



328742

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 6 de julio de 1966, con el número 328.742

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de CLARENCE WALTER FORESTEK, de nacionalidad norteamericana, residente en 8160 Briarwood Drive, Broadview Heights, Ohio, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO QUE COMPRENDE INCORPORAR PARTICULAS DE POLIMERO DEL TIPO PERFLUOROCARBONO FINAMENTE DIVIDIDAS DENTRO DE UNA SUPERFICIE".-

Esta invención se refiere al tratamiento de las superficies porosas con resinas de perfluorocarbono de baja fricción tales como politetrafluoretileno.

5 La invención se relaciona además con un proceso para colocar partículas lubricantes sólidas finamente divididas de dichas resinas en las fisuras de una superficie metálica porosa de manera que se enlacen mecánicamente en la superficie. Dicho tratamiento, de conformidad con el --

328742



proceso de la presente invención, imparte no solamente propiedades de baja fricción y de baja adhesión a la superficie tratada, sino que simultáneamente retiene algunas de las otras propiedades físicas deseables de las superficies metálicas tales como dureza, rigidez y alta conductividad térmica.

Abreviando, la presente invención comprende un primer paso de tratar las superficies a fin de proporcionar una pluralidad de intersticios diminutos, poros cavidades o fisuras sobre o en la superficie del metal que consiste de aproximadamente 5 a 75 por ciento y de preferencia de 10 a 40 por ciento del área total de superficie. Esto se logra, por ejemplo, mediante tratamiento o pre-tratamiento mecánico tal como rectificación con líquido o sopleteado con arena formando un revestimiento de fosfato integral sobre la superficie, galvanizando la superficie con níquel, cromo u otros metales apropiados y formando fisuras en esa galvanización mediante grabado con ácido o mediante electrolisis anódica o catódica. Si la superficie metálica inherentemente tiene la red deseada de fisuras o intersticios diminutos, este primer paso desde luego no es necesario. Un ejemplo de dicha superficie sería la de ciertos materiales metálicos pulverizados o calcinados o ciertas superficies de metal rociadas.

Como un segundo paso, la superficie tratada de preferencia se calienta a una temperatura superior a cuando menos 66° C. para agrandar las fisuras o semejantes mediante expansión térmica del metal. Cuando la superficie se ha tratado hasta la temperatura deseada, --

328742



unas partículas finamente divididas de resina de perfluorocarbono de preferencia a temperatura ambiente o a menos temperatura, se depositan sobre la superficie calentada y se fuerzan dentro de las fisuras o intersticios en la superficie por ejemplo aplicando con brocha una dispersión acuosa del material o espolvoreando con polvo seco de perfluorocarbono o sopleteando con aire con el polvo seco para llenar prácticamente las fisuras diminutas.

Mientras que está todavía caliente, la superficie revestida puede friccionarse, bruffirse, tallarse o tratarse de otra manera para consolidar adicionalmente las partículas en las fisuras agrandadas. Luego se enfría para reducir el tamaño de las fisuras y para enlazar mecánicamente las partículas expandidas de perfluorocarbono dentro de las mismas mediante un ajuste de interferencia. La superficie puede también restregarse, pulirse o glasearse según se desee para eliminar el exceso del material y para mejorar la apariencia de superficie.

La porción del área total de superficie que comprende las partículas atrapadas de lubricante sólido generalmente es de 5 a 75 por ciento y de preferencia es entre aproximadamente 10 a 40 por ciento y es discontinua en el sentido de que no está completamente cubierta mediante una capa de resina de perfluorocarbono. La superficie resultante por lo general tiene un tanto extremadamente liso es mucho más dura que las superficies revestidas completamente con una capa de lubricante sólido que exhibe la combinación de alta lubricidad, buena resistencia mecánica y alta conductividad térmica. Además, las partículas sólidas del lubricante parece ser que se pro-

328742

22



tegen del daño debido a raspado o fricción mediante esta forma de superficie discontinua.

Un tamaño promedio de las partículas de perfluocarbono debe ser entre 0,05 a 10 y de preferencia de 0,5 a 10 micrones según se miden y según se comprenden en el arte. El tamaño de partícula debe ser de manera tal que las partículas no expandidas entren o puedan formarse dentro de las fisuras en la superficie. Teóricamente se propone que el tamaño de la partícula esté correlacionado con el tamaño del ancho de las fisuras de manera que haya de una hasta posiblemente 5 partículas a través del ancho de cada fisura.

Según se usa en la especificación y en las reivindicaciones, el término "polímero tipo perfluocarbono" se define como (a) politetrafluoetileno, (b) mezclas de politetrafluoetileno y polimonoclorotrifluoetileno, (c) polimonoclorotrifluoetileno, (d) copolímeros de politetrafluoetileno con hexafluopropileno (e) mezclas de politetrafluoetileno y politetrafluopropileno y (f) equivalentes de los mismos. De los plásticos anteriormente citados (a) y (b) son altamente preferidos. En especial, los materiales poliméricos (a) y (b) son insolubles, resistentes al calor y resistentes al ataque de los productos químicos. Además estos materiales se deslizan sobre sí y sobre los metales con coeficientes de fricción estáticos más bajos que cualesquiera otros sólidos, el polímero (a) es de 0,04 y el polímero (b) es de 0,05 respectivamente en comparación con 0,09 para el grafito y asimismo posee muchas propiedades mecánicas muy superiores al grafito.

Mediante "polímero del tipo perfluocarbono" se

328742



entiende aquella clase de polímeros que están caracteri-
zados por una ausencia de átomos de hidrógeno y una pre-
ponderancia de átomos de flúor en donde hay por lo menos
tres átomos de flúor por cada otro átomo de halógeno --
5 (tal como cloro), dichos polímeros se forman a partir de
etileno o propileno. También quedan incluidos dentro del
alcance de la invención los polímeros que tienen resis--
tencia a las temperaturas elevadas, lubricidad, inercia
química y coeficientes de expansión que son prácticamen-
10 te equivalentes al politetrafluocetileno para el uso a --
que se destina.

Para los fines de la presente invención, el di-
ferencial de temperatura entre las partículas de perflu-
carbono y la superficie de aplicación debe ser preferi--
15 blemente de 121° C a 177° C. Para lograr dicho diferen-
cial las partículas pueden aplicarse a temperatura am--
biente (aproximadamente de 16° C) o de preferencia a una
temperatura inferior a la temperatura ambiente cuando se
aplican a la superficie de metal. Se prefiere enfriar --
20 las partículas de perfluocarbono hasta una temperatura -
de aproximadamente -73,3° C por medio de hielo seco o --
dióxido de carbono sólido para retardar su expansión has-
ta que se logre la consolidación dentro de las fisuras.

Puede emplearse también hidrógeno líquido que
25 llega a temperatura hasta de -240° C para obtener el di-
ferencial de temperatura requerido. Alternativamente, se
pueden mantener las partículas en el congelador de una -
caja de hielo o en un aparato de congelación.

La superficie a la cual van a aplicarse las --
30 partículas pueden tratarse de varias maneras para hacer-

328742



la porosa o para proporcionar un número de fisuras o intersticios dentro de las cuales se ajustan las partículas. Según será evidente para aquellas personas expertas en el arte, la superficie puede electrograbarse mediante
5 tratamientos anódicos o catódicos en una solución ácida o alcalina que se varía para que se acondicione el metal específico involucrado.

Alternativamente, la superficie puede tratarse con un baño de revestimiento de fosfato apropiado para
10 formar un revestimiento integral del fosfato sobre la misma, dichos revestimientos tienen una pluralidad de fisuras diminutas en los mismos.

La superficie puede galvanizarse con níquel --
exento de electrodo, cromo duro u otros revestimientos --
15 conocidos en el arte y luego dicho revestimiento puede tratarse apropiadamente para formar una superficie porosa. Las superficies de aluminio pueden anodizarse o anodizarse con tratamiento duro.

Para los moldes, la superficie tratada de preferencia se calienta a temperatura de aproximadamente --
20 177° C hasta aproximadamente 280° C para agrandar las fisuras mediante expansión térmica. Mientras que en la superficie está todavía caliente, se colocan en los intersticios en la superficie partículas finamente divididas --
25 del polímero lubricante deseado a temperatura ambiente o a una menor temperatura. Las partículas pueden aplicarse en la forma de una dispersión en agua o en forma de polvo.

La superficie puede bruñirse mientras que está
30 todavía caliente con un cepillo de acero rotatorio, almo

328742



hadillas de fieltro, cepillo de fibra u otros medios --
apropiados para consolidar adicionalmente las partícu--
las enfriadas en las fisuras y para eliminar el mate---
rial polimérico que no ha quedado dentro de las fisuras
5 dejando áreas de superficie alternativas al azar del me-
tal limpio y del polímero que se caracteriza como una -
superficie discontinua. También se propone que las par-
tículas puedan depositarse sobre la superficie y forzar
se dentro de las fisuras mediante técnicas de sopletea-
10 do con aire.

Al colocar las partículas sobre la superficie
tratada y consolidar o forzar las partículas dentro de
las fisuras en dicha superficie, deben hacerse todos --
los esfuerzos para completar todos los pasos en la ope-
15 ración antes de que se enfríe la superficie hasta un --
grado considerable y antes de que las partículas asimig-
mo se calienten. En otras palabras, el diferencial de -
temperatura debe mantenerse y el tratamiento efectuarse
de manera rápida. Se pueden tratar moldes grandes en me-
20 nos de 25 minutos mediante sellado manual. En este pe-
ríodo de tiempo, la temperatura del molde cambia muy po-
co.

Cuando se usa politetrafluoretileno pulveriza-
do que se obtiene mediante rotura o trituración del po-
25 límero congelado, los tamaños y formas irregulares de -
las partículas poliméricas proporcionan resultados exce-
lentes. El "Teflon" pulverizado, que se puede obtener -
comercialmente bajo la designación de fábrica 522 X, es
particularmente apropiado para este fin. Otros produc--
30 tos comercialmente obtenibles que son apropiados son --

328742



"RILUBE 63" y "TL 126". Una dispersión de partículas - de perfluorocarbono en agua destilada apropiada para este fin puede obtenerse comercialmente bajo la designación de fábrica TEFLON 30.

5 El material pulverizado que se obtiene comercialmente parece ser que es una mezcla de partículas - pequeñas de tamaño micrónico o submicrónico. Cuando se aplican a una superficie, se cree que las partículas - submicrónicas se ajustan en los intersticios mientras
10 que las partículas más grandes no lo hacen y de esta manera no se utilizan. Los polvos uniformes de partículas de tamaños submicrónicos no pueden obtenerse comercialmente. Para la mayoría de las aplicaciones se prefiere trabajar con las partículas de tamaño más pequeño.
15 ño.

 En otra modalidad de la presente invención, el polímero se sobre-enfría en un congelador o con hielo seco hasta una temperatura tan baja así como de ---
-73,3° C hasta -240° C si se aplica a la superficie en
20 forma pulverizada seca tan rápidamente como sea posible para obtener que las partículas se fuercen dentro de las fisuras de superficie antes de que se expandan. Aquí la superficie a la cual se aplican las partículas puede estar a temperatura ambiente. La consideración -
25 principal es la de que exista un diferencia de temperatura apropiado para proporcionar un ajuste de interferencia y enlazar las partículas en su sitio a la temperatura de utilización. Debido a que las partículas refrigeradas deben absorber calor considerable desde la
30 superficie antes de que se expandan, se permite un tiempo

328742



po suficiente para trabajar las partículas no expandi--
das hacia la superficie.

La superficie a la cual van a aplicarse las -
partículas debe de preferencia calentarse hasta tempera
5 tura de aproximadamente 10° C a 38° C por encima de la
superficie a la cual se somete durante el uso y un dife-
rencial de temperatura establecido en las partículas de
perfluocarbono para proporcionar un ajuste de interfe-
ncia apropiado a la temperatura de utilización. En otras
10 palabras, las partículas deben estar a temperatura de --
aproximadamente 121° C o algunos grados más frías que la
superficie a la cual se están aplicando. Dichos factores
son difíciles de medir de manera precisa y se requerirá
ciertos experimentos de prueba.

15 Para el fin de esta descripción, la temperatu-
ra de utilización significará la temperatura promedio en
la escala de temperatura a la cual se calienta la super-
ficie durante el funcionamiento normal. Por ejemplo, en
el caso de moldes de vulcanización de llantas, la escala
20 de temperatura puede ser de aproximadamente 116° C a ---
aproximadamente 204° C.

El tratamiento de superficie puede renovarse -
si se desea, después de que las partículas se han desalo-
jado de las fisuras diminutas debido al uso prolongado -
25 o debido a otras causas. Esa renovación de preferencia -
se logra congelando o enfriando excesivamente las partí-
culas de hielo seco y luego tratando las partículas ha--
cia la superficie con la superficie a una temperatura de
o por encima de su temperatura de funcionamiento. La su-
30 perficie puede calentarse especialmente antes del trata-

328742



22 JUL

miento de renovación si se desea y es ventajoso. La renovación de superficie puede efectuarse sobre una base diaria, semanal o sobre otras bases según se requiera. En ciertas operaciones de moldeo de hule, por ejemplo, se ha encontrado que es deseable la renovación diaria.

La invención se ilustra mejor mediante los siguientes ejemplos que, sin embargo, no deben tomarse en cuenta como limitando el alcance de la invención.

EJEMPLO I

Un molde de matriz de coincidencia de cavidades múltiples que consiste de dos placas de acero para moldear artículos pequeños de hule se limpia y se prepara para tratamiento utilizando los procedimientos bien conocidos para aquellas personas expertas en el arte y que se efectúan comúnmente antes de la fosfatización del zinc. Las superficies de moldeo limpias se fosfatizan durante 10 minutos a temperatura de 91° C. para producir un revestimiento de fosfato de zinc microcristalino sobre la superficie de metal.

Las placas luego se calientan hasta temperaturas de 204° C en un horno eléctrico para agrandar las fisuras diminutas y unas partículas de "TEFLON" de tamaño submicrónico o de aproximadamente 10 micrones refrigeradas a temperatura de aproximadamente -73,3° C se aplican con brocha de manera uniforme a través de toda la superficie de moldeo calentada.

Rápidamente y a medida que las placas calentadas comienzan a enfriarse, la superficie se cepilla manualmente con una brocha de fibra y luego se pulen con una brocha rotatoria de ixtle para depositar y consoli-

328742



dar adicionalmente las partículas de "TEFLON" sólo en -
las fisuras.

Las placas luego se enfrían hasta temperatura
ambiente para hacer contraer las fisuras y enlazar apre-
5 tadamente las partículas de "TEFLON" en la superficie.

Después de este tratamiento, las propiedades
de liberación del molde se mejoran grandemente y se ne-
cesitan cantidades considerablemente reducidas del agen-
te de liberación. La superficie luego se renueva diaria-
10 mente y el molde puede mantenerse en uso constante a --
través de un período de más de seis meses.

EJEMPLO II

Ocho miembros de núcleo de acero para usarse -
en moldes para artículos de neopreno se galvanizan con
15 níquel exentos de electrodos, v. gr., hipofosfito sódi-
co, galvanizado con productos químicos, no electrolíti-
camente mediante técnicas bien conocidas por aquellas -
personas expertas en el arte según se describe en la Pa-
tente de los Estados Unidos número 2,532,283 concedida
20 a Brenner y otros. El proceso de galvanización produce
una capa de níquel de un grueso de entre .00508 y .00762
milímetros después de que la superficie galvanizada se
rectificó con líquido con arenilla 280 a una presión de
aire de 54.480 kilogramos. La galvanización resultante
25 de ese tratamiento tenía una red fina de fisuras disminu-
tas a través de toda la superficie.

Los núcleos galvanizados luego se calientan --
hasta temperatura de aproximadamente 232° C en un horno
eléctrico para agrandar las fisuras diminutas y una sus-

328742



5 pensión de partículas de "TEFLON" en agua destilada se cepilla uniformemente a través de toda la superficie - galvanizada dejando un residuo de partículas de "TEFLON" sobre la superficie y en las fisuras agrandadas. A medida que los miembros del núcleo comienzan a enfriarse, - toda la superficie se pule con un trapo de algodón seco limpio para depositar y consolidar adicionalmente las - partículas de "TEFLON" en las fisuras. Para la renovación el polvo de "TEFLON" refrigerado se aplicó según - se ha descrito anteriormente.

Los núcleos tratados tienen características - de liberación excepcional en el moldeo de los artículos de neopreno y se mantienen en servicio durante muchos - meses.

15

EJEMPLO III

20 Dos planchas de acero grandes del tipo que se ha descrito en lo que antecede en el Ejemplo I se limpiaron y se galvanizaron con cromo duro hasta un grueso de aproximadamente .0254 milímetros según se describe en el Ejemplo I. La superficie de cromo luego se trata para -- proporcionar una red fina de fisuras diminutas o intersticios invirtiendo la corriente en un electrolito de ácido crómico durante dos minutos, a 4,0 voltios.

25 La superficie luego se enjuaga con una solución de bicarbonato sódico acuosa básica al 0,2 por ciento para neutralizar el ácido crómico. Después de secarse, las planchas se calientan en un horno eléctrico a temperatura de 204° C para agrandar las fisuras mediante expansión.

Después de que las planchas se quitan del horno,

328742



inmediatamente se espolvorean con partículas finamente divididas de "TEFLON" de un tamaño de partícula de aproximadamente 10 micrones que se han refrigerado anteriormente para enfriar las partículas hasta una temperatura de aproximadamente $-73,3^{\circ}$ C. Un "TEFLON" pulverizado -- apropiado puede obtenerse comercialmente bajo la designación de fábrica 522X. El espolvoreo se repite tres veces a medida que se enfrían las planchas calentadas. Inmediatamente después de cada operación de espolvoreado, la superficie se pule rápidamente con una herramienta - de fieltro rotatoria, para tratar las partículas dentro de las fisuras agrandadas antes de que las partículas - se expandan en tamaño al calentarse sobre la superficie galvanizada.

Las planchas luego se dejan enfriar a temperatura ambiente mediante lo cual las fisuras disminuyen - en dimensión hasta un tamaño normal para enlazar mecánicamente las partículas de "TEFLON" dentro de las mismas.

N O T A

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º. - Un procedimiento que comprende incorporar partículas de polímero del tipo perfluorocarbono - finamente divididas dentro de una superficie que tiene una multiplicidad de poros o fisuras diminutos, con lo

328742



5 cual dichas partículas se disponen en los poros o fisuras en dicha superficie a una temperatura de al menos - 121° C por debajo de la temperatura de dicha superficie de modo que cuando las partículas y la superficie alcanzan la misma temperatura o una temperatura de equili-
brio, las partículas son bloqueadas en dichos poros o fisuras por un ajuste de interferencia, siendo evitada la fusión de dichas partículas.

10 2º. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la superficie es cromada sobre metal y se forman fisuras en dicha superficie por una técnica de corriente inversa o una técnica de ataque químico.

15 3º. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la superficie es niquelada sobre metal y se forman fisuras en dicha superficie por una técnica de líquido de bruñido con abrasivos.

4º. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la superficie es un fosfato de zinc depositado sobre un metal.

20 5º. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la superficie es calentada a por lo menos -- 65,5° C.

25 6º. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual las partículas son enfriadas a por lo menos -73,3° C.

7º. - El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual el polímero del tipo perfluorocarbono es politetrafluoroetileno.

30 8º. - Un procedimiento que comprende incorporar partículas de polímero del tipo perfluorocarbono fi

328742



namamente divididas dentro de una superficie.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que -
antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de quince hojas escritas
a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

12.4.67

P.A.