

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	21	NUMERO	20 A 1
	21	473.013	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		31 agosto 1.978	

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

23 PRIORIDADES: 24 NUMERO	22 FECHA	23 PAIS
829.824	1.9.77	U.S.A.

27 FECHA DE PUBLICIDAD	21 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09.K1	

54 TITULO DE LA INVENCION
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO

71 SOLICITANTE (S)
E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Wilmington, Delaware, 19898 ESTADOS UNIDOS

73 INVENTOR (ES)
Eustathios Vassiliou,

74 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

anr.

1.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

5

La presente invención se refiere a composiciones para revestimiento que contienen precondensados formadores de resina de polisiloxano y a artículos recubiertos con dichas composiciones.

10

En las composiciones para revestimientos se han utilizado, ya sea como componentes mayoritarios o minoritarios, varios polisiloxanos mezclados normalmente con otros materiales que afectan a las propiedades de los revestimientos. Veanse las Patentes de los EE.UU. 3.655.565 (McDonald, 1972) y 3.062.765 (Osdal, 1962), que describen descubrimientos de la tecnología de las composiciones que contienen polisiloxano. Osdal utiliza pequeñas cantidades de resina de polisiloxano para prevenir la formación de grietas en los revestimientos de fluorocarbono. Sin embargo, se ha descubierto que los revestimientos a base de resina de polisiloxano tienden a cuartearse o a formar grietas cuando se aplican para aumentar su duración, en capas relativamente gruesas, de espesores superiores a 20 micras (μ m).

15

20

25

30

Las resinas de polisiloxano homopolímero y las más caras de copolímero, tales como aquellas que reaccionan con epóxidos, se utilizan a veces como revestimientos para el desprendimiento de alimentos perecederos en combinación con grandes proporciones de aceites de silicona. Los aceites son fluidos que facilitan la aplicación de los revestimientos y mejoran la separación de residuos de alimentos quemados. Estos revestimientos se formulan a veces para temperaturas relativamente bajas. Las aplicaciones de estos reves-

1 timientos son, entre otras, las bandejas de confitería,
que pueden recubrirse frecuentemente o incluso antes de ca-
da uso. Veanse las Patentes de los EE.UU. 3.419.514 (Had-
lock, 1968), 3.308.080 (Haenni, 1967) y 3.801.522 (Vasta,
5 1974). Los fluidos de polisiloxano mejoran las propiedades
de desprendimiento de estos revestimientos, aunque los re-
vestimientos a base de fluidos tienen una duración limita-
da y no pueden utilizarse muchas veces sin volver a recu-
brir. Las aplicaciones típicas de los revestimientos dura-
deros son para recipientes caseros de cocinar y para coci-
10 nar a la parrilla o en el horno. Dichos artículos están
tratados con un revestimiento no adhesivo que dura tanto
como el artículo de cocinar mismo.

15 Los siloxanos especiales, homopolímeros y copo-
límeros y mezclas de organopolisiloxanos con ciertos mate-
riales orgánicos, como poliéteres, se usan, algunas veces,
para revestimientos no adhesivos de bandejas de pan o de
materiales consolidados resistentes a las tensiones térmicas
y ambientales, tales como compuestos de moldeo. Vease
Patentes de los EE.UU. 2.672.104 y 2.672.105 (Clark, 1954).
La Patente de los EE.UU. 3.423.479 (Hendricks, 1969) descri-
20 be composiciones de revestimiento de poliéter, contien-
do hasta 30% de polisiloxanos, y la Patente de los EE.UU.
3.536.657 (Noshay y col., 1970) describe composiciones de
revestimiento conteniendo poliéteres y copolímeros poliéter-
polisiloxanos. En ambas patentes, los poliéteres incluyen
polisulfonas particulares, y los revestimientos son, general-
25 mente, termoplásticos.

El negro de carbón y el grafito pulverizado han sido
añadidos a revestimientos de polisiloxano delgado para me-
jorar las características de transferencia de calor. Vease
la Patente de los EE.UU. 3.078.006 (Price y col. 1963).

30 En Defensive Publication T937,005- Vasta publicado

1 el 5 de Agosto de 1975 por la Oficina de Patentes y Marcas
Registradas de EE.UU. se han descrito algunos intentos para
fabricar un revestimiento duradero para recipientes de co-
cina. Una disolución de resina de polisulfona se mezcla
5 con, hasta 25% en peso, del total de un aceite de silico-
na o una resina de silicona para producir revestimientos
de 50 μ m de grueso, normalmente, aunque tambien pueden
llegar a tener 250 μ m.

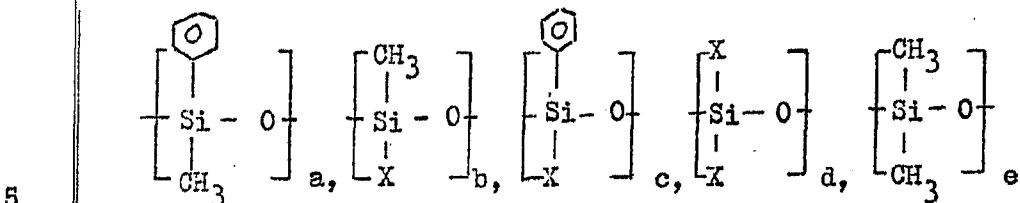
Sería deseable disponer de un revestimiento, a base
de resina de polisiloxano, mas duradero, que pudiese aplicar-
10 se en capas gruesas sin que se agrietase y sin la necesidad
de usar múltiples capas finas.

Resumen de la invención

15 La presente invención describe una composición de
revestimiento que consiste, esencialmente, en un preconden-
sado de polisiloxano que puede entramarse y formar una re-
sina y un 5-30%, preferiblemente 10-20% en peso, de un ma-
terial orgánico en forma de partículas, que aqui se denomina
como modificador, puesto que modifica las características
del revestimiento para mejorar la resistencia frente al
20 agrietamiento. Dicho modificador tiene un tamaño de parti-
cula del orden de 0,1-15 μ m, preferiblemente 0,5-5 μ m. Es
mas tenaz que el revestimiento entramado hecho a partir de
una composición de revestimiento y ademas el modificador
tiene un coeficiente de fricción estático contra la resi-
na de polisiloxano mas alto que el de politetrafluoroeti-
25 leno. Aqui los porcentajes están basados en el peso combina-
do de la resina de polisiloxano o precondensados formadores
de resina y el modificador, excepto donde se establece de
otra manera.

30 Preferiblemente, el precondensado formador de resi-
na de polisiloxano es un precondensado formador de resina

1 de polisiloxano que tiene una o mas unidades



en donde X es un grupo funcional que permite el entramado por su sitio, y a, b, c, d y e son de una magnitud tal y están en proporciones tales que proporcionan a la resina un grado de substitución, medido como la razón de grupos fenilo mas grupos metilo a átomos de silicio, de, al menos, 1,0, aproximadamente, y una razón de grupos fenilo a átomos de silicio de, al menos, 0,3, aproximadamente.

15

Preferiblemente, X es un grupo hidroxilo. El contenido de hidroxilos unidos a silicio es, de al menos 3%, aproximadamente, preferiblemente, al menos 4%, aproximadamente, basado en el peso del precondensado. Los precondensados en los que las unidades se repiten en cualquier orden de forma arbitraria tambien están incluidos.

20

El modificador es, preferiblemente, un sulfuro de poliarileno (mas preferiblemente sulfuro de polifenileno), una sulfona de poliarileno, una resina de poliamida-imida, o un ácido poliparahidroxibenzoico. Es deseable que el modificador sea compatible con el polisiloxano, y que no reaccione con él. Las gomas de polisiloxano que cumplen los criterios de las reivindicaciones están incluidos entre los modificadores. Los tamaños de las partículas utilizadas aqui son promedios aproximados que se miden opticamente con un microscopio en la composición de revestimiento o en un revestimiento que ha sido aplicado sobre un sustrato.

25

30

1 Las composiciones de revestimientos consisten,
esencialmente, en el precondensado y el modificador, ya que
pueden añadirse diversos aditivos, tales como aceites, pig-
mentos, colorantes, endurecedores, compuestos para favore-
5 cer la formación películas, fluorocarbonos, agentes super-
ficiales activos, disolventes para los polisiloxanos, trans-
portadores de líquidos, agentes coalescentes, catalizadores,
etc., que no afectan, materialmente, las características
básicas y nuevas de la invención, que permite la formación
de revestimientos gruesos, resistentes al agrietamiento, y
10 duraderos. De forma analoga, aunque se prefieren homopolí-
meros simples de los polisiloxanos definidos, tambien se
pueden usar mezclas y copolímeros de varios polisiloxanos.
Sin embargo, en los copolímeros heterogeneos, con otros res-
tos orgánicos, tales como los epóxidos, las ventajas de la
presente invención son mucho menos necesarias y no caen
15 dentro de su alcance.

La invención tambien incluye sustratos revesti-
dos con composiciones de revestimiento condensadas que con-
tienen polisiloxano entramado en forma de fase continua en
la que se ha dispersado una fase discontinua del modifica-
20 dor orgánico en partículas. El grosor del revestimiento tie-
ne, preferiblemente, de 20-125 μ m, aproximadamente, y mas
preferiblemente de 25-75 μ m (1-3 mils). Aunque las ventajas
de la invención se consiguen mejor con revestimientos de
20-125 μ m de espesor, tambien se obtiene ventajas simila-
res con revestimientos cuyo espesor cae fuera de dicho in-
25 tervalo. A espesores menores, se liberan las tensiones y el
revestimiento es mas tenaz que sin el modificador. A espe-
sores mayores, la liberación de tensiones y la eliminación
o disminución del cuarteamiento siguen siendo ventajosas.

El tamaño medio de las partículas del modificador
30 es, preferiblemente, menor que la mitad del espesor del re-

1 vestimiento. Lo mas deseable es que sea menor que la cuarta parte del espesor del revestimiento.

5 La invención tambien incluye los procedimientos para la producción de sustratos revestidos por aplicación y condensación de un revestimiento, cuya composición es la antes mencionada.

Descripción detallada de la invención

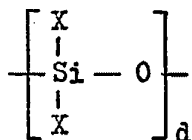
10 Una fase dispersa, relativamente resistente, de aditivo modificador, que resiste adecuadamente el deslizamiento contra el polisiloxano, disminuye la tendencia de los revestimientos gruesos de polisiloxano a cuartearse o a formar grietas. Las partículas del modificador se dispersan mas o menos uniformemente en la fase continua de resina de polisiloxano. Aunque los solicitantes no quieren atarse a ninguna teoria concreta, las ventajas conseguidas con 15 la presente invención pueden deberse a que las partículas dispersadas bloquean las grietas y absorben las tensiones creadas en la composición de polisiloxano a medida que esta se condensa para formar un revestimiento en forma de película gruesa.

20 Se cree que la invención tiene una aplicación amplia en el campo de resinas de polisiloxano. Estas resinas se encuentran en composiciones para revestimiento en forma de precondensados formadores de resinas de distintos pesos moleculares, que contienen funciones, generalmente, funciones silanol, que, al reaccionar, se entrecruzan formando una 25 matriz macropolimérica, rígida y tridimensional. El material en forma de partículas, adherente y relativamente tenaz, utilizado en la presente invención se dispersa en el interior de esta matriz. Los precondensados son, en general, de peso molecular relativamente bajo, tal como 1000 o 1100, y 30 muchas de las moléculas del precondensado tienen três o mas

1 grupos funcionales que, cuando se condensan, originan la
formación de una resina con una matriz rígida, entramada y
tridimensional. Preferiblemente, la matriz es dura y tiene
un grado de elongación bajo, tal como 2-4%. Este comporta-
5 miento contrasta con el de los elastómeros, que son blandos
y tienen un grado de elongación elevado, tal como 30% o mas.
El entramamiento de los polisiloxanos puede conseguirse me-
diante técnicas conocidas en este campo, tales como catáli-
sis y calefacción. El entramamiento puede producirse por gru-
pos hidroxilo, halógeno, grupos hidrocarbiloxy y grupos
aciloxi.

10 Las resinas de polisiloxano y los precondensados
formadores de resinas de esta invención pueden prepararse
mediante técnicas conocidas por los técnicos en la materia.
Las proporciones deseadas de dimetildiclorosilano, metilfe-
nildiclorosilano y, a veces, dimetildiclorosilano se hidro-
15 lizan para dar, generalmente, estructuras cíclicas. Entonces,
las estructuras cíclicas se polimerizan con ácidos o bases
dando lugar al precondensado formador de resina. Es eviden-
te que hay que utilizar las proporciones adecuadas de los
monómeros seleccionados para la obtención de una fórmula es-
20 tructural determinada, con el fin de obtener las razones de
las composiciones preferidas y con el fin de obtener los
precondensados formadores de resina deseados. Por ejemplo,
los expertos en la materia saben que si a, b, c y e son cero
y la estructura se hace unicamente con

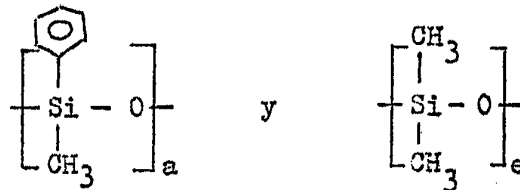
25



30

la composición resultante seria dióxido de silicio hidrata-
do que no es un precondensado formador de resina. Otro ejem-
plo, si b, c y d son cero y la resina estuviese hecha unica-
mente a base de

1



5

el producto resultante seria un elastómero mas que una resina.

10

Aunque con anterioridad podian conseguirse películas o revestimientos de polisiloxano mas delgados o menos duraderos, la presente invención permite el uso de tales polisiloxanos para producir revestimientos mucho mas gruesos. Los fluidos o aceites de polisiloxano que no se entraman de manera significativa no son una parte necesaria de los revestimientos de esta invención, aunque tambien pueden ser incluidos. La degradación térmica de los aceites de polisiloxano puede producir productos resinosos entramados que son mas duraderos que los aceites en los revestimientos.

15

20

Para los usos que requieren temperaturas elevadas, tales como las aplicaciones en recipientes de cocina, para los que la presente invención es particularmente adecuada, es deseable que los revestimientos sean termoestables, mas que termoplásticos. Generalmente, los constituyentes de las composiciones de revestimiento son termoestables, por lo que pueden seleccionarse para obtener revestimientos termoestables.

25

30

El cuarteamiento es la formación de pequeñas grietas durante, o inmediatamente después de la condensación de un revestimiento y se debe a las tensiones creadas en dicho revestimiento por la contracción que se produce durante la condensación. Si la resistencia y la ductilidad del revestimiento son insuficientes para absorber dichas tensiones, todo el revestimiento puede cuartearse. Estas grietas

1 son, por supuesto, fatales para los revestimientos y perju-
dican su durabilidad y su comportamiento como antiadhesivo.
Frecuentemente, el cuarteamiento del revestimiento adopta
la forma familiar de grietas triaxiales, conocidas normal-
5 mente como patas de gallo, debido a su parecido con las mis-
mas. Tales grietas tambien se parecen, a veces, a las grie-
tas del barro, por lo que tambien se denominan asi. Además
de formarse en la condensación, dichas grietas tambien pue-
den formarse con el uso, debido a tensiones térmicas, mecá-
nicas o ambientales.

10 Es importante que el modificador, además de poseer
una fricción adecuada que tienda a evitar su deslizamiento
en la resina de la fase continua, sea mas tenaz que la resi-
na de polisiloxano. La combinación de fricción y mayor te-
nacidad es importante para la disminución de las tensiones
15 y de la formación incipiente de grietas en la resina de poli-
siloxano que es relativamente quebradiza. El cuarteamiento
y la formación de grietas se reduce al minimo dispersando
las tensiones y terminando las microgrietas dondequiera
que se formen antes de que puedan propagarse hasta un grado
peligroso.

20 Con el fin de evitar el deslizamiento entre las parti-
culas de modificador y la matriz de polisiloxano el coefi-
ciente estático de fricción contra el polisiloxano debería
ser mayor que el de politetrafluoroetileno contra el polisi-
loxano. Esto aumenta la efectividad del modificador para
evitar el cuarteamiento. Se ha descubierto que la resisten-
25 cia al cuarteamiento de los revestimientos de polisiloxano
rellenos con partículas de politetrafluoroetileno no es ade-
cuada. Por tanto, el coeficiente estático de fricción del
modificador debe ser mayor que el de politetrafluoroetileno
contra el polisiloxano. Para determinar los coeficientes
30 estáticos de fricción relativos debe tenerse en cuenta cual-

1 quier efecto de adherencia del modificador al polisiloxano,
por ello es conveniente que los grados de adherencia sean
mayores que el del politetrafluoroetileno a polisiloxano.

5 El coeficiente estático de fricción de un mate-
rial sobre otro es la razón de la fuerza necesaria para que
uno empiece a moverse sobre el otro, a la fuerza total que
los presiona uno contra otro. Por tanto, el coeficiente es-
tático de fricción representa la tendencia a evitar el des-
lizamiento o el movimiento entre dos cuerpos. Los coeficien-
tes de fricción pueden determinarse mediante varias técni-
cas, por ello, para su medida puede utilizarse cualquier
10 técnica de confianza que sirva para comparar, sobre polisi-
loxano, un material modificador dado con politetra fluore-
tileno. Puede utilizarse ASTM standard D1895-75. El coefi-
ciente estático de fricción de politetrafluoretileno contra
acero y contra si mismo es 0,04, aproximadamente. El coefi-
15 ciente estático de fricción del modificador contra el poli-
siloxano debe ser, preferiblemente, al menos, 25% mayor que
el del politetrafluoretileno.

20 La tenacidad es un parámetro distinto a la blandu-
ra. Un material puede ser mas blando que otro y además mas
quebradizo. El criterio importante en la presente invención
es la tenacidad del modificador con respecto a la del poli-
siloxano. Cuando el modificador es mas tenaz que un adheren-
te al polisiloxano, las grietas que se forman en el polisi-
loxano tienden a ser detenidas por las partículas del modi-
ficador, que tambien tienden a absorber las tensiones. La
25 tenacidad es la tendencia a resistir la formación y propaga-
ción y de grietas y puede definirse como la propiedad de
absorber energia antes de que se produzca una fractura. En
cuerpos consolidados, no en revestimientos, se representa
normalmente por el area comprendida bajo una curva de ten-
sión-deformación. La tenacidad implica, tanto ductilidad,
30

1 como resistencia y es, por tanto, lo contrario de los para-
metros combinados de fragilidad y falta de resistencia.
Aunque el concepto de tenacidad se encuentra, normalmente,
en las artes y ciencias de los materiales consolidados, ta-
5 les como barras o láminas metálicas, dicho concepto también
resulta útil para la comprensión del comportamiento de re-
vestimientos, particularmente en el contexto de la presente
invención.

10 Para determinar la tenacidad relativa de un mate-
rial pueden utilizarse varias pruebas. Las pruebas más im-
portantes para los propósitos de la presente invención son
aquellas que permiten conocer el grado relativo de tenaci-
dad de un revestimiento. Según esto, una prueba adecuada
sería la formación de un revestimiento del material a pro-
bar sobre un sustrato que puede disolverse sin dañar el re-
15 vestimiento, y entonces obtener una curva tensión-deformación
mediante una prueba de tensión sobre el revestimiento solo.
Por ejemplo, puede formarse un revestimiento de polisiloxa-
no sobre aluminio y luego disolver el aluminio, quedando,
de esta forma, una película de polisiloxano. Los materiales
que no forman fácilmente revestimientos pueden prepararse
20 mediante varias técnicas, tales como polimerizar "in situ"
para formar el revestimiento o utilizar agentes coalescentes
fugitivos que pueden quemarse o vaporizarse.

25 Las cantidades óptimas de modificador dependen de
la naturaleza y del tamaño de la partícula del material.
Por ejemplo, las composiciones para revestimiento de esta
invención que contienen sulfuro de polifenileno y que han
sido molidas durante mucho tiempo, teniendo, por tanto, pe-
queños tamaños de partícula, tienen una capacidad para evi-
tar el agrietamiento equivalente a la de otras composiciones
similares con mayores cantidades de sulfuro de polifenile-
30 no que han sido molidas durante tiempos más cortos y tienen,

1 por tanto, mayores tamaños de partícula.

Al contrario que los modificadores de la presente invención, los polvos metálicos, los materiales tenaces pero resbaladizos y no adherentes, tales como las resinas fluorocarbonadas, incluidos el politetrafluoroetileno y los
5 polímeros etileno propileno perfluorados, y los materiales adherentes pero relativamente frágiles, tales como los pigmentos a base de óxidos, grafito y carbón negro, generalmente no permiten la producción de revestimientos de polisiloxano, duraderos y resistentes al agrietamiento, de espesores mayores de $25\mu\text{m}$, aproximadamente. Posiblemente, un material a base de partículas formando multicapas que tuviese una tenacidad y fricción adecuadas en el exterior y menores en el interior podría alcanzar los requerimientos de esta invención.

15 El sulfuro de poliarileno preferido en esta invención es el sulfuro de polifenileno, tal como se describe en la Patente de los EE.UU. 3.487.454 (Oates y col. 1969). El sulfuro de polifenileno puede obtenerse comercialmente con el nombre de "Ryton"V-1 de la compañía Phillips Petroleum.

20 Las sulfonas de poliarileno utilizadas con la invención incluyen "Astrel" 360 fabricada por Minnesota Mining and Manufacturing Company y otros productos de la Union Carbide Corporation y la ICI Ltd., tal como se describe en la Patente de los EE.UU. 3.981.945 (Atwood y col., 1976).

25 La resina de poliamida-imida utilizada con la invención es, preferiblemente, un ácido poliamico parcialmente imidizado, tal como la resina AI 10, que puede obtenerse de Amoco. Otros ácidos poliamicos relacionados, parcial o totalmente imidizados, que también resultan adecuados, así como los métodos para su preparación se describen en la Patente de los EE.UU. 3.179.634 (Edwards, 1965).

30

1 El ácido poliparahidroxí benzoico preferido pa-
ra ser utilizado con la invención puede conseguirse, con el
nombre de "Ekonol" 6000, de la Carborundum Company. La Pa-
tente de los EE.UU. 3.974.250 (Cottis y col. 1976) descri-
5 be composiciones relacionadas.

Mejor modo

En la práctica de esta invención pueden utili-
zarse varias resinas de polisiloxano. Los ejemplos ilus-
tran las reivindicaciones. Los distintos tipos de resina
10 de polisiloxano que se utilizan se identifican por las de-
signaciones de producto bajo las cuales los venden la Dow
Corning Corporation y la General Electric Company con las
letras clave DC y SR, respectivamente.

El pigmento de dióxido de titanio que se ha uti-
lizado en los ejemplos es el "Ti-pure" 900 y lo vende la
15 Du Pont Company; la alumina es "reactive Alumina" A-15 SG
y la vende Alcoa; el negro canal es "Indo-Tex" CB, que es
vendido por Sid-Richardson Company; y el óxido de hierro es
óxido de hierro rojo R-2200 vendido por Pfizer Inc.

En los ejemplos siguientes los materiales que se
indican fueron mezclados y molidos durante 24 horas, dando
20 lugar a un tamaño medio de partícula del modificador, gene-
ralmente del orden de $2-3\mu\text{m}$. Después de molidas, las par-
tículas suelen estar redondeadas y tienen un tamaño bastan-
te uniforme. Las formulaciones resultantes se filtran a
través de un tamiz de malla 100 (según el Standard de los
25 EE.UU. sobre tamaño de tamices) y se aplican sobre sustra-
tos de aluminio pulidos con arena para formar una pellicu-
la seca de $25-50\mu\text{m}$. Los sustratos revestidos se secan al
aire y luego se colocan en un horno a 425°C (800°F) hasta
que la temperatura del metal alcanza los 425°C (800°F).

1 Aplicación industrial

5 En todos los ejemplos siguientes, los revestimientos tuvieron un aspecto satisfactorio. No se cuartearon ni se formaron grietas y pudieron usarse satisfactoriamente en recipientes para cocinar, demostrando una duración sustancial. En los ejemplos, todas las partes porcentajes y proporciones se dan en peso.

10 Como alternativa a los procedimientos de los ejemplos, y preferiblemente para revestimientos de mayores grosores, el revestimiento secado al aire puede precalentarse a 150-205°C (300-400°F) durante un tiempo adecuado para ayudar a prevenir la formación, en grado significativo, de espumas y burbujas, a las temperaturas mas elevadas del calentamiento definitivo. Los revestimientos deben calentarse a temperaturas adecuadas y durante tiempos convenientes para que se condensen las resinas de polisiloxano utilizadas. Normalmente debe calentarse a temperaturas comprendidas en el intervalo de 205-480°C(400-900°F), y preferiblemente a 370-425°C(700-800°F). Las temperaturas y tiempos que se utilizan dependen de la naturaleza del polisiloxano, tal como conocen los expertos. Sin embargo, para que la manufactura sea rápida, las temperaturas de calentamiento se eligen suficientemente elevadas para que el tiempo necesario sea lo menor posible, tal como, por ejemplo, hasta 5 minutos. Si los revestimientos contienen sulfuro de polifenileno y se pretende que para su uso estén en contacto con la comida, la temperatura de calentamiento debería ser superior a 370°C (700°F). También pueden formarse revestimientos mas gruesos por superposición de varias capas. En este caso, es preferible precalentar cada capa antes de aplicar la capa siguiente. Los revestimientos de esta invención se aplican, generalmente y preferiblemente, sobre la superficie del metal, no obstante, también pueden utilizarse

15

20

25

30

1 tratamientos de superficie e imprimaciones.

Ejemplo 1

	Polimetilfenilsiloxano	
5	XR-6-2230(Dow Corning)	29,25
	Xileno	2,81
	Acetato de butilo	25,53
	Acetato de celosolve	14,51
	Metil isobutil cetona	6,26
	Octoato de zinc al 8% en nafta VMP	1,83
10	Silicona fluida DC-200	0,21
	Pigmento de dióxido de titanio	7,11
	Pigmento de alumina	7,33
	Sulfuro de polifenileno	
	"Ryton"V-1	5,16
15		100,00

Ejemplo 2

Lo mismo que el Ejemplo 1, excepto:

	Pigmento de dióxido de titanio	6,11
20	Sulfuro de polifenileno	0,00
	Sulfona de poliarileno	
	"Astrel" 360	4,61

Ejemplo 3

Lo mismo que el Ejemplo 1, excepto:

25	Sulfuro de polifenileno	0,00
	Resina de Poliamida-imida AI 10	5,16

Ejemplo 4

Lo mismo que el Ejemplo 1, excepto:

30	Sulfuro de polifenileno	0,00
	Acido poliparahidroxibenzoico	
	"Ekonol" 6000	5,16

		<u>Ejemplos 13-16</u>			
		<u>13</u>	<u>14</u>	<u>15</u>	<u>16</u>
1	Polimetilfenil-				
	siloxano				
5	XR-6-2230	28,99	29,36	30,41	29,25
	Xileno	2,79	2,82	2,92	2,81
	Acetato de butilo	25,53	25,62	26,54	25,53
	Acetato de celosolve	14,39	14,56	15,08	14,51
	Metil isobutil				
	cetona	6,26	6,28	6,51	6,26
10	Octoato de zinc				
	al 8% en nafta VMP	1,45	1,47	1,52	1,83
	Silicona fluida				
	DC-200	0,21	0,21	0,22	---
	Pigmento de alumina	9,35	10,36	10,73	6,00
15	Talco micronizado	---	---	---	3,56
	Sulfuro de				
	polifenileno				
	"Ryton" V-1	5,12	5,18	5,37	5,16
	Pigmento de dióxido				
	de titanio	---	---	---	7,11
20	Negro canal	1,23	4,14	0,09	---
	Oxido de hierro	4,94	---	---	---
	Pigmento de mica				
	revestido con				
	pigmento de TiO ₂				
25	"Afflair" NF 152D				
	(Du Pont)	---	---	0,61	---
30					

1

Ejemplo 17

	Xileno	61,58
	Acetato de n-butilo	559,57
	Acetato de celosolve	318,03
5	Metil isobutil cetona	137,22
	Octoato de zinc al 8% en nafta VMP	73,2
	Resina de silicona XR-6-2230	1206,0
	Pigmento de dióxido de titanio	285,6
	Pigmento de alumina	294,4
10	Sulfuro de polifenileno "Ryton" V-1	207,2

Ejemplo 18

	Dispersión PTFE en agua con 60% de sólidos-	
15	T30 (Du Pont)	26,0
	Etilenglicol	26,0

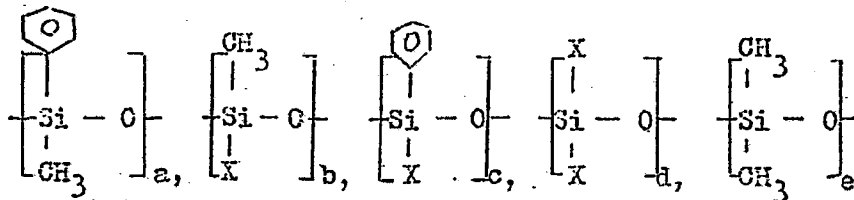
Añadir esta composición a la composición del Ejemplo 17 y moler durante 15 minutos.

En resumen la Patente de Invención que se solicita
20 deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1.- Un procedimiento para la preparación de una
composición de revestimiento basada en un precondensado
formador de resina de polisiloxano y 5-30% en peso, aproxi-
25 madamente, de un modificador orgánico en forma de partícu-
las, medido como porcentaje del peso combinado del precon-
densado y del modificador, donde el precondensado tiene
una o más de las unidades

30



donde X es un grupo funcional que admite un entramado por su sitio y a, b, c, d y e son de una magnitud tal y están en proporciones tales, que proporcionan a la resina un grado de sustitución, medido como la razón de grupos fenilo mas grupos metilo a átomos de silicio de, al menos, 1,0, aproximadamente, y una razón de grupos fenilo a átomos de silicio de, al menos, 0,3, aproximadamente, y

10

donde el modificador tiene un tamaño medio de partícula comprendido en el intervalo de 0,1-15 μ m, y donde el modificador es más tenaz que el revestimiento entramado hecho a partir de una composición de revestimiento y el modificador tienen un coeficiente de fricción estático contra la resina de polisiloxano más alto que el politetrafluoroetileno, cuyo procedimiento comprende:

15

20 a) Preparar el precondensado formador de resina de polisiloxano por reacción de hidrólisis de las proporciones deseadas de dimetildiclorosilano, notilfenildiclorosilano y, a veces, dimetildriclorosilano para dar, generalmente estructuras cíclicas que se someten a reacción de polimerización

25 con ácidos o bases para dar lugar al precondensado formador de resinas;

b) Combinar el precondensado con un 5-30% en peso, aproximadamente, de un modificador orgánico en forma de partículas.

1 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde X es el grupo hidroxilo, y el contenido de hidroxilos, unidos a silicio es de, al menos 3%, aproximadamente, basado en el peso del precondensado.

5 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el contenido de hidroxilos unidos a silicio es de, al menos 4% aproximadamente.

10 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el modificador es seleccionado del grupo formado por sulfuro de poliarileno, sulfona de poliarileno, poliamida-imida y ácido poliparahidroxibenzoico.

5. Un procedimiento según la reivindicación 4, donde el modificador es sulfuro de poliarileno.

15 6. Un procedimiento según la reivindicación 5, donde el sulfuro de poliarileno es sulfuro de polifenileno.

7. Un procedimiento según la reivindicación 4, donde el modificador es sulfona de poliarileno.

8. Un procedimiento según la reivindicación 4, donde el modificador es poliamida-imida.

20 9. Un procedimiento según la reivindicación 4, donde el modificador es ácido poliparahidroxibenzoico.

10. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el tamaño medio de partícula del modificador está comprendido en el intervalo de 0,5-5 μ m.

25 11. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la cantidad del modificador está comprendida en el intervalo de 10-20% aproximadamente.

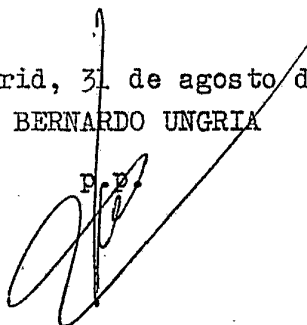
12. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde X es un grupo hidroxilo, teniendo un contenido de hidro-

1 sado en el peso del precondensado, el tamaño medio de la partícula del modificador está comprendido en el intervalo de 0,5-5 μ m y la cantidad del modificador está comprendida en el intervalo de 10-20% aproximadamente.

5 13. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
por UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO.

10 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintidos páginas mecanografiadas.

Madrid, 31 de agosto de 1.978
BERNARDO UNGRIA

15 

15

20

25

30