



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

(11) BR 112014029692-8 B1



(22) Data do Depósito: 07/06/2013

(45) Data de Concessão: 08/06/2021

(54) Título: DISPERSÃO, MÉTODO PARA PREPARAR UMA DISPERSÃO E MÉTODO PARA REVESTIR UM SUBSTRATO

(51) Int.Cl.: C09D 123/10; C08L 23/10.

(30) Prioridade Unionista: 14/06/2012 US 61/659,515.

(73) Titular(es): DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC.

(72) Inventor(es): HOUXIANG TANG; LIANG HONG; BERNHARD KAINZ; RICHARD A. LUNDGARD.

(86) Pedido PCT: PCT US2013044624 de 07/06/2013

(87) Publicação PCT: WO 2013/188220 de 19/12/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 27/11/2014

(57) Resumo: DISPERSÃO, MÉTODO PARA PREPARAR UMA DISPERSÃO E MÉTODO PARA REVESTIR UM SUBSTRATO. Uma dispersão tendo de um a sessenta por cento em peso de dispersão total de sólidos componentes dispersos numa fase contínua orgânica é útil como um revestimento para substratos. Os sólidos componentes contêm 40-95 por cento em peso de uma poliolefina contendo apenas carbono e hidrogênio e que tem um peso molecular médio numérico maior que 400 g/mol determinado por cromatografia de permeação em gel, 5-40 por cento em peso de um sal de amina de uma poliolefina funcionalizada; e 0-20 por cento em peso de aditivos opcionais, sendo que as porcentagens em peso baseiam-se no peso total de sólidos e sendo que as partículas dispersas têm um tamanho médio de partícula menor que 35 micrômetros e a fase orgânica é um meio suporte de dispersão para poliolefina e para sal de amina de uma poliolefina funcionalizada.

"DISPERSÃO, MÉTODO PARA PREPARAR UMA DISPERSÃO E MÉTODO PARA REVESTIR UM SUBSTRATO"

Histórico da invenção

Campo da invenção

[001] A presente invenção refere-se a uma dispersão apropriada para uso como uma formulação de revestimento, particular para revestir superfícies metálicas para aplicações em latas, e a um método para revestir um substrato com a dispersão.

Introdução

[002] Em aplicações de revestimento são desejáveis dispersões de substâncias poliméricas. Um campo particular de tecnologia de revestimento é o de revestir superfícies metálicas para uso como latas. O revestimento de uma superfície metálica é desejável para inibir interação do metal com os conteúdos de latas metálicas (por exemplo, alimentos e bebidas embaladas dentro das latas). O próprio revestimento deve prover propriedades de barreira, ser durável, e não contaminar ou interagir com o conteúdo da lata em tais aplicações de revestimento de lata. O revestimento deve ser também suficientemente flexível a fim de permitir revestimento sobre uma folha plana de metal e subsequente laminação e moldagem da folha numa lata sem danificar o revestimento.

[003] Polímeros de epóxi e cloreto de vinila (por exemplo, poli(cloreto de vinila) (PVC)) têm sido uma opção para revestimentos de latas. Entretanto, a indústria procura uma nova geração de revestimentos para diferenciar de revestimentos de polímeros de epóxi e cloreto de vinila para atingir menores pesos de película, reduzir exigências de

temperatura cura, aumentar a flexibilidade dos revestimentos, e evitar componentes que possam causar problemas ambientais.

[004] Dispersões base água (isto é, dispersões com uma fase contínua aquosa) também são cada vez mais obteníveis para revestir substratos tais como superfícies metálicas, principalmente como revestimentos para serem aplicados por aspersão. Entretanto, dispersões base água são geralmente incompatíveis com equipamento de revestimento projetado para uso com composições base solventes orgânicos, que geralmente conta com aplicações de revestimento por laminação. Tipicamente, formulações base solventes orgânicos tradicionais são preparadas dissolvendo resina e outros componentes numa fase contínua orgânica, a solubilidade da qual pode limitar a fração de resina que pode ser incluída na formulação. Como resultado, a concentração da fase orgânica pode acabar especialmente elevada (maior que 70 por cento em peso da formulação), o que corresponde a baixa eficiência e elevado nível de componentes orgânicos voláteis no revestimento.

[005] Portanto, é desejável identificar uma dispersão base orgânica (fase orgânica contínua) que seja apropriada para revestir substratos metálicos para uso como latas e que seja livre de epóxi e PVC e que não seja limitada pela solubilidade de resina na fase orgânica.

[006] É desejável ainda identificar uma dispersão base orgânica que compreenda poliolefina não funcionalizada de baixo custo como um componente se não majoritário significativo do peso de sólidos de revestimento a fim de manter baixos custos em relação a dispersões de poliolefinas funcionalizadas. É ainda desejável que tal dispersão base

orgânica seja pelo menos 30 por cento em peso de sólidos (com base no peso total da dispersão) a fim de minimizar fase orgânica contínua e maximizar cobertura de revestimento e peso de revestimento. É ainda mais desejável que as partículas na dispersão base orgânica tenham um tamanho de partícula menor que 10 μm a fim de atingir estabilidade de longo prazo da dispersão.

Breve sumário da invenção

[007] A presente invenção provê uma dispersão base orgânica que pode satisfazer os desejos supramencionados. A dispersão da presente invenção é apropriada para uso como um revestimento para superfícies metálicas, pode compreender componentes sólidos que podem conter poliolefina não funcionalizada como componente majoritário, e que pode ter um teor de sólidos maior ou igual a 30 por cento em peso com base no peso da dispersão.

[008] Num primeiro aspecto, a presente invenção é uma dispersão compreendendo de um a sessenta por cento em peso de dispersão total de componentes sólidos dispersos numa fase contínua orgânica sendo que os componentes sólidos compreendem uma mistura de: (a) 40-95 por cento em peso de uma poliolefina contendo apenas carbono e hidrogênio e que tem um peso molecular médio numérico maior que 400 g/mol determinado por cromatografia de permeação em gel; (b) 5-40 por cento em peso de um sal de amina de uma poliolefina funcionalizada; e (c) 0-20 por cento em peso de aditivos opcionais; sendo que as porcentagens em peso do componente poliolefina (a), do sal de amina da poliolefina funcionalizada (b) e dos aditivos opcionais (c) são relativas ao peso total de sólidos, os sólidos estão dispersos como

partículas e o componente poliolefina (a) e o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) têm um tamanho médio de partícula determinado por microscopia óptica menor que 35 μm e sendo que a fase orgânica contínua, a poliolefina (a) e sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) são selecionados a fim de que a fase contínua orgânica seja um meio suporte de dispersão para poliolefina (a) e para sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b).

[009] Num segundo aspecto, a presente invenção é um método para preparar a dispersão do primeiro aspecto, o método compreendendo preparar uma dispersão aquosa do componente poliolefina (a) e do sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b), secar por aspersão a dispersão para isolar o componente poliolefina (a) e do sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) como um pó e depois, dispersar o componente poliolefina (a) e o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) na fase orgânica contínua.

[010] Num terceiro aspecto, a presente invenção é um método para revestir um substrato compreendendo dispor a dispersão do primeiro aspecto sobre o substrato.

[011] A dispersão e método da presente invenção são úteis para aplicar um revestimento em substratos, particularmente substratos metálicos para uso na produção de latas.

Descrição detalhada da invenção

[012] A dispersão da presente invenção compreende sólidos dispersos numa fase contínua orgânica. O teor de sólidos é maior ou igual a um por cento em peso (% em peso), preferivelmente maior ou igual a 10% em peso, mais preferivelmente maior ou igual a 20% em peso, e ainda mais preferivelmente maior ou igual a 30% em peso em relação ao

peso total da dispersão. Ao mesmo tempo, é desejável que o teor de sólidos seja menor ou igual a 60% em peso em relação ao peso total da dispersão. Dispersões tendo menos que 10% em peso de sólidos são indesejáveis porque elas resultam em excessivas emissões de compostos orgânicos voláteis devido ao fato de que 90% em peso da fase contínua orgânica se dissipa na formação do revestimento. Dispersões tendo um teor de sólidos acima de 60% em peso tendem a ser indesejavelmente difíceis de aplicar como revestimentos em substratos devido à sua elevada viscosidade. "Sólidos" refere-se os componentes que permanecem após remoção da fase contínua orgânica e constituem a fase dispersa de uma dispersão.

[013] A fase dispersa (ou "componentes sólidos" ou "sólidos") da presente invenção compreende: (a) uma poliolefina contendo apenas carbono e hidrogênio; (b) um sal de amina de uma poliolefina funcionalizada; e (c) opcionalmente, aditivos opcionais.

[014] A poliolefina contendo apenas carbono e hidrogênio (isto é, a "poliolefina não funcionalizada") está presente numa concentração maior ou igual a 40% em peso, preferivelmente maior ou igual a 50% em peso, ainda mais preferivelmente maior ou igual a 60% em peso e pode estar presente numa concentração maior ou igual a 70% em peso e até mesmo maior ou igual a 80% em peso em relação ao peso total de sólidos. Ao mesmo tempo, a concentração da poliolefina não funcionalizada é desejavelmente menor ou igual a 95% em peso, preferivelmente menor ou igual a 90% em peso em relação ao peso total de sólidos. Abaixo de 40% em peso, há poliolefina não funcionalizada insuficiente para conferir propriedades de barreira desejáveis ao revestimento. Acima de 90% em peso, há

sal de amina de uma poliolefina funcionalizada insuficiente para servir como um aglomerante adequado para o revestimento e dessa forma o revestimento tende a ser menos durável que o desejado.

[015] Poliolefinas apropriadas contendo somente carbono e hidrogênio incluem qualquer uma ou qualquer combinação de mais do que um de polímeros de polietileno, polipropileno, e polibutileno bem como polímeros de monômeros olefínicos e copolímeros de diferentes monômeros olefínicos. A poliolefina não funcionalizada serve como um material de barreira no revestimento final. Desejavelmente, a poliolefina não funcionalizada é homopolímero de polipropileno ou um copolímero de propileno porque parcelas polipropilênicas provêm ótimas propriedades de barreira num revestimento final. Polietileno de alta densidade (HDPE) é também uma poliolefina não funcionalizada desejável.

[016] Exemplos de poliolefinas apropriadas contendo somente carbono e hidrogênio incluem homopolímeros e copolímeros (incluindo elastômeros) de uma ou mais alfa-olefinas tais como etileno, propileno, 1-butenos, 3-metil-1-butenos, 4-metil-1-pentenos, 3-metil-1-pentenos, 1-heptenos, 1-hexenos, 1-octenos, 1-decenos, e 1-dodecenos, tipicamente representados por polietileno, polipropileno, poli(1-butenos), poli(3-metil-1-butenos), poli(4-metil-1-pentenos), poli(3-metil-1-pentenos), copolímero de etileno/propileno, copolímero de etileno/1-butenos, e copolímero de propileno/1-butenos; copolímeros (incluindo elastômeros) de uma alfa-olefina com um dieno conjugado ou não conjugado, tipicamente representado por copolímero de etileno/butadieno e copolímero de etileno/etilideno norborneno; e poliolefinas (incluindo

elastômeros) de tais copolímeros de duas ou mais alfa-olefinas com um dieno conjugado ou não conjugado, representado tipicamente por copolímero de etileno/butadieno, e copolímero de etileno/etilideno-norborneno; e poliolefinas (incluindo elastômeros) de duas ou mais poliolefinas com um dieno conjugado ou não conjugado, tipicamente representados por copolímero de etileno/propileno/butadieno, copolímero de etileno/propileno/diciclopentadieno, copolímero de etileno/propileno/1,5-hexadieno, e copolímero de etileno/propileno/etilideno-norborneno.

[017] A poliolefina não funcionalizada tem um peso molecular médio numérico maior que 400 g/mol e preferivelmente maior ou igual a 1000 g/mol, mais preferivelmente maior ou igual a 5.000 g/mol e pode ser maior ou igual a 10.000 g/mol e até mesmo maior ou igual a 50.000 g/mol, determinado por cromatografia de permeação em gel.

[018] A fase dispersa compreende ainda um sal de amina de uma poliolefina funcionalizada numa concentração maior ou igual a 5% em peso, preferivelmente maior ou igual a 10% em peso, mais preferivelmente maior ou igual a 20% em peso e pode estar presente numa concentração maior ou igual a 30% em peso com base no peso total de sólidos. Ao mesmo tempo é desejável que o sal de amina da poliolefina funcionalizada esteja presente numa concentração menor ou igual a 40% em peso com base no peso total de sólidos.

[019] Um sal de amina de uma poliolefina funcionalizada é uma poliolefina funcionalidade que é aniônica (por exemplo, um grupo funcional ácido não protonado) complexado com um cátion de amina. É desejável que o sal de amina constitua mais que 50% em peso e que desejavelmente contenha uma

quantidade maior ou igual a 70% em peso, preferivelmente maior ou igual a 80% em peso, ainda mais preferivelmente maior ou igual a 90% em peso e muito preferivelmente 100% em peso de todos os sais de poliolefina funcionalizada nos sólidos da presente invenção.

[020] A poliolefina funcionalizada é uma poliolefina compreendendo átomos diferentes de carbono e hidrogênio. Geralmente, uma poliolefina funcionalizada compreende grupos funcionais tais como grupos ácidos protonados (COOH) ou não protonados (COO⁻) ou sal de ácido. Por exemplo, poliolefinas funcionalizadas apropriadas para formar o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada para uso na presente invenção incluem copolímero de etileno/ácido acrílico (por exemplo, polímeros vendidos com a denominação comercial PRIMACOR™ (uma denominação comercial de The Dow Chemical Company), NUCREL™ (uma denominação comercial de E.I. DuPont de Nemours & Company) e ESCOR™ (uma denominação comercial de Exxon Corporation)), copolímeros de etileno/ácido metacrílico (por exemplo, polímeros vendidos com a denominação comercial NUCREL™), poliolefinas modificadas com anidrido maleico (por exemplo, polímeros vendidos com as denominações comerciais LICOCENE™ (uma denominação comercial de Clariant AG Corporation), EPOLENE™ (uma denominação comercial de Westlake Chemical Corporation) e MORPRIME™ (uma denominação comercial de Rohm & Hass Chemicals LLC)). Estas poliolefinas funcionalizadas reagem com uma amina a fim de formar o correspondente sal de amina da poliolefina funcionalizada.

[021] Por exemplo, diferentemente dos sais de sódio ou de potássio de poliolefinas funcionalizadas, os sais de aminas são dispersáveis na fase contínua orgânica devido aos grupos

orgânicos pendentes na amina. Sais tais como sais de sódio e de potássio são menos interativos com a fase contínua orgânica e são incapazes de formar dispersões estáveis na fase contínua orgânica. É desejável que o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada seja um sal de amina secundária e/ou terciária a fim de atingir dispersibilidade ótima na fase orgânica contínua. Um sal de amina secundária compreende um cátion de amina secundária ou terciária e um sal de amina terciária compreende um cátion de amina terciária. Concebivelmente, o sal de amina pode conter tanto um cátion de amina secundária como um cátion de amina terciária e ser tanto um sal de amina secundária como um sal de amina terciária.

[022] A fase dispersa pode compreender ainda aditivos opcionais, ou ser livre de aditivos adicionais. Aditivos adicionais estão presentes numa concentração maior ou igual a 0% em peso, e podem estar presentes numa concentração maior ou igual a 5% em peso, maior ou igual a 10% ou até mesmo maior ou igual a 15% em peso em relação ao peso total de sólidos. Exemplos de aditivos opcionais apropriados incluem qualquer um ou qualquer combinação de mais que um de pigmentos, lubrificantes, catalisadores, agentes umectantes, antiespumantes, agentes de fluxo, modificadores de reologia, agentes de liberação, agentes de deslizamento, agentes antiaderentes, antioxidantes, estabilizadores de luz ultravioleta, promotores de aderência, auxiliares de dispersão, e inibidores de corrosão (tais como alumínio e zinco).

[023] A fase dispersa está na forma de partículas dispersas numa fase contínua orgânica. Os componentes poliolefinas

(isto é, tanto a poliolefina não funcionalizada como o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada) têm um tamanho médio de partícula menor que 35 μm , preferivelmente menor ou igual a 25 μm , mais preferivelmente menor ou igual a 10 μm , ainda mais preferivelmente menor ou igual a 5 μm e pode ser menor ou igual a 1 μm . Para ótimas propriedades de revestimento, é desejável que os componentes poliolefinas, preferivelmente todos os componentes sólidos tenham um tamanho de partícula menor que a espessura de revestimento desejada que a dispersão usará para formar. Naquele aspecto, é desejável ainda que todas as partículas sólidas dispersas tenham um tamanho de partícula menos que 20 μm , preferivelmente menor ou igual a 10 μm , ainda mais preferivelmente menor ou igual a 5 μm . Determina-se o tamanho médio de partícula e a distribuição de tamanhos de partículas das partículas dispersas por microscopia óptica.

[024] A fase contínua orgânica é um meio suporte de dispersão tanto para a poliolefina não funcionalizada como para o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (conjuntamente, "componentes poliolefinas") da fase dispersa. Determina-se se uma fase orgânica é um meio suporte de dispersão para uma seleção de componentes poliolefinas preparando-se uma dispersão a 10% em peso dos componentes poliolefinas na fase orgânica e se mistura numa mistura vórtice por dois minutos em 2000 rpm a 23°C. Se não houver nenhuma separação de fases óbvia (por exemplo, precipitação, floculação ou estratificação) ou gelificação durante 2 dias de armazenamento a 23°C, então a fase orgânica é um "meio suporte de dispersão" para os componentes poliolefinas.

[025] Exemplos de compostos que podem servir como fases

orgânicas apropriadas incluem qualquer um ou qualquer combinação de mais que um dos seguintes: álcoois, ésteres, cetonas, éteres, glicóis éteres, hidrocarbonetos, solventes aromáticos. Por exemplo, a fase orgânica pode ser selecionada de um ou qualquer combinação de mais que dos seguintes, contanto que ela se classifique como um meio suporte de dispersão para os componentes poliolefinas escolhidos: etanol, álcool isopropílico, n-propanol, n-butanol, álcool isobutílico, álcool amílico, álcool hexílico, etileno glicol, propileno glicol, etileno glicol monometil éter, etileno glicol monoetil éter, etileno glicol monopropil éter, etileno glicol monoisopropil éter, etileno glicol monobutil éter, etileno glicol monofenil éter, etileno glicol monobenzil éter, dietileno glicol monometil éter, dietileno glicol monoetil éter, dietileno glicol mono-n-butil éter, etileno glicol dimetil éter, etileno glicol dietil éter, etileno glicol dibutil éter, acetato de etileno glicol metil éter, acetato de etileno glicol monoetil éter, acetato de etileno glicol monobutil éter, propileno glicol monometil éter, propileno glicol n-propil éter, propileno glicol n-butil éter, propileno glicol fenil éter, dipropileno glicol metil éter, dipropileno glicol n-propil éter, dipropileno glicol n-butil éter, diacetato de propileno glicol, dipropileno glicol dimetil éter, acetona, metil etil cetona, ciclohexanona, isobutil heptil cetona, metil isobutil cetona, ECOSOFT IK, etil amil cetona, etil butil cetona, tolueno, xileno, AROMATIC 100, AROMATIC 150, AROMATIC 200, acetato de n-propila, propionato de n-propila, acetato de n-butila, propionato de n-butila, e ésteres dibásicos.

[026] A dispersão, quando aplicada num substrato, forma um

revestimento sobre o substrato. No revestimento, o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada serve como um aglomerante e promotor de aderência para a poliolefina não funcionalizada. É desejável que a dispersão inclua ainda um ou mais que um reticulador que reaja com o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada a fim de que o aglomerante se torne reticulado no revestimento resultante, melhorando assim a integridade do revestimento. Um reticulador reage e se interconecta com pelo menos dois sais de amina de poliolefina funcionalizada. Reticuladores apropriados que reagem com o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada incluem polímeros que têm uma funcionalidade que reage com a funcionalidade aniônica do sal de amina (por exemplo, a funcionalidade carboxilato) em duas moléculas diferentes, reticulando as moléculas umas às outras. Exemplos de reticuladores incluem resinas fenol/formaldeído, resinas amino/formaldeído, resinas epóxi, e resinas com isocianato bloqueado.

[027] Uma das características desejáveis da dispersão da presente invenção é que ela pode ser livre de polímeros de cloreto de vinila, epóxi, e ainda tanto de polímeros de cloreto de vinila como epóxi.

[028] A presente invenção inclui um método para revestir um substrato compreendendo dispor a dispersão da presente invenção sobre o substrato. Para evitar dúvida, "dispor a dispersão" inclui disposição de uma formulação ou composição compreendendo a dispersão. Após revestir um substrato com a dispersão da presente invenção, a fase contínua orgânica se dissipa deixando os componentes sólidos como um revestimento sobre o substrato. Tipicamente, dispõe-se a dispersão da

presente invenção sobre um substrato usando um aplicador de contato direto que aplica fisicamente a dispersão sobre um substrato. Por exemplo, revestimento por laminação é um método aceitável de se aplicar a dispersão da presente invenção num substrato. Revestimento por laminação envolve rolar um aplicador revestido com ou contendo dispersão sobre um substrato dispondo assim a dispersão do aplicador para o substrato.

[029] A dispersão da presente invenção pode ser aplicada sobre substratos de muitas espécies diferentes, incluindo aqueles feitos de metal, plástico, cerâmica, madeira, e/ou vidro. A dispersão é particularmente útil para aplicar um revestimento sobre um substrato metálico tal como alumínio, folha de flandres, aço revestido eletroliticamente com cromo. O revestimento é especialmente bem apropriado para revestir substratos metálicos que são moldados numa lata quer antes ou após dispor a dispersão sobre o metal, particularmente quando se dispõe a dispersão sobre o metal antes de molda-lo numa lata.

[030] A dispersão da presente invenção forma um revestimento de película contínua quando revestida sobre um substrato. Geralmente, é desejável aplicar calor na dispersão após ela revestir o substrato para facilitar a formação do revestimento de película contínua. Pode ser desejável também a aplicação de radiação (por exemplo, na forma de um feixe de elétrons) para induzir a reticulação do revestimento resultante.

[031] Um método desejável para preparar a dispersão da presente invenção compreende preparar uma dispersão aquosa dos componentes poliolefinas, secar por aspersão a dispersão

para isolar os componentes poliolefinas como um pó e depois dispersar os componentes poliolefinas na fase orgânica contínua. Mostra-se detalhadamente uma incorporação deste método nos Exemplos.

Exemplos

[032] Os Exemplos seguintes servem para ilustrar adicionalmente incorporações da presente invenção.

Preparação dos componentes poliolefinas

[033] Preparam-se os componentes poliolefinas como um pó re-dispersível dispersando, primeiramente, os componentes poliolefinas numa fase aquosa e depois secando por aspersão a dispersão base água para isolar o pó de componentes poliolefinas.

[034] Prepara-se uma dispersão aquosa usando os seguintes componentes:

Componente	Descrição	Taxa de alimentação
Polímero-base	Um polipropileno tendo um índice de fusão de aproximadamente 32-38 g/10 min (ASTM D1238, 230°C/2,16 kg). Por exemplo, PP 6D43 obtenível de The Dow Chemical Company	212 g/min
Primeiro agente estabilizante	Copolímero de etileno/ácido acrílico com um teor de ácido acrílico de 19,5-21,5% em peso e um índice de fusão de aproximadamente 300 g/10 min (ASTM D1238, 230°C/2,16 kg). Por exemplo, copolímero de etileno/ácido acrílico PRIMACOR™ 5980i (PRIMACOR é uma denominação comercial The Dow Chemical Company	68 g/min
Segundo agente estabilizante	Polipropileno enxertado com anidrido maleico tendo um ponto de amolecimento na faixa de 130-150°C. Por exemplo, PP LICOCENE™ MA 6452 (LICOCENE é uma denominação comercial de Clariant AG Corporation)	23 g/min

[035] Alimentam-se o polímero-base, primeiro agente estabilizante e segundo agente estabilizante numa extrusora de dois fusos de 25 mm de diâmetro nas taxas de alimentação anotadas onde os componentes são fundidos. Provê-se um perfil de aquecimento para a extrusora que aquece os componentes até 160°C após o quê começa a alimentação da dimetil-etanolamina (CAS n° 108-01-1) na composição fundida da extrusora numa taxa de 26 mL/min e da água numa taxa de 70 mL/min. Subsequentemente, bombeia-se na extrusora outra corrente de água para diluição numa taxa de 320 mL/min e se permite que o perfil de temperatura de extrusora resfrie até uma temperatura abaixo de 100°C antes de sair da extrusora através de um regulador de contrapressão usado para reduzir produção de vapor d'água durante o processo de extrusão. Resfria-se a dispersão resultante e se filtra através de um filtro de 200 microns. A dispersão resultante tem um teor de sólidos de aproximadamente 42% em peso em relação ao peso total da dispersão. As partículas dispersas na dispersão resultante têm um diâmetro médio de tamanho de partícula de 1,0 µm determinado por microscopia óptica. Nas partículas dispersas o polímero for neutralizado por dimetil-etanolamina a 120%.

[036] Seca-se por aspersão a dispersão resultante para isolar as partículas da fase dispersa. Seca-se por aspersão a dispersão resultante usando um atomizador de bocal duplo de fluido equipado num secador de aspersão Mobile Minor (de GEA Niro). Fixa-se a pressão de ar no bocal em 100 kPa com fluxo de 50% (equivalente a um fluxo de ar de 6 kg/h). Bombeia-se a dispersão na câmara aquecida a fim de atomiza-la por pressão

de ar elevada no atomizador de bocal. Executa-se a secagem por aspersão num ambiente de nitrogênio com uma temperatura de entrada fixada em 140°C e uma temperatura de saída para atingir 34°C controlada regulando a taxa de alimentação da dispersão. Usa-se um ciclone de vácuo para retirar continuamente nitrogênio e umidade da câmara. Recupera pó de polímero principalmente seco numa jarra de vidro fixada ao ciclone dispositivo.

[037] A composição de pó de polímero resultante é de 22,5% em peso de copolímero de etileno/ácido acrílico, 7,5% em peso de polipropileno enxertado com anidrido maleico e 70% em peso de polipropileno.

Dispersão dos componentes poliolefinas numa fase orgânica

[038] Dispersa-se o pó de polímero resultante numa fase orgânica que é um meio suporte de dispersão para o pó de polímero a fim de formar uma dispersão da presente invenção. Tentativas de dispersar o pó de polímero resultante numa fase orgânica que não era um meio suporte de dispersão para o pó de polímero resultaram numa dispersão instável que está fora dos limites de abrangência da presente invenção.

[039] A tabela seguinte apresenta exemplos e exemplos comparativos resultantes de tentativas dispersar o pó de polímero resultante em fases orgânicas selecionadas.

Exemplo	Fase orgânica	Teor de sólidos	Estabilidade de dispersão
1	Tolueno	20	Estável
2	Tolueno	30	Estável
3	2-butoxi-etanol	20	Estável
4	Propileno glicol metil éter, 90,1 g/mol (por exemplo, glicol éter DOWANOL™ PM (DOWANOL é denominação comercial de The Dow Chemical Company))	20	Estável
Ex. Comp. A	Butanol	20	Instável
Ex. Comp. B	Propileno glicol	20	Instável
Ex. Comp. C	Dietileno glicol monobutil éter (162,2 g/mol); por exemplo, butil glicol éter CARBITOL™ (CARBITOL é denominação comercial de The Dow Chemical Company)	20	Instável
Ex. Comp. D	Propileno glicol n-butil éter (132,2 g/mol); por exemplo, glicol éter DOWANOL™ PnB	20	Instável

[040] Os Exemplos 1-4 ilustram exemplos da presente invenção usando um número de diferentes fases orgânicas de meio suporte de dispersão. Os Exemplos Comparativos A-D ilustram exemplos de combinações de componentes poliolefinas e fases orgânicas que não são meios suportes de dispersão para a combinação de poliolefinas.

[041] Tentaram-se ainda dispersões usando uma fase orgânica de tolueno e incluindo com a fase dispersa de resina fenólica curável PHENODUR™ PR516 (PHENODUR é uma denominação comercial de Cytec Surface Specialties). Os resultados estão apresentados na tabela seguinte. O Exemplo 5 incluiu 20% em peso de resina fenólica curável PHENODUR™ e o Exemplo 6 inclui 40% em peso de resina fenólica curável PHENODUR™ com base no peso total de sólidos:

Exemplo	Fase orgânica	Teor de sólidos	Estabilidade de dispersão
5	Tolueno	30	Estável
6	Tolueno	30	Estável

[042] Os Exemplos 5 e 6 ilustram que uma resina fenólica curável pode ser incluída como um componente adicional de sólidos mesmo em 40% em peso do peso de sólidos na dispersão da presente invenção.

Revestindo substrato com dispersão

[043] Usam-se os Exemplos 1-6 para formar uma película de revestimento empregando uma barra de aplicação em forma de bobina (# 12 ou # 22, vide tabela abaixo) sobre um substrato de alumínio (estoque de lata de alumínio claro X1178591212 fornecido por All Foil Inc.). Cura-se o revestimento a 200°C por 3-5 minutos (vide tabela abaixo) num forno de convecção de ar forçado e depois caracterizam-se os revestimentos resultantes usando procedimentos de teste de dureza König, aderência de hachurado, e dupla esfrega com MEK. Determina-se espessura de película seca usando calibrador de espessura de revestimento eletromagnético (BYK MP0R).

[044] Resultados de teste e caracterização são como se segue:

Exemplo	Condições de revestimento	Espessura de película seca (μm)	Dureza König (segundos)	Aderência de hachurado	Esfrega dupla com MEK (# de ciclos)
1	Barra de aplicação #12, cura de 3 min	3,0	132	5B	20
2	Barra de aplicação #22, cura de 5 min	6,6	109	3B	30
3	Barra de aplicação #12, cura de 3 min	4,6	150	5B	30
4	Barra de aplicação #12, cura de 3 min	3,6	111	5B	20
5	Barra de aplicação #22, cura de 5 min	7,6	93	5B	60
6	Barra de aplicação #22, cura de 5 min	8,9	120	4B	70

Dureza König

[045] O teste segue de acordo com ASTM D4366. Usa-se um analisador de dureza de pêndulo Gardner BYK para determinar o tempo decorrido para a amplitude de um pêndulo triangular diminuir de 6° para 3° usando fotossensores.

Teste de aderência de hachurado

[046] O teste segue de acordo com ASTM D3359, teste B. Faz-se desenho reticulado quadrado com 10 cortes em cada direção com uma distância de 1 mm entre cortes adjacentes. Aplica-se uma fita sensível à pressão sobre o reticulado e depois ela é removida. A aderência é classificada de acordo com a seguinte

escala:

- 5B As bordas dos cortes são completamente lisas; nenhum dos quadrados do retículo se destacou
- 4B Pequenos flocos do revestimento se destacam em inserções; menos que 5% da área é afetada
- 3B Pequenos flocos do revestimento se destacam ao longo das bordas e em inserções de cortes. A área afetada é 5-15% do retículo.

Esfregas duplas com MEK

[047] O teste segue aquele de ASTM D5402006 Método 3 com a modificação de uma extremidade redonda de um martelo de bola de 32 onças e musselina de algodão descorada grau 50. Amarrou-se o tecido com um fio em torno da extremidade do martelo e se molha o tecido com metil etil cetona (MEK) a cada 25 esfregas duplas. Reposição do tecido para uma área nova ou substituição após cada painel.

[048] Os Exemplos 1-6 formam revestimentos duráveis sobre substratos metálicos revelados pelas características de revestimento notadas acima. Espera-se que outras dispersões da invenção reivindicada em seguida formem revestimentos duráveis particularmente também sobre substratos metálicos.

REIVINDICAÇÕES

1. Dispersão, caracterizada pelo fato de compreender de um a sessenta por cento em peso de dispersão total de componentes sólidos dispersos numa fase contínua orgânica sendo que os componentes sólidos compreendem uma mistura de:

(a) 40-95 por cento em peso de uma poliolefina contendo apenas carbono e hidrogênio e que tem um peso molecular médio numérico maior que 400 g/mol como determinado por cromatografia de permeação em gel;

(b) 5-40 por cento em peso de um sal de amina de uma poliolefina funcionalizada; e

(c) 0-20 por cento em peso de aditivos opcionais;

sendo que as porcentagens em peso do componente poliolefina (a), do sal de amina da poliolefina funcionalizada (b) e dos aditivos opcionais (c) são relativas ao peso total de sólidos, os sólidos estão dispersos como partículas e o componente poliolefina (a) e o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) têm um tamanho médio de partícula determinado por microscopia óptica menor que 35 μm e sendo que a fase orgânica contínua, e a poliolefina (a) e sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) são selecionados a fim de que a fase contínua orgânica seja um meio suporte de dispersão para poliolefina (a) e para o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b).

2. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato dela conter uma quantidade maior ou igual a 30 por cento em peso de sólidos com base no peso total da dispersão.

3. Dispersão, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizada pelo fato de o sal de amina ser um sal de amina secundária ou terciária.

4. Dispersão, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizada pelo fato de os aditivos opcionais incluírem um reticulador que é reativo com o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada.

5. Dispersão, de acordo com a reivindicação 4, caracterizada pelo fato de a poliolefina funcionalizada ser selecionada de poliolefinas contendo funcionalidades selecionadas de ácidos e anidridos.

6. Dispersão, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, caracterizada ainda pelo fato de estar livre de polímeros de cloreto de vinila.

7. Dispersão, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, caracterizada pelo fato de a fase orgânica contínua consistir de qualquer um ou qualquer combinação de um ou mais álcoois, ésteres, cetonas, éteres, éteres de glicol, hidrocarbonetos, e solventes aromáticos.

8. Dispersão, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7, caracterizada pelo fato de o reticulador ser selecionado de resinas formaldeído-fenol, resinas formaldeído-amino, resinas epóxi, e resinas isocianato bloqueado.

9. Método para preparar uma dispersão, conforme definida na reivindicação 1, caracterizado pelo fato de compreender preparar uma dispersão aquosa do componente poliolefina (a) e do sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b), secar por aspersão a dispersão para isolar o componente poliolefina (a) e o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) como um pó e depois, dispersar o componente poliolefina (a) e o sal de amina de uma poliolefina funcionalizada (b) na fase orgânica contínua.

10. Método para revestir um substrato, caracterizado pelo fato de compreender dispor a dispersão, conforme definida na reivindicação 1, sobre o substrato.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de o substrato ser um metal.

12. Método, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de o metal ser moldado numa lata antes ou após dispor a dispersão, conforme definida na reivindicação 1, sobre o metal.