação e outras formas similares de dano causado por limpeza. TM 135C é específico para uma aparelhagem de teste construída por Whitford Corporation of West Chester, PA. Entretanto, é aplicável a processos de testes similares tal como aquele descrito em British Standard 7069-1988.

Equipamento e Materiais

(1) Uma máquina de teste capaz de reter uma almofada abrasiva Scotch-Brite de um tamanho específico para a superfície a ser testada com uma força fixa e capaz de mover a almofada em um movimento para frente e para trás (recíproco) sobre uma distância de 10-15 cm (4 a 6 polegadas). A força e movimento são aplicados através de uma agulha pesada, de queda livre. A máquina tem de estar equipada com um contador, preferivelmente um que possa ser fixado para desligar após um dado número de ciclos.

(2) Almofadas Scotch-Brite de requerido corte de abrasividade para o requerido tamanho. Almofadas Scotch-Brite são fabricadas por 3M Company, Abrasive Systems Division, St Paul, MN 2525144-1000. Almofadas vêm em graus com níveis variáveis de abrasividade como se segue:

Mais baixo – 7445, 7448, 6448, 7447, 6444, 7446, 7440, 5440 – mais alta

Almofadas Scotch-Brite podem ser usadas em temperaturas de até 150°C (300°F). Almofadas equivalentes podem ser usadas.

(3) Placa quente para aquecer espécimes de teste (Opcional)

(4) Solução detergente ou óleo para modalidade de teste com um líquido. (Opcional)

Procedimento:

Antes de início de teste, o ponto final tem de ser definido. Usualmente, o ponto final é definido quando alguma quantidade de substrato foi exposta. Entretanto, o ponto final pode ser definido como um dado número de choques mesmo se o substrato não é exposto. Os presentes inventores usam uma exposição de 10% de substrato sobre a área abrasivada como a definição padrão de ponto final. Outros pontos finais podem ser usados.

Segura-se a parte a ser testada sob a almofada recíproca. A parte tem de ser firmemente fixada com parafusos, grampos ou fita. A parte deve ser tão plana quanto possível e longa o suficiente de modo que a almofada não corra fora da borda. Ressaltos na superfície serão desgastados primeiro, e corrida fora de uma borda pode rasgar a almofada e causar arranhão prematuro e um resultado falso.

Corta-se uma peça de Scotch-Brite de requerida abrasividade no exato tamanho do "pé" do estilete. Os presentes inventores usam Grau 7447 como padrão, e o "pé" do estilete sobre a máquina de teste é de 5 cm (2 polegadas) de diâmetro. Ligar a almofada à parte inferior do "pé". A almofada de Scotch-Brite é fixada ao "pé" por meio de uma peça de "Velcro" colada à parte inferior do pé.

Se a máquina tem um comprimento de choque ajustável, fixa-se o requerido comprimento. Os presentes inventores usam um comprimento de choque de 10 cm (4 polegadas) como padrão. Abaixar a almofada sobre a superfície da peça a ser testada. Certificar-se de que o peso está completamente livre. Os presentes inventores usaram um peso de 3,0 Kg como padrão, mas isto pode ser variado.

Se a máquina está equipada com um contador, fixa-se o conta-

dor para o requerido número de choques. Um choque é um movimento em uma direção. Se a máquina não tem um contador automático, a contagem tem de ser observada de modo que a máquina possa ser desligada no momento próprio. A máquina é desligada em vários intervalos para troca de almofada abrasiva. A abrasividade da almofada é alterada (usualmente se torna menos efetiva) quando a almofada se enche com debris. Os presentes inventores trocaram almofadas em intervalos de 2000choques. Mil choques é o intervalo preferido entre trocas de almofadas.

Inicia-se a máquina de teste. Permite-se corrida até um ponto final ser atingido ou até um número requerido de choques ser obtido antes de troca de almofada.

Inspeciona-se a peça teste cuidadosamente no início e fim de cada partida. Quando o ponto final é abordado, o substrato começará a aparecer através do revestimento. Quando próximo do ponto final, observar a peça de teste constantemente. Parar a máquina quanto o ponto final for atingido.

Avaliação

Anotar o seguinte para a máquina de teste:

1. Grau e tamanho de almofada Scotch-Brite.
2. Carga sobre o estilete
3. Número de choques entre trocas de almofadas
4. Comprimento de choque.
5. Definição de ponto final
6. Números de choques para ponto final

Testes em duplicatas provêm maior confiabilidade. Indicar se ponto final é um resultado simples ou a média de vários resultados.

Anotar a descrição do revestimento, a espessura de filme, e preparação de substrato e superfície.

Se o teste é conduzido para um número específico de choques, anotar o número de choques. Anotar a descrição da quantidade de desgaste, tal como porcentagem de substrato exposto, ou número de choques para primeira exposição de substrato. Opcionalmente, anotar a espessura de fil-

me e/ou peso antes e após testes.

Se o teste é realizado em temperatura elevada, anotar a temperatura do teste. Se realizado com um líquido, anotar específicos do líquido.

Comentários / Precauções

Ambos os lados de uma almofada Scotch–Brite podem ser usados. Almofadas têm de ser cortadas precisamente para adaptarem-se ao "pé". Bordas rasgadas ou pontos ásperos sobre a almofada proporcionarão resultados falsos. Peças de testes têm de ser planas e livres de sujeira ou outras partículas. Este processo de teste é similar ao teste de abrasão descrito em BS 7069:1988, Appendix A1. Quando testadas de acordo com BS 7069, peças de testes são imersas em 50 cm^3 de uma solução de 5 g/litro de detergente de lavagem de pratos doméstico em água. O teste core por 250 ciclos com almofadas trocadas cada 50 ciclos.

II. Teste de Adesão de Arranhão Mecânico (MSAT)

1. Escopo. Revestimentos para utensílios de cozinhar são suscetíveis a abuso e dano por arranhão e corte com utensílios metálicos. Este processo descreve um procedimento e equipamento que inflige abuso sobre revestimentos, é reproduzível, objetivo e rápido. Uma ponta de caneta de ponto de bola pesada afixada a um braço de balança é colocada sobre a superfície revestida que está girando sobre uma mesa rotatória. Ao mesmo tempo, o braço de balança oscila de lado para lado por meio de um excêntrico rotatório. A mesa rotatória e o excêntrico são acionados através de motores DC de velocidade constante. A velocidade da mesa rotatória e do excêntrico é controlada através de suprimentos de energia DC variáveis. A amplitude de oscilação é controlada pelo grau de excentricidade no excêntrico. O peso é variável. Através de ajuste de velocidades dos motores e da amplitude vários padrões de arranhões podem ser obtidos. Estes podem ser ajustados para cobrirem uma área de superfície pequena ou grande.

Para ainda simular as condições encontradas por revestimentos para utensílios de cozinha não pegajosos, a peça de teste (painel ou caçarola) é coberta com óleo quente. A temperatura do óleo é mantida com lâmpadas de aquecimento IR e é monitorada com um termômetro ou termopar.

2. Equipamento e Materiais

2.1 aparelhagem de adesão de arranhão mecânico com conjunto de pesos.

2.2 cartuchos de reenchimento de caneta de ponta de bola padrão de ponto médio (Pentech Part # 85330 ou equivalente).

2.3 placa quente

2.4 óleo de cozinhar

2.5 termômetro ou leitura digital com fio de termopar

2.6 pequenos grampos 'C'

2.7 caçarola rasa de aproximadamente 25 cm (10 polegadas) em diâmetro.

2.8 conjunto (2 ou 3) de lâmpadas de aquecimento infravermelhas de 250 watts sobre suporte.

3. Procedimento

3.1 Insere-se um refil de caneta de ponta de bola na montagem de estilete. (Nota-se – um novo refil de caneta é usado para cada teste). Verifica-se o balanço e nível do braço de balanço com peça teste em posição. Ajusta-se se necessário. Remove-se a peça teste. Fixa-se a amplitude da oscilação através de escolha de própria fixação de excêntrico. (Típica fixação de excêntrico é o segundo orifício de parafuso a partir do centro). Fixa-se o raio mínimo e máximo através de afrouxamento de parafuso retendo braço de balanço e ajustando nos extremos do excêntrico. Usualmente, um círculo de centro é de cerca de 51 mm (2 polegadas) é permitido no padrão de teste.

3.2 Sem peso sobre o braço de balanço, e retendo a caneta acima de mesa giratória, ajusta-se a velocidade da mesa giratória e o excêntrico. É importante ajustar a velocidade de ambos, a mesa rotatória e o excêntrico de modo que padrões de repetição são eliminados ou minimizados. A caneta deve percorrer um novo caminho sobre mais da área de desgaste quanto possível. Embora outras velocidades possam ser aceitáveis, as seguintes velocidades reduziram problemas de partida.

Mesa rotatória: 15 rpm ou 10 revoluções em 39,4-39,6 se-

gundos

Excêntrico: 21 rpm ou 10 revoluções em 28,5-28,9 segundos

3.3 Coloca-se uma peça de papel sobre a mesa rotatória e manter no lugar com fita. Carrega-se a caneta com um peso leve (aprox. 200 gramas). Coloca-se a caneta sobre o papel e traça-se o padrão de arranhão que ela seguirá. Se um padrão de repetição ocorre, ajusta-se a velocidade de mesa rotatória ou excêntrico. Salva-se o padrão. Isto é também uma verificação do funcionamento da caneta. Se ela não escreve, substitui-se a mesma.

3.4 Remove-se o papel. Centra-se caçarola sobre a mesa rotatória. Se testando painéis, coloca-se caçarola rasa sobre mesa rotatória e colocar painéis na caçarola. Painéis têm de ser de um tamanho grande o suficiente para acomodar o tamanho do padrão de arranhão. Usando grampos 'C', ancora-se a caçarola e painel na mesa rotatória. Mantendo a caneta acima de peça de teste, liga-se a mesa rotatória e excêntrico e observa-se várias revoluções para assegurar que o padrão de arranhão esteja inteiramente sobre a peça de teste. Desliga-se a unidade.

3.5 Aquecer suficiente óleo de cozinha para cobrir a superfície teste por cerca de 3-6 mm. Aquecer para temperatura teste, tipicamente 150 °C (300° F). (CAUTELA: Acima de cerca de 150 °C, óleos de cozinha emitem fumaças e odores fortes. Também, eles se tornam bem inflamáveis. Se correndo acima de 150 °C, conduz-se o teste em uma área bem ventilada, preferivelmente em uma capela). Coloca-se óleo quente na caçarola. Posicionam-se lâmpadas IR próximas de caçarola e ligam-nas para manter a temperatura do óleo. Algum teste anterior de própria posição das lâmpadas será requerido para manter a temperatura dentro de uma faixa de 5 °C (40°F). Monitora-se a cada 5 minutos durante o teste, e ajusta-se a posição das lâmpadas para manter esta tolerância. (Um medidor de temperatura de leitura contínua é mais conveniente para esta medição).

3.6 Coloca-se o peso adequado sobre o braço de balanço. Tipicamente, este variará de 250 a 1000 gramas, com 500 gramas sendo usado mais frequentemente. Inicia-se ambos motores e coloca-se a caneta

suavemente sobre a superfície revestida. Deixa-se o teste correr pelo comprimento de tempo requerido.

4. Avaliação

4.1 Anota-se a seguinte informação:

Velocidade de mesa rotatória e excêntrico em rpm

Fixação de amplitude de excêntrico (número ou distância de raio anterior para exterior em cm)

Carga sobre ponta de caneta em gramas

Temperatura de óleo

Duração de teste

Todos os parâmetros de peça teste (substrato e preparação de substrato, revestimento, espessura, cura, etc.)

4.2 Remove-se a peça teste, drena-se o óleo, e lava-se em água quente e detergente suave. Seca-se a mancha com papel toalha. Observa-se visualmente o dano para o revestimento. Isto pode ser feito em uma base comparativa contra outros espécimes testes. Em geral, níveis de desempenho foram classificados como se segue:

Classificações de teste de arranhão mecânico

9	Nenhum efeito. Leve arranhão da superfície. Nenhuma ruptura em qualquer lugar no padrão de arranhão.
8	Leve. Leve arranhão da superfície. Círculo interno de padrão está mostrando corte leve através de revestimento base e possivelmente alguns cortes para substrato. Círculo externo não cortado através.
6	Moderado. Arranhão moderado entre círculo interno e externo. Círculo interno e externo ambos cortam através de revestimento básico e possivelmente para substrato (interno usualmente pior que externo).
4	Considerável. Menos que 25% de perda de revestimento entre círculo interno e externo (quantidade estimada e anotada). Considerável corte através de substrato e desgastando nos círculos interno e externo.
2	Severo. Entre 25% a 50% de perda de adesão de revestimento entre círculo interno e externo. Severa perda de revestimento em círculos interno e externo. Substrato de metal bem aparente.
0	Falha total. Mais que 50% de perda de adesão e superfície de revestimento.

5. Comentários / Precauções

5.1 A abordagem preferida para modalidade deste teste é estabelecer um conjunto de parâmetros de operação para a velocidade de mesa rotatória e do excêntrico, a amplitude de oscilação, e temperatura de óleo. Então variar a carga ou tempo. Uma vez isto tenha sido estabelecido, fixar procedimentos de testes individuais rápida e uniformemente.

5.2 Verifica-se o balanço e oscilação do braço de balanço frequentemente para assegurar que ele não se torne frouxo e danificado.

5.3 Verifica-se a velocidade da mesa rotatória e do excêntrico frequentemente, e ajustar adequadamente.

5.4 Este teste pode ser corrido frio, isto é, sem óleo quente.

5.5 Com um estilete diferente e sem rotação do excêntrico, este teste pode ser corrido como Teste de Penetração de Bola, Processo de Teste Whitford 137B. Outros estiletes também podem ser usados para testes de diferentes propriedades.

III. Teste de adesão de leite queimado

Este teste é basicamente o mesmo como aquele descrito pela Cookware Manufacturer's Association (Burnt Milk Adhesion Test: CMA 21.6.2) mas foi modificado para usar menos leite (150 mL *vs.* 237 mL). Como o leite tende a aderir mais antes de completa carbonização, o teste foi interrompido quando a superfície de 'panqueca' de leite foi > 95% amarronzada (umas poucas áreas mais claras, castanhas, ainda aparentes). E, um sistema de classificação outro que não passa / falha foi adicionado. Após desligar o aquecimento de caçarola, erguer uma borda (~1 cm dentro a partir da borda) da 'panqueca' quente com uma espátula. Permitir que esta borda resfrie ~30 segundos. Após resfriamento, erguer a 'panqueca' através desta borda resfriada a partir da caçarola. Classificar resultados através do seguinte sistema a partir de melhor para pior:

Classificações de Teste de adesão de leite queimado

4	'panqueca' pode ser removida da caçarola intacta por erguimento a partir de uma borda
3	'panqueca' pode ser erguida da caçarola com alguma quebra, mas nenhum auxílio com espátula
2	'panqueca' pode ser completamente removida da caçarola, mas somente com o auxílio da espátula
1	'panqueca' não pode ser completamente removida da carola com o auxílio da espátula

IV. Teste de liberação de ovo

1. Escopo. Este procedimento é usado como um processo rápido de determinação de habilidade alimento ser liberado de um revestimento não pegajoso de utensílio de cozinha. Quando usado com este cuidado, este teste pode ser usado como um teste controle em linha para medir a consistência de produção. O teste é um pouco subjetivo e depende do equipamento usado e a técnica do testador.

2. Equipamento e Materiais

2.1 forno elétrico de 20 cm queimador classificado 1500 watts ou queimador de faixa de gás

2.2 pirômetro de contato ou pistola de temperatura de IR (capaz de medir para 260°C

2.3 espátula de plástico, metal ou revestida com metal

2.4 cronômetro ou relógio com segundos

2.5 ovos de galinha tamanho grande, frescos, frios

2.6 água da bica, detergente de pratos suave, toalhas de papel

3. Procedimento

3.1 Lava-se utensílios revestidos a serem testados com água de torneira e solução de detergente suave. Rinsa-se várias vezes em água da bica quente e secar com toalha de papel.

3.2 Liga-se aquecedor elétrico ou a gás para fixação média

("5" em um queimador elétrico ou metade para gás). Deixa-se aquecedor estabilizar temperatura por 3-5 minutos.

3.3 Coloca-se o utensílio sobre o centro do queimador. Deixa-se aquecer enquanto monitorando a temperatura com o pirômetro ou pistola de temperatura IR. Deixa-se o utensílio aquecer a 143-154°C. Alternativamente, se um pirômetro não é disponível, a temperatura pode ser julgada através de espargimento de umas poucas gotas de água sobre a superfície periodicamente quando o utensílio aquece. A temperatura de teste foi atingida quando as gotas de água vaporizam e "dançam" imediatamente com contato com a superfície.

3.4 Quebra-se e suavemente coloca-se os conteúdos de um ovo fresco, frio no centro do utensílio. Não inclinar ou sacudir o utensílio ou fazer com que o ovo deslize.

3.5 Deixa-se o ovo cozinhar por dois (2) minutos sem distúrbio. Monitora-se temperatura da caçarola quando o ovo cozinha. Anota-se a temperatura do utensílio. A temperatura do utensílio deve elevar-se para 193-215 °C no fim de dois minutos. Se a temperatura de ponto final está fora desta faixa, ajusta-se o controle de queimador para cima ou para baixo como apropriado e repete-se o teste. (Nota: A correta fixação de controle de queimador pode ser determinada em avanço usando um utensílio separado da mesma construção como o utensílio teste).

3.6 No fim de dois minutos, ergue-se o ovo com espátula. Libera-se o ovo completamente da superfície, notando a quantidade de esforço requerida. Uma vez o ovo tenha sido liberado, remove-se o utensílio do queimador e inclinar. Nota-se o caso ou dificuldade com a qual o ovo desliza no fundo do utensílio.

3.7 Retorna-se utensílio para queimador. Verte-se o ovo e partir a gema com espátula. Deixa-se o ovo cozinhar outros dois (2) minutos. Repete-se etapa 3.6. Em adição, obtem-se nota de qualquer manchamento e a quantidade de material aderindo ao utensílio.

4. Avaliação

4.1 Anota-se esforço requerido para liberar o ovo da superfí-

cie. Ovo que é erguido facilmente da superfície sem pegajosice ao redor de bordas indica excelente liberação. Diminuição de liberação para completa pegajosice pode ser notada pela quantidade de esforço requerido para erguer o ovo.

4.2 Um sistema de classificação numérico e descritivo é como se segue:

Classificações de teste de liberação de ovo

Excelente (5)	Nenuma pegajosice no centro ou bordas de ovo. Desliza facilmente sem empurrão com espátula. Não deixa marcas ou resíduos
Bom (4)	Levemente pegajoso ao redor de bordas. Desliza facilmente se movido com espátula. Deixa leve marca, mas nenhum resíduo
Moderado (3)	Moderada pegajosice sobre bordas; leve pegajosice no centro. Desliza somente se muito inclinado e sacudido, e tem de ser empurrado com espátula.
Pobre (2)	Requer considerável esforço para libertar o ovo, mas pode ser liberado intacto com espátula. Não delsiza. Deixa moderado resíduo.
Muito pobre (1)	Ovo não pode ser liberado da superfície sem dilaceração

4.3 Se uma amostra controle é disponível, anotar resultados como muito melhor que, melhor que, igual, pior que ou muito pior que o controle.

5. Comentários / precauções

5.1 Os resultados deste teste são subjetivos e são melhor aplicados em uma base relativa usando um padrão conhecido como controle. Capacidade de repetição será boa para o mesmo testador e equipamento. Capacidade de repetição será aperfeiçoada com testadores experimentados usando o mesmo equipamento.

5.2 Resultados podem variar se utensílios de diferentes materiais de construção ou tamanho são comparados. Em qualquer caso, as fixações de controle de queimador devem ser ajustadas para provimento de

mesmo perfil de aquecimento para melhor correlação de resultados.

V. Brilho 60°

Medições de brilho foram obtidas usando um medidor de brilho Microglos 60°, disponível de Byk-Gardner. O medidor de brilho se conforma com os seguintes padrões: BS3900/D5, DIN EM ISSO 2813, DIN6730, EM ISSO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064, TAPPI T 480. Unidades de medição são expressas como % de refletância.

VI. Ângulo de Contato

Ângulo de contato foi medido para uma gotícula de água e é expresso em graus, como determinado de acordo com ASTM D7334-08 usando o sistema de "Análise de Forma de Gota" (DSA10), disponível de Kruss GmbH of Hamburg, Germany, de acordo com a Relação de Young.

Embora esta invenção tenha sido descrita como tendo um projeto preferido, a presente invenção pode ser ainda modificada dentro do espírito e escopo desta exposição. Este pedido de patente é por isso pretendido cobrir quaisquer variações, usos, ou adaptações da invenção usando seus princípios gerais. Ainda, este pedido de patente é pretendido cobrir tais fugas da presente exposição como dentro de prática conhecida ou usual na técnica à qual esta invenção pertence e que cai dentro dos limites das reivindicações apostas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de revestimento de fluoropolímero, compreendendo:

um componente base fluoropolímero presente em uma quantidade de entre 30% em peso e 96% em peso baseado no peso total de sólidos de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento, o componente base fluoropolímero compreendendo pelo menos um fluoropolímero incluindo politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) na forma de uma dispersão aquosa e tendo um peso molecular numérico médio (M_n) de pelo menos 500.000; e uma composição de fluoropolímero combinada presente em uma quantidade de entre 4% em peso e 70% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na composição de revestimento, a composição de fluoropolímeros combinada compreendendo: pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) na forma de uma dispersão aquosa e tendo uma primeira temperatura de fusão (T_m) de 335 °C ou menos; e pelo menos um fluoropolímero de fusão processável (MPF) selecionado do grupo consistindo em perfluoroalcóxi (PFA), etileno propileno fluorado (FEP) e metilfluoroalcóxi (MFA).

2. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, em que o dito componente base fluoropolímero está presente em uma quantidade entre 60% em peso e 96% em peso e a dita composição de fluoropolímeros combinados está presente em uma quantidade de entre 4% em peso e 40% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na dita composição de revestimento.

3. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, em que o dito pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) está presente em uma quantidade entre 2% em peso e 15% em peso e o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF) está presente em uma quantidade entre 2% em peso e 15% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na dita composição de revestimento.

4. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação

1, em que o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão compreende perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 20% em peso e 85% em peso, baseado no peso de sólidos totais dos ditos fluoropolímeros na dita composição de fluoropolímeros combinados.

5. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 4, em que o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão compreende perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 37% em peso e 65% em peso, baseado no peso de sólidos totais dos ditos fluoropolímeros na dita composição de fluoropolímeros combinados.

6. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, em que o dito pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) tem um tamanho de partícula médio selecionado do grupo consistindo em 0,9 mícron (µm) ou menos, 0,75 mícron (µm) ou menos, 0,5 mícron (µm) ou menos, 0,4 mícron (µm) ou menos, 0,3 mícron (µm) ou menos, e 0,2 mícron (µm) ou menos.

7. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, em que o pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) tem uma primeira temperatura de fusão (T_m) selecionada do grupo consistindo em 332 °C ou menos, 330 °C ou menos, 329 °C ou menos, 328 °C ou menos, 327 °C ou menos, 326 °C ou menos, e 325 °C ou menos.

8. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, em que o dito pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) é selecionado do grupo consistindo em:

um LPTFE obtido via polimerização de emulsão e sem ser submetido a aglomeração, degradação térmica, ou irradiação , e tem um tamanho de partícula médio de 1,0 mícron (µm) ou menos;

um micropulverizado de LPTFE obtido via polimerização de emulsão com ou sem uma subsequente etapa de redução de peso molecular; e

um micropulverizado de LPTFE obtido via polimerização de suspensão com ou sem uma subsequente etapa de redução de peso molecular.

9. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação

1, em que o pelo menos um politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) inclui um comonômero de modificação em uma quantidade de menos que 1% em peso baseado no peso do dito politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE).

10. Composição de revestimento, de acordo com a reivindicação 1, em que o pelo menos um fluoropolímero processável na fusão (MPF) tem um tamanho de partícula médio de 1,0 mícron (μm) ou menos.

11. Método para revestir um artigo, compreendendo as etapas de:

prover um substrato rígido; e

um revestimento sobre no dito substrato rígido, uma composição compreendendo:

uma dispersão aquosa de pelo menos um politetrafluoroetileno de alto peso molecular (HPTFE) tendo um peso molecular numérico médio (M_n) de pelo menos 500.000 e presente em uma quantidade entre 30% em peso e 96% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros na dita composição de revestimento;

uma dispersão aquosa de pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) tendo um peso molecular numérico médio (M_n) de menos que 500 000; e

pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF) selecionado do grupo consistindo em perfluoroalcóxi (PFA), etileno propileno fluorado (FEP) e metilfluoroalcóxi (MFA), e

curar a composição para formar um revestimento.

12. Método, de acordo com a reivindicação 11, em que o dito pelo menos um componente base fluoropolímero está presente em uma quantidade entre 60% em peso e 96% em peso e o dito pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) e o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF) estão juntos presentes em uma quantidade entre 4% em peso e 40% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros no dito revestimento.

13. Método, de acordo com a reivindicação 11, em que o dito pe-

lo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) está presente em uma quantidade entre 2% em peso e 15% em peso e o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF) está presente em uma quantidade entre 2% em peso e 15% em peso baseado no peso de sólidos totais de todos os fluoropolímeros no dito revestimento.

14. Método, de acordo com a reivindicação 11, em que o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF) compreende perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 20% em peso e 85% em peso baseado no peso de sólidos totais do dito pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) e o dito pelo menos um fluoropolímero processável na fusão (MPF).

15. Método, de acordo com a reivindicação 14, em que o dito pelo menos um fluoropolímero processável em fusão (MPF) compreende perfluoroalcóxi (PFA) presente em uma quantidade entre 37% em peso e 65% em peso baseado no peso de sólidos totais do dito pelo menos um politetrafluoroetileno de baixo peso molecular (LPTFE) e o dito pelo menos um fluoropolímero processável na fusão (MPF).

16. Método, de acordo com a reivindicação 11, em que o dito revestimento tem um ângulo de contato de pelo menos 110°.

17. Método, de acordo com a reivindicação 11, em que o dito revestimento tem um brilho medido de pelo menos 25% de refletância a 60°.

18. Método, de acordo com a reivindicação 11, em que o dito revestimento tem uma aspereza de superfície (Ra) de menos que 100 nm.

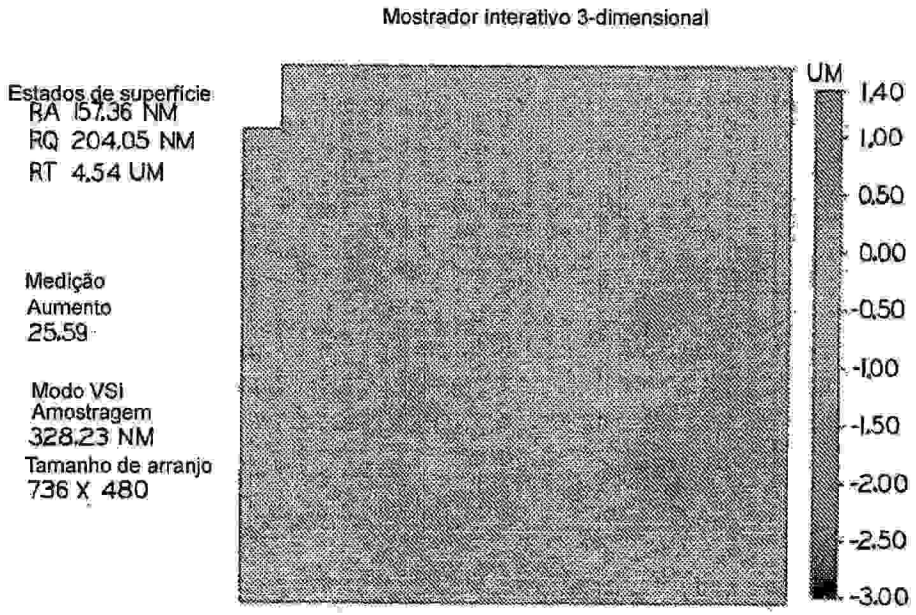

Mostrador interativo 3-dimensional
Estados de superfície
RA 157.36 NM
RQ 204.05 NM
RT 4.54 UM
Medição
Aumento
25.59
Modo VSI
Amostragem
328.23 NM
Tamanho de arranjo
736 X 480
UM
1.40
1.00
0.50
0.00
-0.50
-1.00
-1.50
-2.00
-2.50
-3.00

Fig. 1

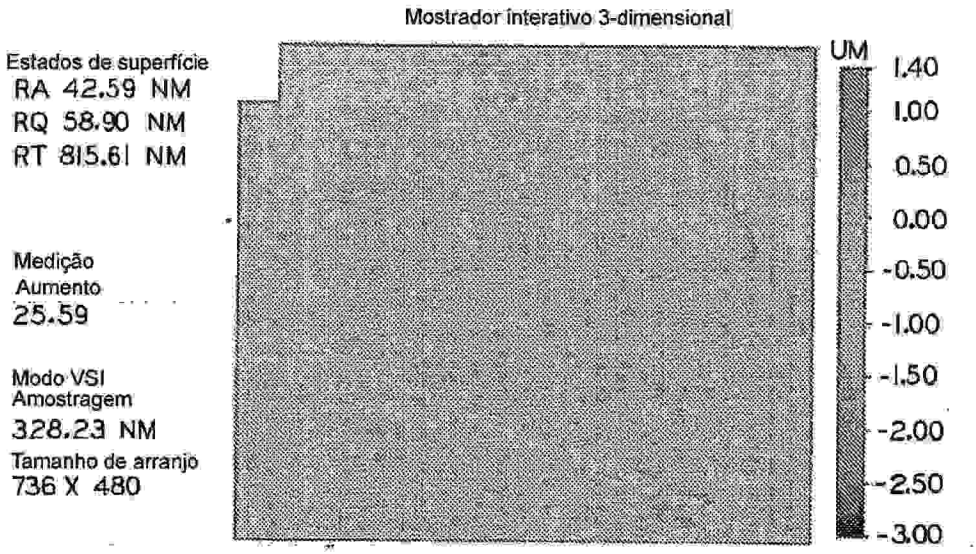

Mostrador interativo 3-dimensional
Estados de superfície
RA 42.59 NM
RQ 58.90 NM
RT 815.61 NM
Medição
Aumento
25.59
Modo VSI
Amostragem
328.23 NM
Tamanho de arranjo
736 X 480
UM
1.40
1.00
0.50
0.00
-0.50
-1.00
-1.50
-2.00
-2.50
-3.00

Fig. 2

Adaptação bivariada de classificação de teste de liberação de ovo (1-5, com 5 melhor) vs. teor de HPTFE (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímeros)

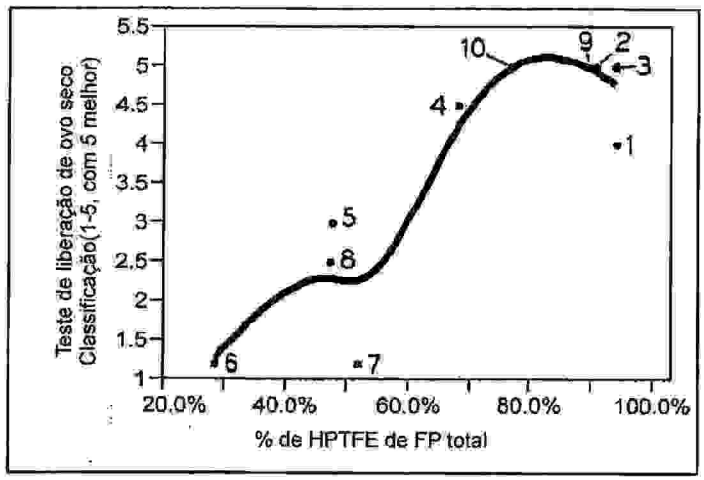


Fig. 3

Adaptação bivariada de teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmidos / µm DFT) vs. teor de HPTFE (em % emj peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímeros)

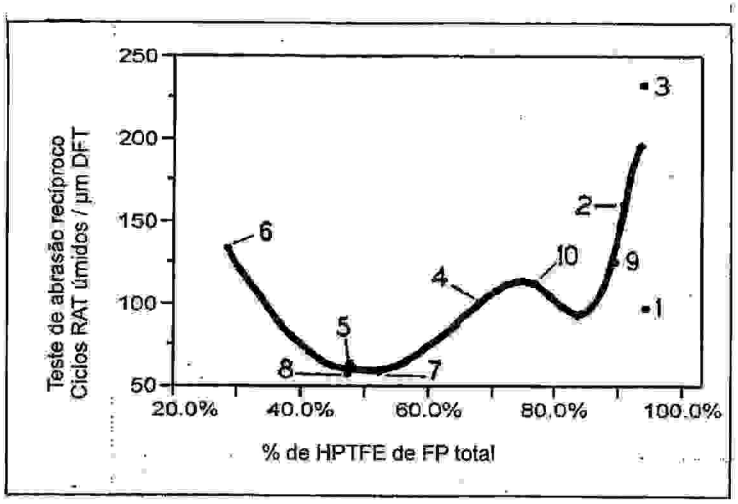


Fig. 4

Adaptação bivariada de classificação de teste de adesão de arranhão mecânico (1-9, com 9 melhor) vs. teor de HPTFE (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímeros)

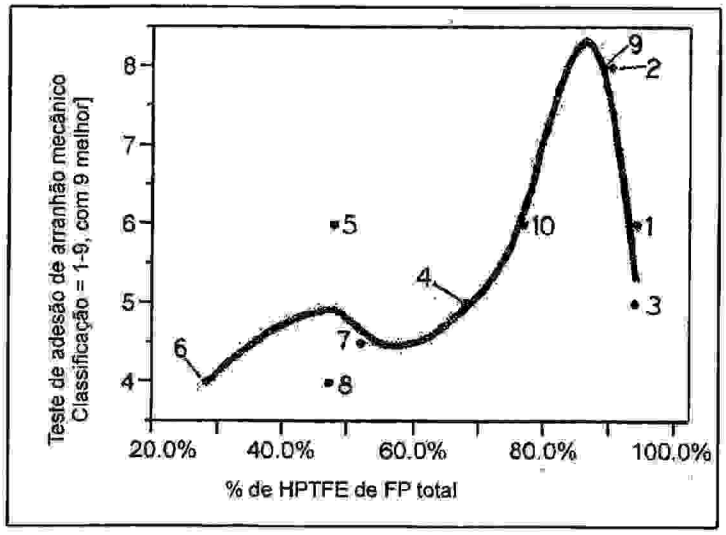


Fig. 5

Adaptação bivariada de brilho 60° vs. teor de HPTFE (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

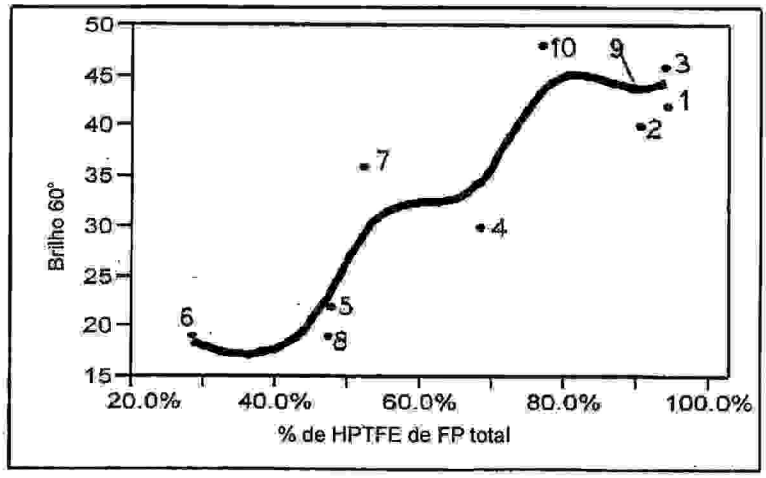


Fig. 6

Adaptação bivariada de ângulo de contato (°) vs. teor de HPTFE (em % em peso de sólidos secos baseado no teor toal de flúor polímero)

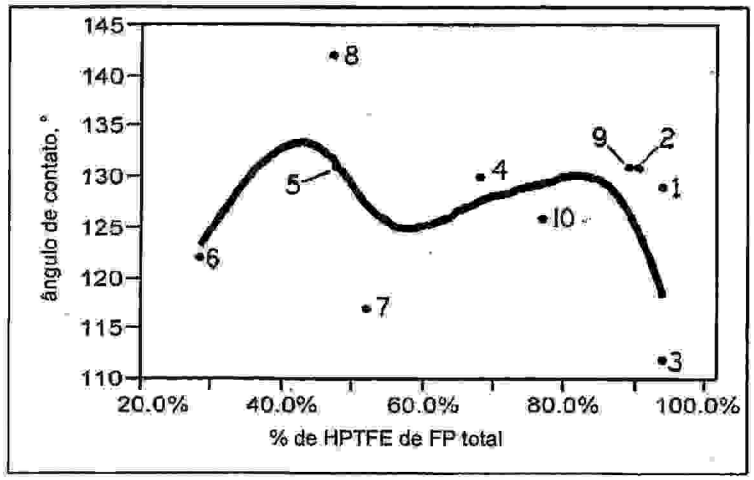


Fig. 7

Adaptação bivariada de classificação de teste de liberação de ovo (1-5, com 5 melhor) vs. teor de LPTFE (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

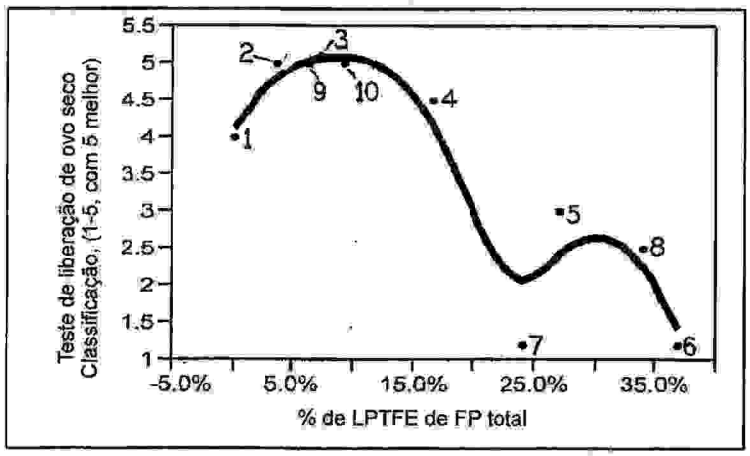


Fig. 8

Adfaptação bivariada de teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmidos / µm DFT) vs. teor de LPTFE (em % em peso de sólidos secosbaseado no teor total de flúor polímero)

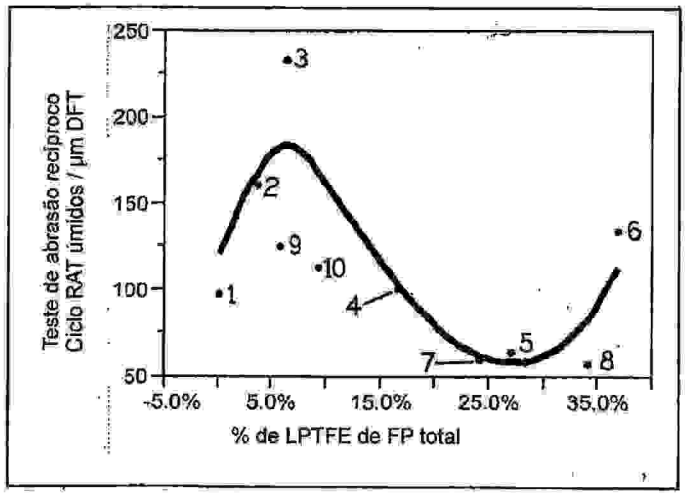


Fig. 9

Adaptação bivariada de classificação de teste de adesão de arranhão mecânico (1-9, com 9 melhor) vs. teor de LPTFE (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

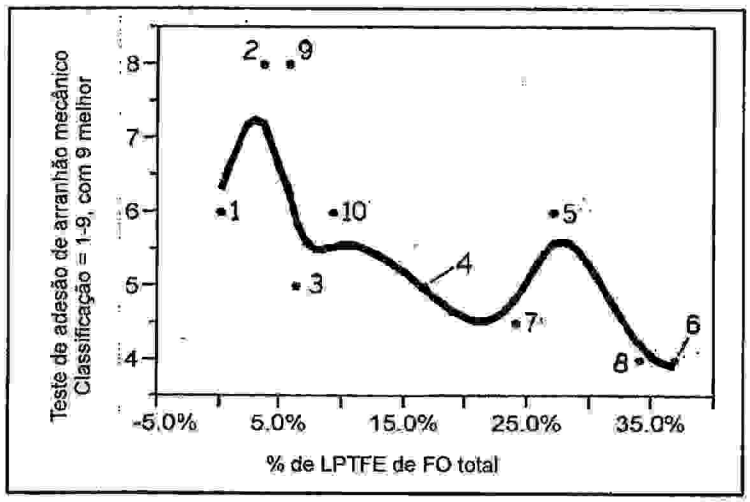


Fig. 10

Adaptação bivariada de ângulo de contato (°) vs. teor de LPTFE
(em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

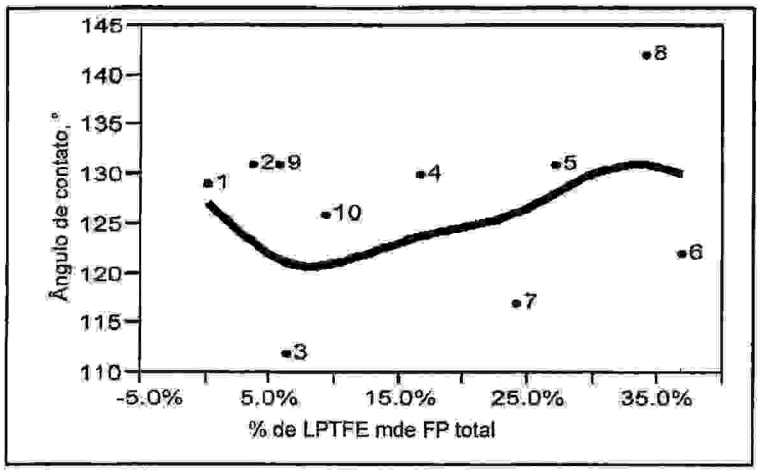


Fig. 11

Adaptação bivariada de brilho 60° vs. teor de HPTFE
(em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

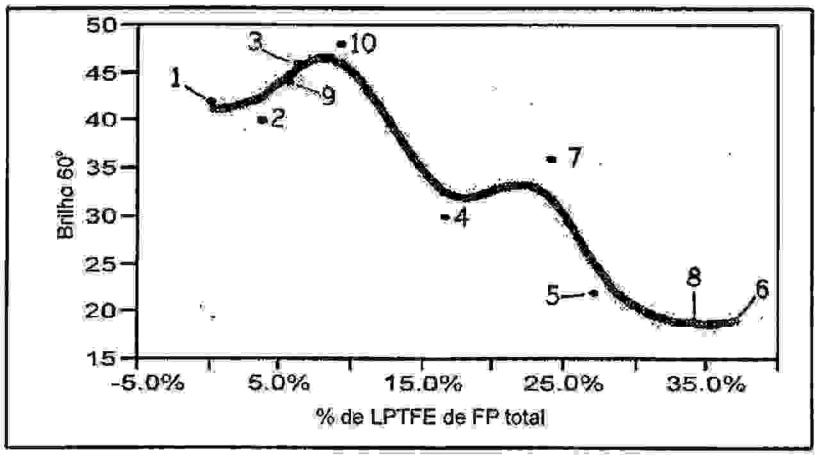


Fig. 12

Adaptação bivariada de classificação de teste de liberação de ovo seco (1-5, com 5 melhor) vs. teor de MPF (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

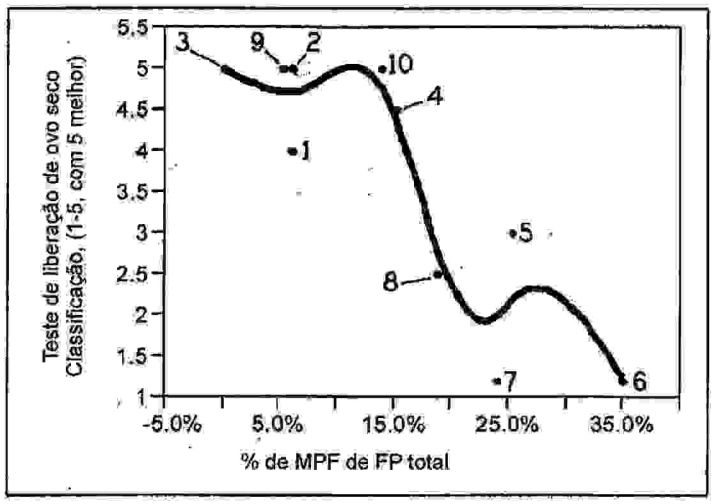


Fig. 13

Adaptação bivariada de teste de abrasão recíproco (ciclos RAT úmidos / µm DFT) vs. teor de MPF (em % em peso de sólidos secos baseado em teor total de flúor polímero)

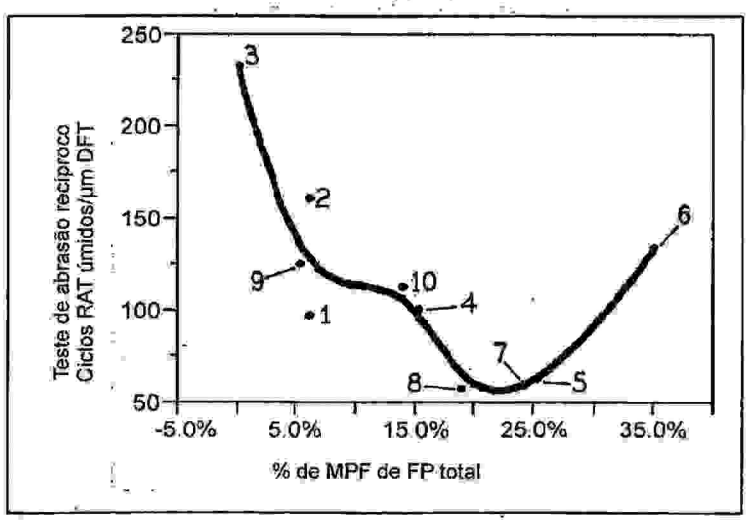


Fig. 14

Adaptação bivariada de classificação de teste de adesão de arranhão mecânico (1-9, com 9 melhor) vs. teor de MPF (em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)

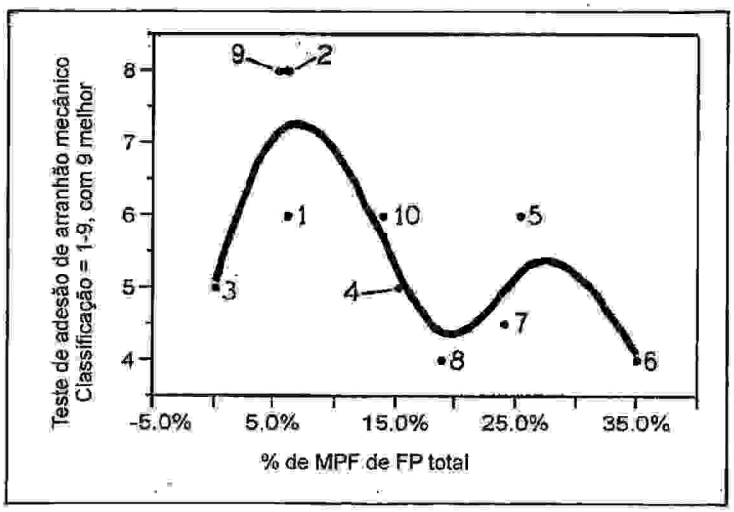


Fig. 15

Adaptação bivariada de brilho 60° vs. teor de MPF
(em % em peso de sólidos secosbaseado em teor total de flúor polímero)

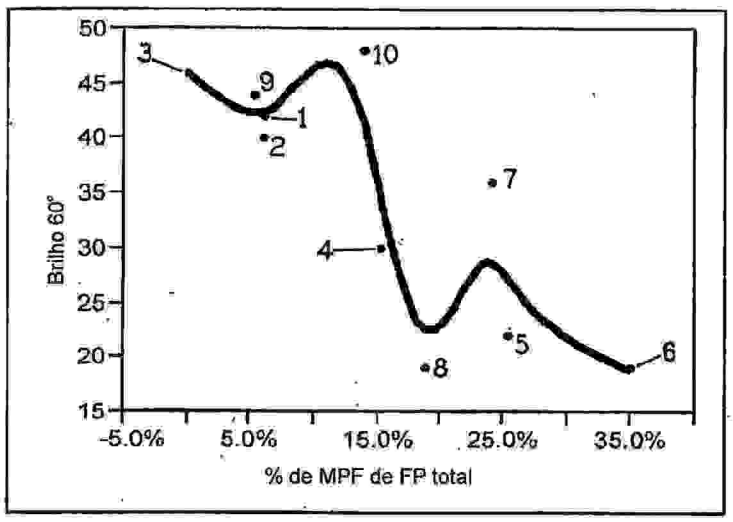


Fig. 16

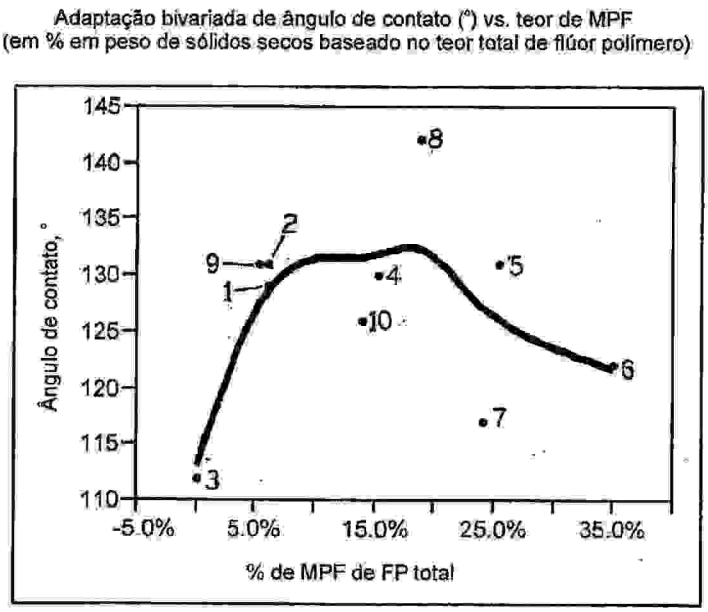

Adaptação bivariada de ângulo de contato (°) vs. teor de MPF
(em % em peso de sólidos secos baseado no teor total de flúor polímero)
Ângulo de contato, °
145
140
135
130
125
120
115
110
-5.0%
5.0%
15.0%
25.0%
35.0%
% de MPF de FP total
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10

Fig. 17

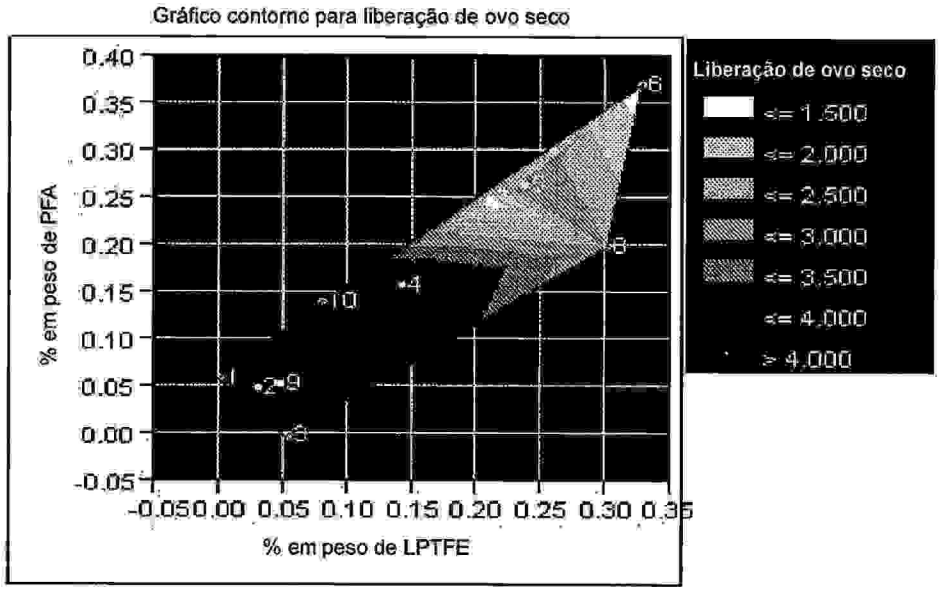

Gráfico contorno para liberação de ovo seco
% em peso de PFA
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
-0.05
-0.05 0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25 0.30 0.35
% em peso de LPTFE
Liberação de ovo seco
<= 1,500
<= 2,000
<= 2,500
<= 3,000
<= 3,500
<= 4,000
> 4,000

Fig. 18

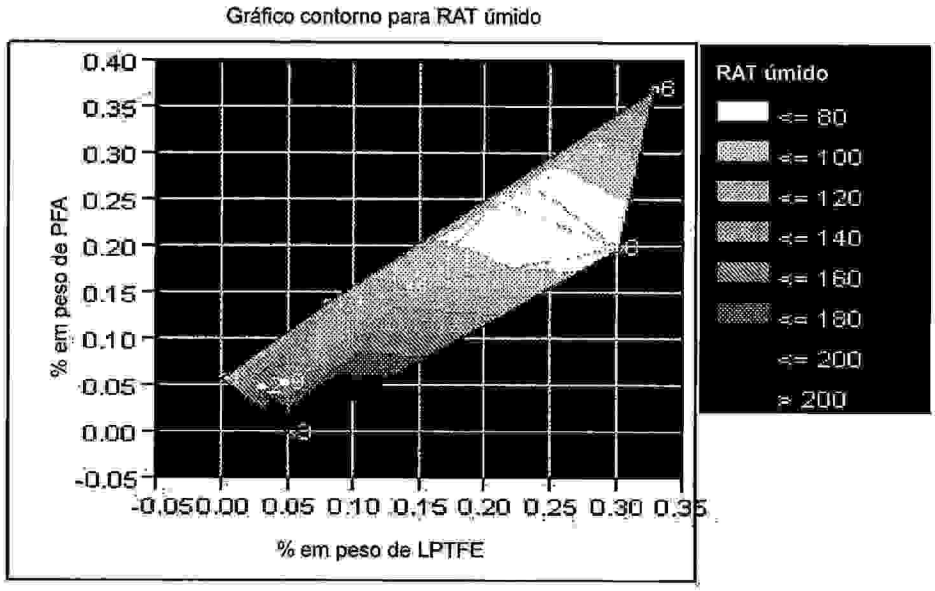

Gráfico contorno para RAT úmido
% em peso de PFA
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
-0.05
-0.05 0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25 0.30 0.35
% em peso de LPTFE
RAT úmido
<= 80
<= 100
<= 120
<= 140
<= 160
<= 180
<= 200
> 200

Fig. 19

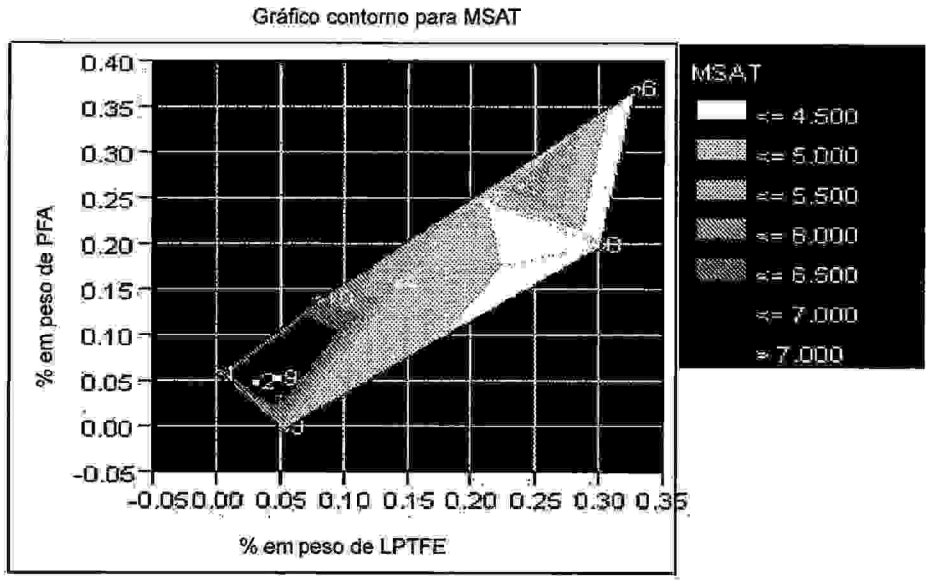

Gráfico contorno para MSAT
% em peso de PFA
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
-0.05
-0.05 0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25 0.30 0.35
% em peso de LPTFE
MSAT
<= 4.500
<= 5.000
<= 5.500
<= 6.000
<= 6.500
<= 7.000
> 7.000

Fig. 20

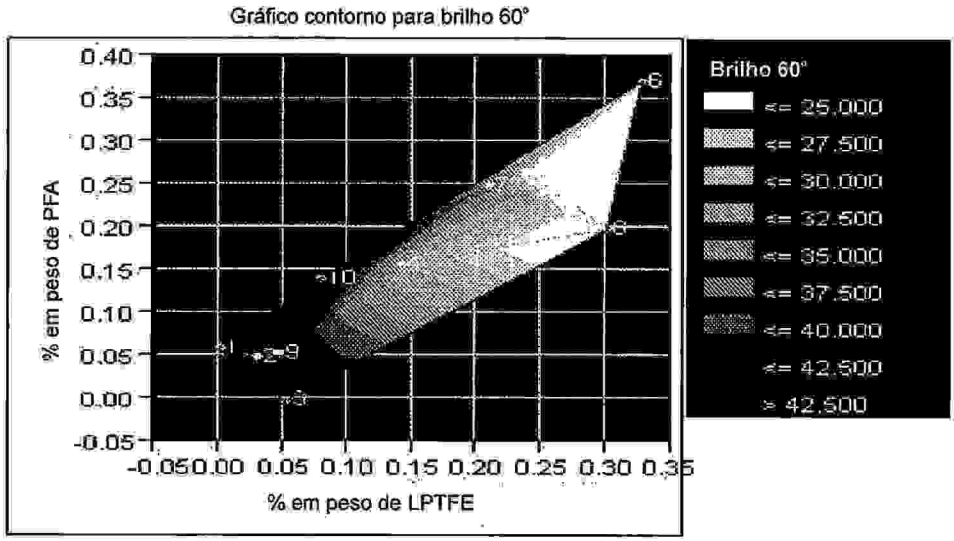

Gráfico contorno para brilho 60°
% em peso de PFA
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
-0.05
-0.05 0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25 0.30 0.35
% em peso de LPTFE
Brilho 60°
<= 25.000
<= 27.500
<= 30.000
<= 32.500
<= 35.000
<= 37.500
<= 40.000
<= 42.500
> 42.500

Fig. 21

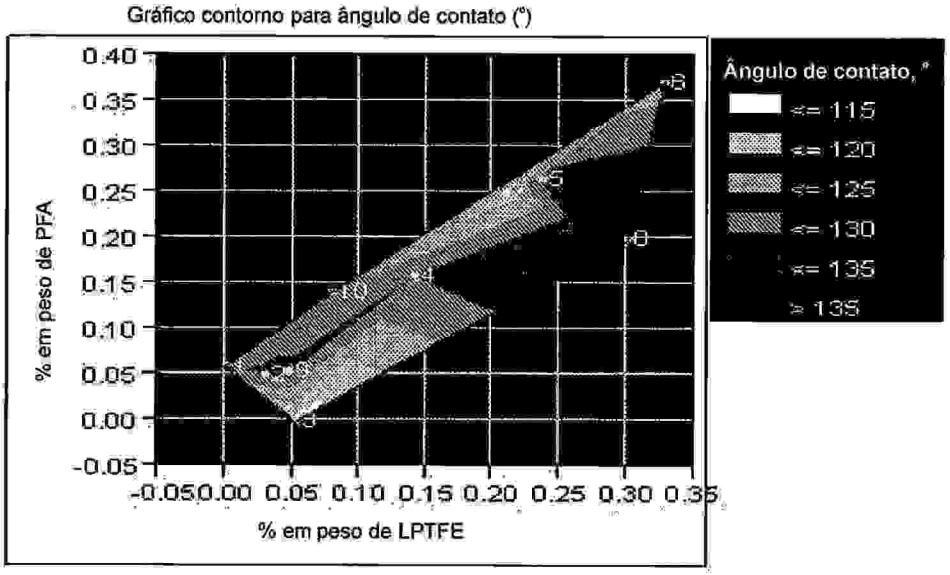

Gráfico contorno para ângulo de contato (°)
% em peso de PFA
% em peso de LPTFE
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
-0.05
-0.05 0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25 0.30 0.35
Ângulo de contato, °
<= 115
<= 120
<= 125
<= 130
<= 135
> 135

Fig. 22

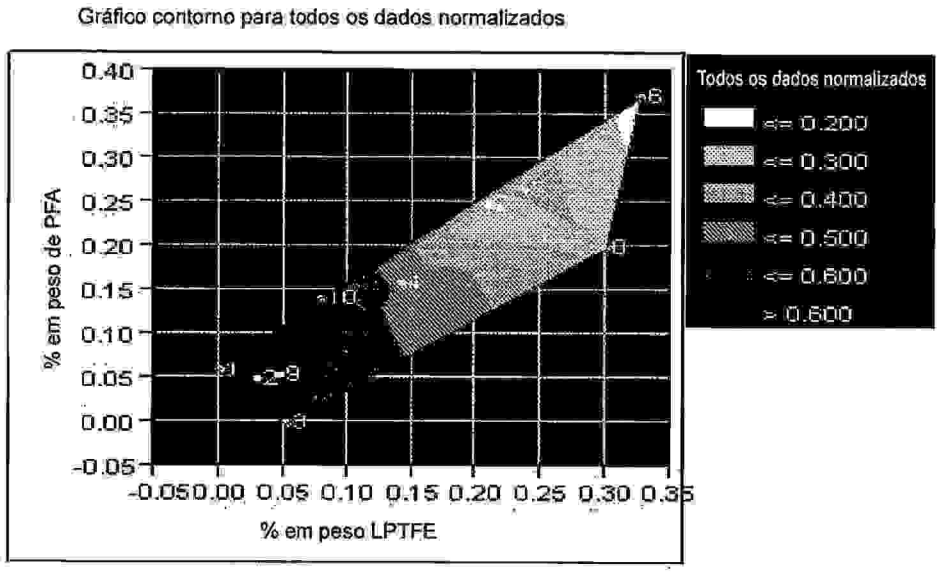

Gráfico contorno para todos os dados normalizados
% em peso de PFA
% em peso LPTFE
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
-0.05
-0.05 0.00 0.05 0.10 0.15 0.20 0.25 0.30 0.35
Todos os dados normalizados
<= 0.200
<= 0.300
<= 0.400
<= 0.500
<= 0.600
> 0.600

Fig. 23

Gráfico contorno para (M) liberação de ovo seco (DER)

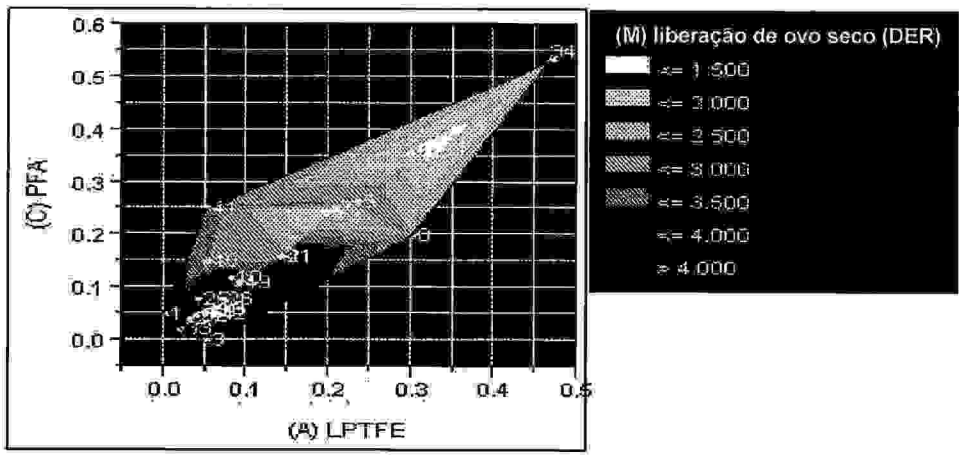


Fig. 24

Gráfico contorno para (N) teste de leite queimado

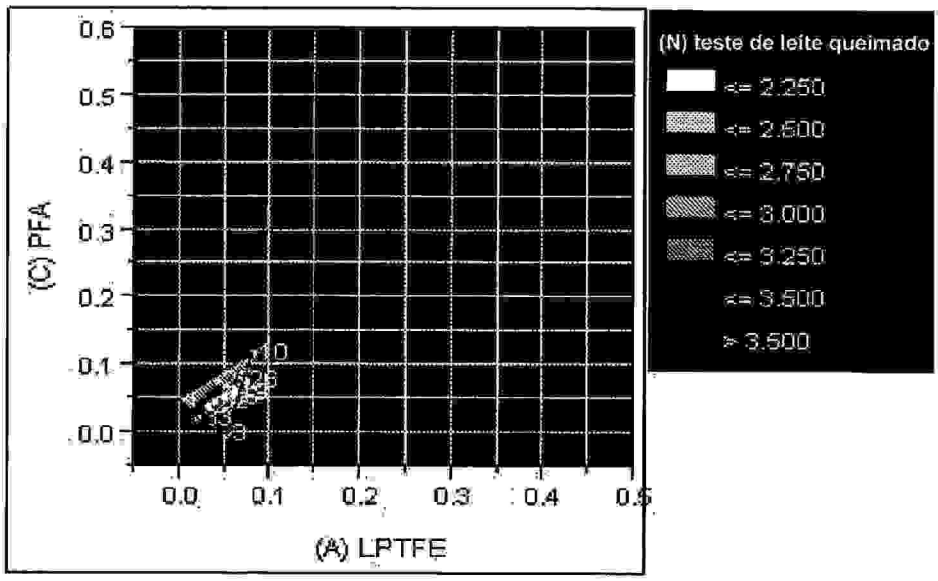


Fig. 25

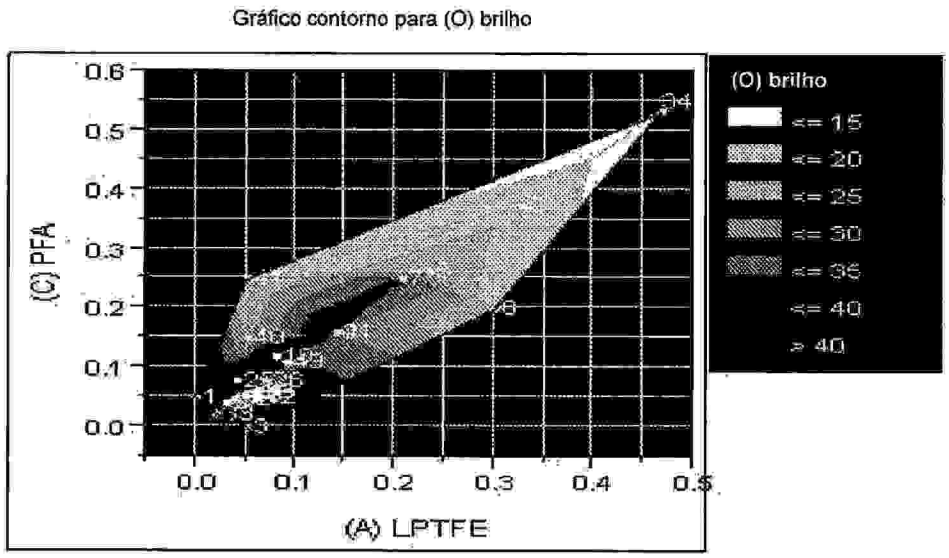

Gráfico contorno para (O) brilho
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
(O) brilho
<= 15
<= 20
<= 25
<= 30
<= 35
<= 40
> 40

Fig. 26

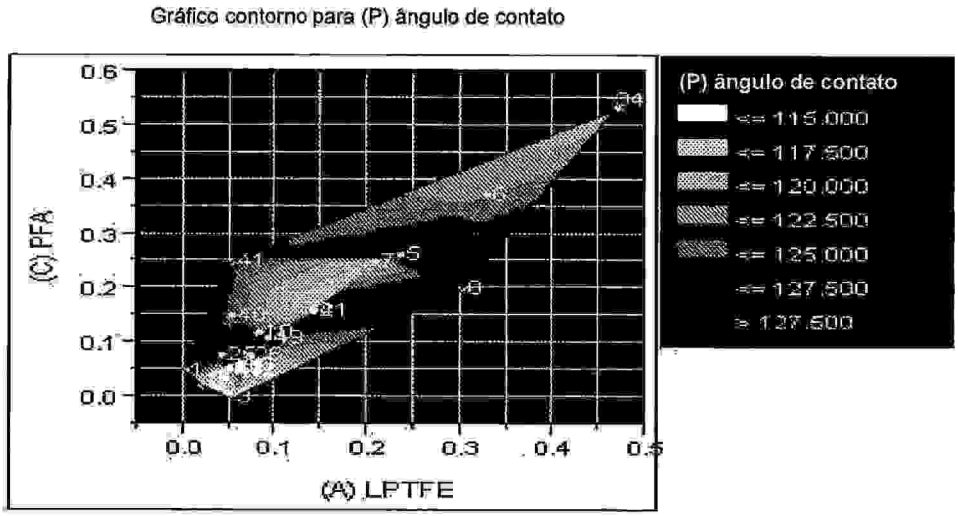

Gráfico contorno para (P) ângulo de contato
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
(P) ângulo de contato
<= 115.000
<= 117.500
<= 120.000
<= 122.500
<= 125.000
<= 127.500
> 127.500

Fig. 27

Gráfico de contorno para (Q) RAT Úmido (revestimento base A)

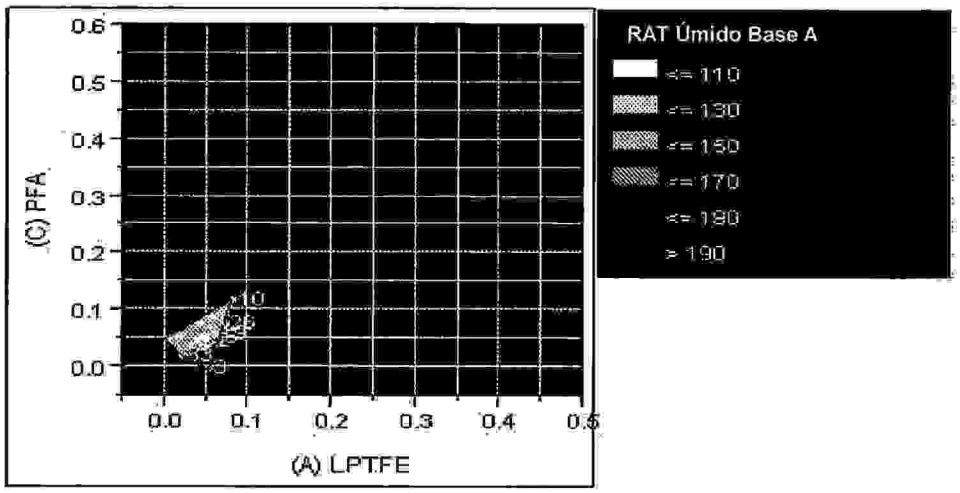


Fig. 28

Gráfico contorno para (R) RAT Úmido (Revestimento base B)

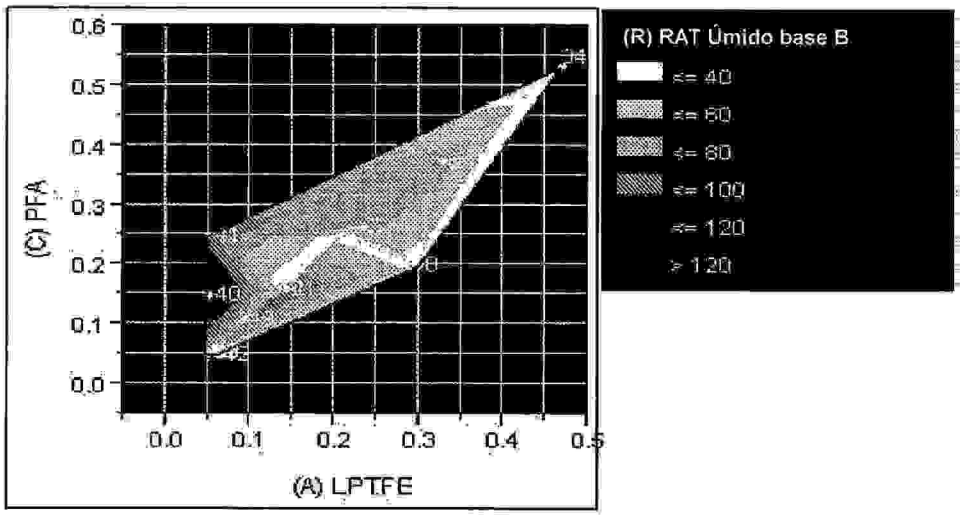


Fig. 29

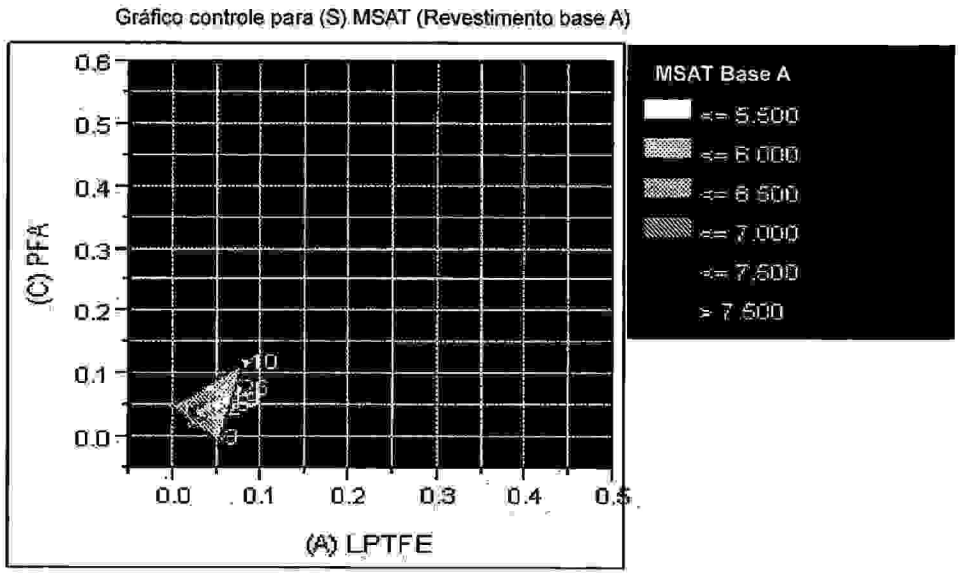

Gráfico controle para (S) MSAT (Revestimento base A)
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
MSAT Base A
<= 5.500
<= 6.000
<= 6.500
<= 7.000
<= 7.500
> 7.500

Fig. 30

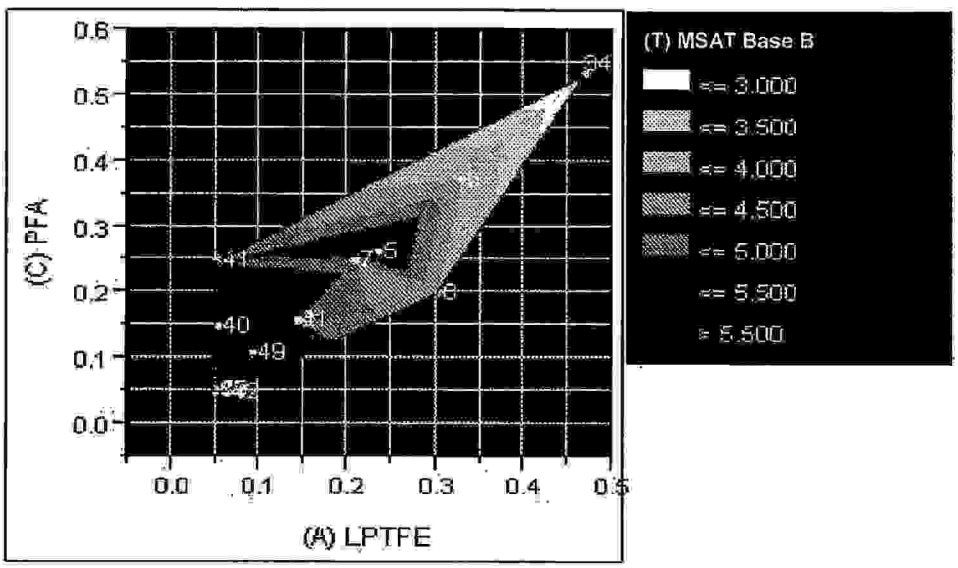

Gráfico contorno para (T) MSAT (Revestimento base B)
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6
(T) MSAT Base B
<= 3.000
<= 3.500
<= 4.000
<= 4.500
<= 5.000
<= 5.500
> 5.500

Fig. 31

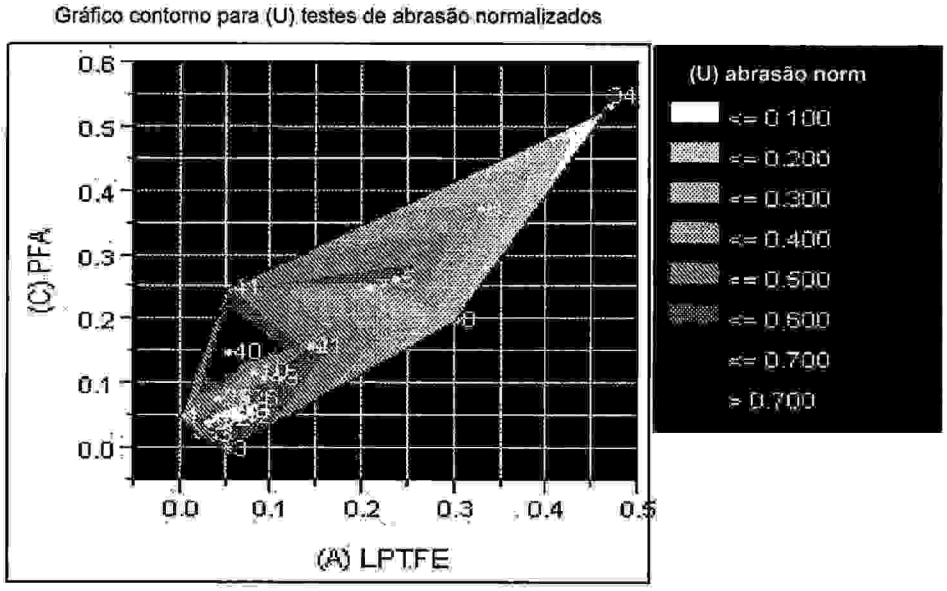

Gráfico contorno para (U) testes de abrasão normalizados
(U) abrasão norm
<= 0.100
<= 0.200
<= 0.300
<= 0.400
<= 0.500
<= 0.600
<= 0.700
> 0.700
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6

Fig. 32

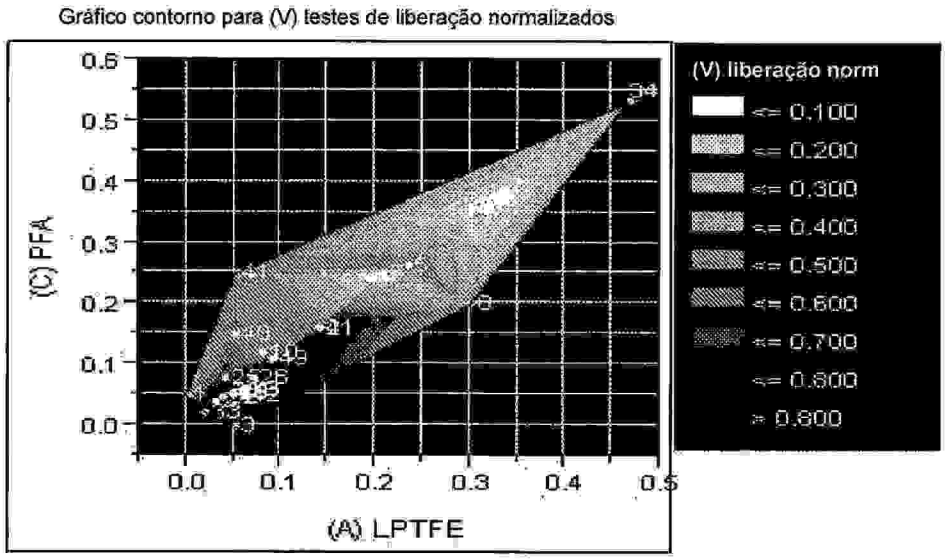

Gráfico contorno para (V) testes de liberação normalizados
(V) liberação norm
<= 0.100
<= 0.200
<= 0.300
<= 0.400
<= 0.500
<= 0.600
<= 0.700
<= 0.800
> 0.800
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6

Fig. 33

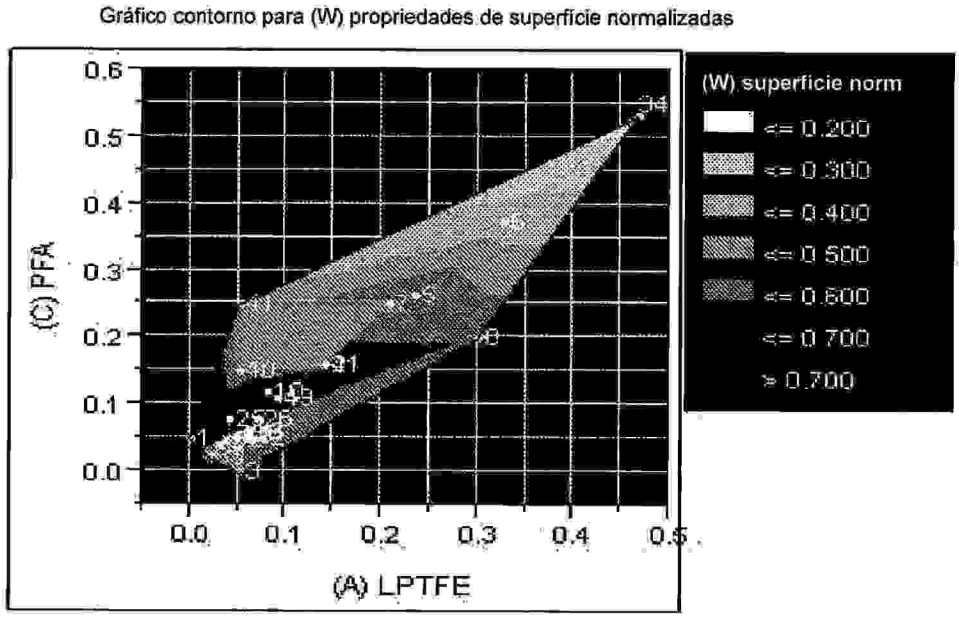

Gráfico contorno para (W) propriedades de superfície normalizadas
(W) superficie norm
<= 0.200
<= 0.300
<= 0.400
<= 0.500
<= 0.600
<= 0.700
> 0.700
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6

Fig. 34

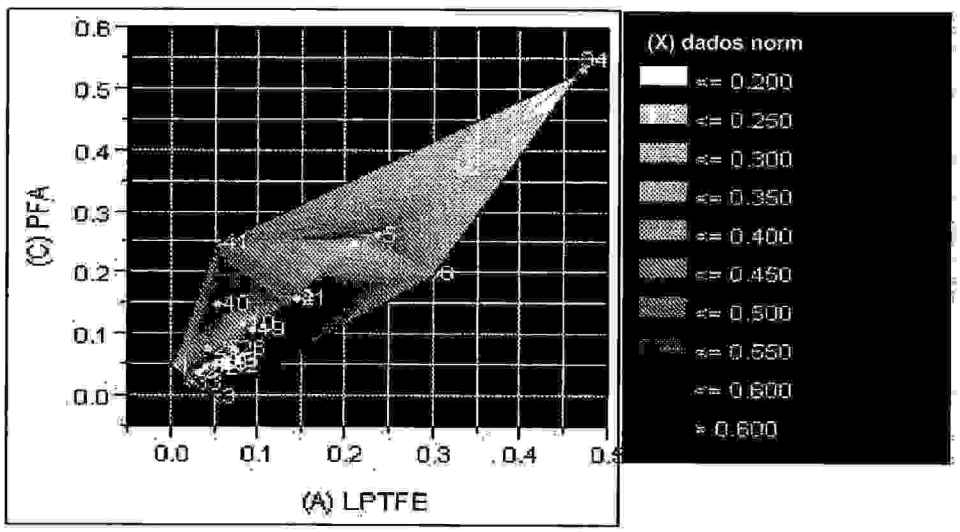

Gráfico contorno para (X) todos os dados de testes normalizados
(X) dados norm
<= 0.200
<= 0.250
<= 0.300
<= 0.350
<= 0.400
<= 0.450
<= 0.500
<= 0.550
<= 0.600
> 0.600
(C) PFA
(A) LPTFE
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
0.6

Fig. 35

RESUMO

Patente de Invenção: **"REVESTIMENTOS DE FLUOROPOLÍMERO COMBINADOS PARA SUBSTRATOS RÍGIDOS".**

A presente invenção refere-se a uma composição de revestimento de fluoropolímero que pode ser aplicada sobre uma primeira demão e/ou pelo menos um revestimento intermediário em um sistema de revestimento não pegajoso. A composição de revestimento pode ser preparada e aplicada na forma de uma dispersão líquida, e inclui pelo menos um componente base de fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE) e, em particular, pelo menos um PTFE de alto peso molecular (HPTFE). A composição de revestimento adicionalmente inclui uma composição de fluoropolímero combinada. A composição de fluoropolímeros combinados é uma combinação de pelo menos um PTFE de baixo peso molecular (LPTFE) e pelo menos um fluoropolímero processável em fusão. Após aplicação diretamente a um substrato ou sobre um revestimento subjacente, o revestimento demonstra aperfeiçoada resistência à abrasão e arranhão, assim como aperfeiçoadas características de liberação, comparado a revestimentos conhecidos que incluem somente HPTFE ou HPTFE com uma pequena quantidade de fluoropolímero de fusão processável.