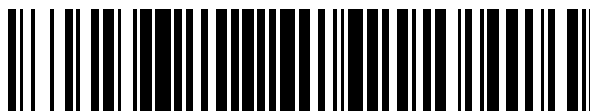


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 389 296**

51 Int. Cl.:

C09D 7/12 (2006.01)

C08K 9/06 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

C08K 3/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03718128 .6**

96 Fecha de presentación: **31.03.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1492845**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.01.2005**

54 Título: **Revestimientos cargados con mineral que tienen una resistencia a la abrasión y conservación de la transparencia mejoradas y procedimientos para el uso de los mismos**

30 Prioridad:
10.04.2002 US 120217
17.10.2002 US 272704

45 Fecha de publicación de la mención BOP: **25.10.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente: **25.10.2012**

73 Titular/es:
PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (100.0%)
3800 WEST 143RD STREET
CLEVELAND, OH 44111, US

72 Inventor/es:
PERRINE, M. LISA;
DEAN, ROY E. y
GANSMAN, WILLIAM B.

74 Agente/Representante:
VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 389 296 T3

DESCRIPCIÓN

Revestimientos cargados con mineral que tienen una resistencia a la abrasión y conservación de la transparencia mejoradas y procedimientos para el uso de los mismos

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a composiciones de revestimiento que proporcionan una resistencia a la abrasión y conservación de la transparencia mejoradas, y a procedimientos para usar los mismos. Más específicamente, la resistencia a la abrasión y conservación de la transparencia mejoradas se consiguen añadiendo una combinación de alúmina y sílice a un revestimiento.

Antecedentes de la invención

- 10 Los revestimientos para suelo, tales como suelos de madera y vinilo, están sometidos a desgaste por el tránsito de pies y contacto con objetos pesados. Por ello, la resistencia a la abrasión es una propiedad particularmente deseada en un revestimiento para suelo. La resistencia a la contaminación o manchado provocada por una diversidad de fuentes también es deseable. Para proporcionar estas características deseadas, una o más capas de sellantes y/o revestimientos protectores se aplican típicamente al suelo. Por ejemplo, puede aplicarse una capa resistente a la abrasión que tiene partículas duras que confieren resistencia a la abrasión. A menudo, cuando esta capa y partículas experimentan desgaste, ocurre un blanqueamiento o deslustrado de la capa. De esta manera, se desean capas resistentes a la abrasión que tienen una conservación de la transparencia mejorada. El documento US 4.224.480 desvela una composición de revestimiento que comprende partículas de alúmina tratadas con silano, opcionalmente en combinación con partículas de sílice.

Sumario de la invención

- 20 La presente invención se refiere a una composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 1. La alúmina se ha tratado o modificado con un organosilano, como se describe adicionalmente en el presente documento; la sílice puede estar modificada o no modificada. Las partículas típicamente se dispersan en un material de revestimiento adecuado para su uso con el suelo.
- 25 Sorprendentemente se ha descubierto que el uso de la combinación de partículas descritas en el presente documento proporciona un revestimiento que tiene una resistencia a la abrasión vista solo típicamente con revestimientos en los que se añaden niveles mucho mayores de partículas. La "resistencia al desgaste" y la "resistencia a la abrasión", usadas de forma intercambiable en el presente documento, se refieren a la capacidad de un material de resistir el desplazamiento tras la exposición a un movimiento relativo contra partículas duras o protuberancias. El desplazamiento normalmente se observa visualmente como una retirada del material de revestimiento exponiendo de esta manera la superficie subyacente. La resistencia al desgaste puede determinarse a través de una diversidad de ensayos conocidos en la técnica, tales como un ensayo de abrasión de Taber, un ensayo de lavado de Gardner, un ensayo con caída de arena y similares. Se ha descubierto adicionalmente que las presentes composiciones tienen una excelente conservación de la transparencia. Que tal conservación de la transparencia pueda conseguirse sin sacrificar la resistencia a la abrasión es un resultado sorprendente.

- Mediante los presentes revestimientos se ofrece un número de ventajas. Debido a que el porcentaje en peso de carga puede disminuirse drásticamente, los revestimientos que resultan de las presentes composiciones tienen una turbidez mucho menor que los revestimientos que tienen porcentajes en peso de partículas mayores. Esta transparencia se mantiene incluso aunque la capa se desgaste. Esto es particularmente pertinente para revestimientos de suelo de madera, en los que se desea la visibilidad del grano natural de la madera. Además, debido a que menos cantidad de formulación está comprendida por partículas minerales, pueden añadirse mayores cantidades de otros componentes mejoradores del rendimiento al revestimiento. Por ejemplo, puede añadirse más aglutinante para dar a la película curada una resistencia al ranurado mejorada, adhesión mejorada y similares; pueden añadirse también más aditivos que contribuyen a las propiedades en húmedo del revestimiento deseables, tales como viscosidad y características de flujo. Todo esto se consigue sin sacrificar la resistencia a la abrasión de los revestimientos.

Breve descripción de los dibujos

- La Figura 1 ilustra la modificación de una partícula de sílice con metacrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo.
 La Figura 2 ilustra la modificación de una partícula de alúmina con metacrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo.
 50 La Figura 3 ilustra la interacción entre moléculas de silano sobre la superficie de una partícula de alúmina modificada.
 La Figura 4 ilustra la interacción entre las partículas de sílice modificadas, una partícula de alúmina modificada y una composición de aglutinante.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a una composición de revestimiento que comprende un aglutinante y una mezcla de alúmina modificada y sílice modificada o no modificada como se ha definido anteriormente. La modificación se efectúa mediante el uso de un silano, como se analizará adicionalmente más adelante.

- 5 El óxido de aluminio ("alúmina") puede usarse en cualquiera de sus formas, tal como alúmina alfa, beta, gamma, delta, theta, tabular y similares, y puede ser pirógena o calcinada. La alfa alúmina es particularmente adecuada. El tamaño de partícula medio de la alúmina típicamente variará entre aproximadamente 1 y 40 micrómetros. En una realización, el tamaño de partícula medio es entre 17 y 25 micrómetros, y en otra realización es de aproximadamente 3 micrómetros. Típicamente, el tamaño de partícula medio de la alúmina será aproximadamente igual que el espesor de la capa de revestimiento depositada desde la composición de revestimiento a la que se añade. Las alúminas procesadas mediante sol-gel, tales como aquellas descritas en el documento WO 00/52105, pueden usarse también.

- 15 Los productos de alúmina adecuados, incluyendo aquellos que se tratan con silano, están ampliamente disponibles en el mercado. Por ejemplo, el polvo de lapear de precisión de óxido de aluminio está disponible en Micro Abrasives Corporation en su línea de productos "WCA"; esta alúmina está caracterizada por partículas con forma de plaquita, siendo cada partícula una cristallita individual. El producto está disponible en un número de diferentes tamaños de partícula medios. Por ejemplo, WCA 25 tiene un tamaño de partícula medio de 17 micrómetros. La alúmina tabular también está disponible en Alcoa como T64-20. DURALUM special white es una alúmina pirógena que tiene una forma de bloques irregulares suministrada por Washington Mills Electro Minerals Company, y también viene en una diversidad de tamaños, incluyendo DURALUM 320 (tamaño de partícula medio 29 micrómetros), DURALUM 400 (tamaño de partícula medio 17 micrómetros) y DURALUM 400SK (tamaño de partícula medio aproximadamente 18 micrómetros).

- 25 Análogamente, puede usarse cualquier clase de sílice en la presente invención, incluyendo sílice en su forma cristalina, amorfa o precipitada. La sílice amorfa altamente dispersada es especialmente adecuada, tal como diversos productos de sílice fabricados por Degussa, Alemania. Estos incluyen ULTRASIL VN3, una sílice sintética precipitada que tiene un área superficial de 136 m²/g, una superficie porosa y tamaño de partícula medio de 1 micrómetro y AEROSIL OX50, una sílice pirógena que tiene un área superficial de 50 m²/g. DK100, una sílice sintética amorfa que tiene un área superficial de 100 m²/g, un tamaño de partícula medio de 25 a 30 nanómetros ("nm") y una superficie no porosa es adecuada, y es fabricada por Kalush, una planta experimental para el Institute of Surface Chemistry, Ucrania. Estas sílices nanoparticuladas típicamente tendrán un tamaño de partícula medio entre aproximadamente 4 y 60 nanómetros, un tamaño de partícula medio de 27 nanómetros +/- 3 nm es particularmente adecuado. Para las nanopartículas, un área superficial menor (es decir, 50 m²/g) a menudo es más adecuada, puesto que aumentará la viscosidad menos que las nanopartículas que tienen una mayor área superficial. Las partículas de sílice microdimensionadas que varían de 1 a 5 micrómetros también pueden usarse de acuerdo con la presente invención, incluyendo SYLOID 378 (tamaño de partícula medio 3 micrómetros), una sílice sintética amorfa disponible en el mercado en Grace Division, W.R. Grace, y GORESIL, una sílice cristalina (tamaño de partícula medio 2 micrómetros) disponible en el mercado en CED Process Minerals, Inc.

- 40 Muchos productos de sílice y alúmina disponibles en el mercado se tratan o modifican por el fabricante antes de comercializarlos. Este tratamiento puede incluir, por ejemplo, un tratamiento con silano como se describe de forma general a continuación. En una realización, la alúmina y/o sílice usada en el presente documento no son tratadas por el fabricante, sino que en lugar de ello se obtienen en forma no tratada y tratada como se describe adicionalmente más adelante. Si se desea, las partículas tratadas por el suministrador pueden usarse además de o en lugar de las partículas tratadas como se describe más adelante.

- 45 La alúmina y opcionalmente la sílice, usadas en una realización de la presente invención se modifica o trata con un compuesto de organosilano. Los silanos adecuados están representados por la Fórmula 1:



- 50 en la que R es un hidrocarburo o resto sustituido con heteroátomo tal como alquilo, alquilo sustituido incluyendo resto alquilo heterosustituido que tiene de 1 a 30 carbonos, tal como 1 o 2 carbonos. Los ejemplos de heteroátomos incluyen oxígeno, nitrógeno, fósforo, azufre, halógenos tales como cloro y silicio. R' es un sustituyente orgánico que mejora la compatibilidad entre la partícula y el aglutinante. La compatibilidad con el aglutinante puede determinarse, por ejemplo, mediante la transparencia del aglutinante cargado, pudiendo indicar la ausencia de transparencia una baja compatibilidad. La compatibilidad puede determinarse también por cualquier técnica analítica tal como microscopía electrónica de exploración; la presencia de intersticios entre las partículas también indicará una mayor compatibilidad. La mayor compatibilidad también dará como resultado una resistencia a la abrasión Taber. Las muestras pueden prepararse tanto con partículas modificadas como no modificadas y la transparencia, presencia de intersticios y/o sedimentación pueden evaluarse para determinar si la modificación ha hecho a las partículas más compatibles.

El resto R' puede ser funcional o no funcional, es decir, con o sin un grupo químico funcional que puede reaccionar durante el procedimiento de curado. Por ejemplo, R' puede tener instauración vinilo, tal como un grupo (met)acriloxi que puede reaccionar tras exposición a radiación (luz actínica o haz de electrones). Como alternativa, R' puede carecer de dicho grupo, tal como cuando se usa un alquiltrialcxisilano. R' es típicamente un grupo seleccionado entre hidrocarburo e hidrocarburo sustituido con heteroátomo, tal como alquilo, alquilo sustituido incluyendo alquilo heterosustituido. Los ejemplos de heteroátomos son oxígeno, nitrógeno, azufre, fósforo, halógenos tales como cloro y silicio. Los ejemplos no limitantes de grupos R' adecuados incluyen N-(β-aminoetil)-β-aminoetil; N-(β-aminoetil)-γ-aminopropilo; N-(γ-aminopropil)-γ-aminopropilo; N-(γ-aminopropil)-β-aminoetil; metilo; etilo; propilo; butilo; pentilo; hexilos y otros alquilos superiores; ciclopentilo; ciclohexilo; cicloalquilo alquilado; vinilo; β-acriloxietilo; γ-acriloxipropilo; β-metacriloxietilo; γ-metacriloxipropilo; β-glicidoxietilo; γ-glicidoxipropilo; β-glicidoxipropilo; y similares.

Los compuestos de silano adecuados dentro de la Fórmula 1 son: viniltrimetoxisilano; viniltriethoxisilano; vinil-tris(β-metoxietoxi)silano; gamma-metacriloxipropiltrimetoxisilano; beta-(3,4-epoxiciclohexil)-etiltrimetoxisilano; gamma-glicidoxipropil-trimetoxisilano; gammaaminopropiltriethoxisilano; N-beta-(aminoetil)-gamma-aminopropiltrimetoxisilano; isocianato-propiltrialcxisilano; cianoetil-trialcxisilano; 3-(trialcxisilil)-metil éster del ácido propanoico; trialcoxi[3-(oxiranilalcoxi)propil]-silano; 2-metil-3-(trialcxisilil)propil éster del ácido 2-propanoico; [3-(trialcxisilil)propil]urea; gamma-ureidopropiltriethoxisilano; gamma-cloropropiltrimetoxisilano; gammacloropropilmetiltrimetoxisilano; 1,2-etanodilbis[alcoxidimetil]silano; dialcoxi-metilfenilsilano; cianopropildimetil-alcoxisilano; clorometildimetilalcoxi silano; gamma-mercaptopropil-trimetoxisilano; monoclorhidrato de N-β-(N-vinilbencil-amino)etil-γ-aminopropiltrimetoxisilano; alquiltriethoxi silanos que tienen de 1 a 20 carbonos y mezclas de los mismos. Los compuestos de silano particularmente adecuados incluyen 3-(trialcxisilil)alquil(met)acrilatos, especialmente aquellos en los que el grupo alcoxi tiene un carbono y el grupo alquilo tiene tres carbonos. "(Met)acrilato", y variaciones del mismo, se usa para hacer referencia tanto a metacrilato como acrilato, cuyo uso es convencional en la técnica.

La sílice puede tratarse con el mismo silano que la alúmina, o puede tratarse con un silano diferente dentro de la Fórmula 1. Puede introducirse menos turbidez a la composición cuando las partículas de sílice están tratadas. Como alternativa, la sílice puede dejarse sin tratar para su uso en la presente invención. Además, la sílice a menudo es tratada por el fabricante para cambiar las características superficiales de la sílice, tal como alterando la hidrofobicidad, para compatibilizar o funcionalizar la sílice (de manera que pueda reaccionar con un aglutinante de pintura particular, por ejemplo) o para ayudar a controlar (normalmente minimizar) el aumento de viscosidad observado al añadir sílice al revestimiento. Tales sílices pueden usarse también de acuerdo con la presente invención.

Aunque se cree que bajo ciertos parámetros de temperatura, descritos más adelante, el silano realmente reacciona con los grupos hidroxilo en la superficie de las partículas, los inventores no desean quedar ligados a este mecanismo. Es posible que algunos de los silanos puedan formar meramente un revestimiento o revestimiento parcial sobre las partículas, tal como por quimisorción, en lugar de reaccionar con el silanol. "Tratamiento", "modificación" y variantes de los mismos como se usan en el presente documento se refieren a la interacción entre las partículas y el silano sin considerar el mecanismo de esta interacción, es decir, reacción, quimisorción o una combinación de ambas. Como resultado del tratamiento de las partículas con el silano, las partículas se hacen más compatibles con el soporte en el que están situadas. Como tal, las presentes composiciones tienen mayor estabilidad y menor sedimentación que las composiciones con partículas que no tienen los restos silano de cadena relativamente larga de la presente invención.

En una realización particular, el resto silano se selecciona de manera que tiene uno o más grupos funcionales que reaccionarán con el soporte o aglutinante en el que está situada la partícula. Por ejemplo, el silano puede tener un grupo (met)acriloxi que reaccionarán con un aglutinante de uretano curable por radiación.

Las partículas modificadas con silano de la presente invención pueden prepararse por cualquier procedimiento conocido para asociar una composición de silano con partículas abrasivas que contienen hidróxido metálico en la superficie. En un procedimiento, las composiciones de silano pueden disolverse en un disolvente, tal como agua, y pulverizarse sobre la superficies de partículas abrasivas, que después se secan para producir partículas abrasivas modificadas con silano. Una vez secas, las partículas abrasivas modificadas con silano pueden incorporarse en una dispersión. Como alternativa, las partículas modificadas pueden prepararse combinando las partículas con un disolvente, tal como agua, y dispersando mecánicamente los abrasivos en el disolvente. Una vez que las partículas abrasivas se han dispersado en el disolvente, se añade una composición de silano para producir partículas modificadas con silano donde el silano se enlaza al hidróxido metálico de la superficie de la partícula, tal como a través de enlaces de hidrógeno. Las partículas modificadas pueden separarse de la solución de tratamiento y secarse, o la dispersión puede usarse directamente en la composición de revestimiento.

Los procedimientos particularmente adecuados para modificar las partículas de la presente invención se describen en la sección de Ejemplos a continuación. Generalmente, la sílice puede tratarse fluidizando la sílice en un reactor purgado con aire seco, calentando la sílice a una temperatura de entre 80 °C y 200 °C, tal como entre 80 °C y 150 °C o entre 90 °C y 95 °C y añadiendo el silano gota a gota. La alúmina puede modificarse a través de un procedimiento en fase líquida en el que la alúmina se suspende en alcohol; el silano se añade a la suspensión para formar una pasta, que puede secarse al aire y/o secarse con tratamiento. Con las partículas de alúmina, la cantidad de silano varía del 0,5 al 10 por ciento en peso de silano hasta el 99,5 al 90 por ciento en peso de partículas basado en el

peso total de silano y partícula. Con las partículas de sílice, la cantidad de silano y partícula usadas puede variar del 0,5 al 10 por ciento en peso de silano al 99,5 al 90 por ciento en peso de partículas basado en el peso total de silano y partícula. En una realización, se usa más del 1 por ciento en peso de silano; en otra realización, se usa menos del 1 por ciento. En otra realización más, la cantidad de silano usada es hasta el 10 por ciento en peso. Aumentar el porcentaje de silano usado para modificar las partículas de alúmina puede mejorar la resistencia al desgaste del revestimiento en algunas realizaciones, aunque esto mismo generalmente no se observa con las partículas de sílice. Típicamente, la proporción en peso de alúmina a silano es entre 200 a 1 y 10 a 1, tal como de 50 a 1.

La interacción entre la sílice y el silano se representa en la Figura 1, en la que la sílice 2 se trata con 3-(trimetoxisilil)propilmetacrilato 4 para dar como resultado una partícula 6 de sílice tratada. Un esquema similar se representa en la Figura 2, en la que una partícula 8 de alúmina se trata con 3-(trimetoxisilil)propilmetacrilato 4 para producir las partículas de alúmina usadas en la presente invención 10. La Figura 3 representa una partícula 10 de alúmina que se ha hecho reaccionar con silano 4 adicional y agua para producir partículas 14 en las que los restos silano interaccionan entre sí. Los silanos se han condensado (parcialmente) a los siloxanos. Los trialcóxidos se hidrolizan en agua para dar los silanoles correspondientes. Los silanoles pueden condensar después a siloxanos.

La composición de revestimiento de la presente invención, además de las partículas descritas anteriormente, incluye adicionalmente un material aglutinante usado típicamente en la técnica para tales revestimientos. Los ejemplos incluyen uretanos, acrílicos, melaminas, cloruros de polivinilo, poliolefinas y similares. Los uretanos son particularmente adecuados para su uso en la presente invención, especialmente aquellos que pueden experimentar curado por radiación, tal como mediante exposición a radiación UV o radiación por haz de electrones. Como se ha indicado anteriormente, el silano puede seleccionarse para que interactúe con el aglutinante elegido; por ejemplo, las partículas preparadas como se representa en las Figuras 1 y 2 interactuarán con los grupos funcionales en una resina de uretano. El uretano puede modificarse con una funcionalidad acrilato o metacrilato, por medios convencionales en la técnica. Esta interacción de las partículas 10 de alúmina modificada, partículas 6 de sílice modificada y (met)acrilato de uretano 16 se representa en la Figura 4. Un número de otros aglutinantes oligoméricos y funcionalidades puede usarse también, así como sistemas de curado por radicales libres o mecanismos de curado catiónico, todos los cuales serán familiares para los expertos en la materia.

De esta manera, en una realización de la invención, la composición de revestimiento reticula tras exposición a radiación ultravioleta para producir una película transparente. Puede emplearse cualquier fuente adecuada de luz ultravioleta que tenga una longitud de onda que varía de aproximadamente 180 a aproximadamente 400 nanómetros. Las longitudes de onda particulares pueden ser especialmente adecuadas, dependiendo del fotoiniciador usado. Las fuentes adecuadas de luz ultravioleta están ampliamente disponibles e incluyen, por ejemplo, arcos de mercurio, arcos de carbono, lámparas de mercurio de baja presión, lámparas de media presión, lámparas de mercurio de alta presión, arcos de plasma de flujo turbulento y diodos emisores de luz ultravioleta.

Cuando la luz UV se usa para curar las composiciones de la invención, las composiciones típicamente contienen del 0,1 al 5,0 por ciento, basado en sólidos, de un iniciador de fotopolimerización (y/o un sensibilizador de fotopolimerización). Los fotoiniciadores y fotosensibilizadores generalmente se conocen en la técnica. Los ejemplos de fotoiniciadores incluyen isobutil benzoin éter, mezclas de isómeros de butilo de butil benzoin éter, α,α -dietoxiacetofenona, y α,α -dimetoxi- α -fenilacetofenona. Los ejemplos de fotosensibilizadores incluyen benzofenona, antraquinona, tioxantona y óxidos de fosfina. Otros ejemplos de fotoiniciadores y fotosensibilizadores pueden encontrarse en la Patente de Estados Unidos N° 4.017.652 incorporada por referencia en el presente documento. Los estabilizadores UV pueden añadirse también incluyendo benzotriazoles, hidrofénil triazinas y estabilizadores de luz de amina con impedimentos, por ejemplo aquellos disponibles en el mercado de Ciba Specialty Chemicals en su línea TINUVIN.

Otros aditivos usados convencionalmente en la técnica pueden usarse también en las presentes composiciones. Estos incluyen disolventes orgánicos tales como ésteres, por ejemplo, acetato de n-butilo, acetato de etilo y acetato de isobutilo; alcoholes de éter tales como monoetiléter de etilenglicol, monobutiléter de etilenglicol, monometiléter de propilenglicol, monoetiléter de dipropilenglicol, monoetiléter acetato de propilenglicol, monoetiléter acetato de etilenglicol, monoetiléter acetato de dipropilenglicol y monoetiléter acetato de dietilenglicol; cetonas tales como metil etil cetona, metil n-butil cetona y metilisobutil cetona; alcoholes inferiores que contienen de 2 a 4 átomos de carbono tales como etanol, propanol, isopropanol y butanol; hidrocarburos aromáticos tales como xileno, tolueno y nafta. Pueden usarse también otros aditivos, incluyendo modificadores de la reología, aditivos de flujo, desaireadores, aditivos de control de brillo, diluyentes, etc.

Se apreciará que las presentes composiciones no están limitadas a aquellas en las que está presente un aglutinante curable por UV. Por ejemplo, los uretanos curables por humedad, alquidos secados al aire, alquidos catalizados, epoxi aminas e hidroxisocianatos curados a temperatura ambiente, epoxi-ácidos curables por calor, hidroxilaminoplastos así como otros compuestos químicos de curado por aminoplastos, lacas tales como lacas acrílicas o de poliéster o dispersiones pueden usarse todos de acuerdo con la presente invención. Los aglutinantes pueden estar basados en disolvente o basados en agua.

Una cantidad de la combinación de partícula alúmina/sílice como se ha definido anteriormente se añade a las presentes composiciones para conferir el nivel deseado de resistencia a la abrasión. Por ejemplo, la presente

combinación de partículas puede usarse en una cantidad del 11 por ciento en peso o menor, tal como el 10,5 por ciento en peso, el 7 por ciento en peso o menor. De acuerdo con la presente invención, se emplea hasta el 5 por ciento en peso de alúmina y del 4 al 2 por ciento en peso de sílice. La resistencia a la abrasión de estas composiciones es comparable con la de los revestimientos que tienen un 20 por ciento en peso de alúmina no modificada; los porcentajes en peso están basados en el peso total de los revestimientos. En el caso de que la alúmina o sílice que no esté tratada de acuerdo con la presente invención se añada a las presentes composiciones, de manera que proporcione ajustes de espesamiento o la viscosidad, los porcentajes en pesos dados anteriormente no incluyen estos aditivos.

Además de la excelente resistencia a la abrasión, se ha descubierto también que las composiciones de la presente invención ofrecen una excelente conservación de la transparencia. Esto es particularmente cierto cuando las partículas de alúmina y las partículas de sílice comprenden juntas aproximadamente un 11 por ciento en peso o menos de la composición total. La "conservación de la transferencia", como se usa en el presente documento, se refiere a la capacidad de resistir la degradación del aspecto. La resistencia al desgaste puede observarse visualmente como blanqueamiento, deformación permanente, desgaste por fricción, pérdida de brillo, arañazos, etc., o puede medirse usando un dispositivo tal como un turbidímetro, medidor de brillo o similares. La conservación de la transparencia puede evaluarse, por ejemplo, erosionando una superficie y observando los cambios de aspecto en el revestimiento después de la abrasión. Por ejemplo, las muelas CS-17 montadas en un abrasímetro Taber convencional pueden usarse para erosionar la superficie de un sustrato revestido y, después, la conservación de la transparencia puede evaluarse visualmente o medirse usando algún tipo de medidor después de muchos ciclos de abrasión. Las muelas CS-17 son muelas abrasivas disponibles en Teledyne Taber y distribuidas por Byk-Gardner. Las muelas pueden cargarse con un peso adicional, si se desea. Puede usarse el Procedimiento de Ensayo Convencional ASTM D4060 Modificado para Resistencia a la Abrasión de Revestimientos Orgánicos por Abrasímetro Taber. En este ensayo, la transparencia de la abrasión se evalúa usando el siguiente procedimiento: se cortan piezas de 10,16 cm x 10,16 cm (4 pulgadas x 4 pulgadas) de una muestra de madera y se montan en soportes de muestra de ensayo de un abrasímetro de Taber Industries - Modelo 5150, que cuenta automáticamente los ciclos ensayados. Las mediciones de resistencia a la abrasión se hacen usando muelas CS-17. Se pone una carga de 1000 gramos sobre cada muela. Las tiras de CS-17 se reacondicionan frente a discos de rectificado S-11 durante 50 ciclos antes de cada ensayo de muestra. El abrasímetro Taber se activa. La conservación de transparencia del abrasivo se evalúa para las muestras después de 100 ciclos. La conservación de transparencia puede evaluarse visualmente usando un medidor que mida el aspecto, tal como un turbidímetro.

La presente invención, por lo tanto, se refiere adicionalmente a una composición de revestimiento que tiene una conservación de la transparencia promedio de menos de 54, tal como menos de 50. Se entenderá que la conservación de transparencia puede variar ligeramente de un sustrato a otro incluso cuando se usa el mismo revestimiento; "la conservación de transparencia promedio" se refiere al valor de conservación de transparencia promedio de al menos de dos paneles revestidos y ensayados de la misma manera. Los valores de conservación de transparencia proporcionados en el presente documento se determinaron todos usando muelas CS-17 con una carga de 1000 gramos, 100 ciclos, como se ha descrito anteriormente, y se presentan como el valor de turbidez de la muestra erosionada según se mide usando un turbidímetro XL-211 de Hazeguard Systems, siguiendo las instrucciones del fabricante. El "ensayo de desgaste de muela abrasiva", por lo tanto, se refiere al uso de muelas CS-17 con una carga de 1000 gramos, 100 ciclos, como se describe en el presente documento.

La presente invención se refiere adicionalmente a un procedimiento para conferir resistencia a la abrasión a un sustrato, tal como un suelo, que comprende aplicar a al menos una parte del sustrato la composición de revestimiento descrita en el presente documento. Los revestimientos de la presente invención pueden aplicarse por cualquier medio convencional, incluyendo pulverización, revestimiento mediante cortina, impregnación por inmersión, revestimiento mediante rodillo y cepillado. Cualquier sustrato puede revestirse con las presentes composiciones incluyendo, por ejemplo, suelos de madera, chapa de madera, plástico flexible incluyendo suelo de vinilo, baldosas cerámicas y similares. Los ejemplos de otros sustratos incluyen metales y plásticos rígidos tales como policarbonato y poliéster y vidrio. Los sustratos de madera y chapa de madera distintos de suelos también pueden tratarse de acuerdo con la presente invención, tal como escritorios, encimeras de mesa y similares. Para determinar si se obtiene o no una resistencia a la abrasión mejorada a partir de una combinación particular de partículas, pueden prepararse dos formulaciones con la única diferencia de que una contiene la presente combinación de partículas y la otra no. Los revestimientos pueden ensayarse para resistencia a abrasión por cualquier medio convencional en la técnica, tal como aquellos descritos en la sección de ejemplos más adelante. Los resultados de los revestimientos que contienen partículas y que no contienen partículas pueden compararse para determinar si se obtiene una resistencia a la abrasión mejorada cuando se usan las presentes partículas. Incluso una pequeña mejora en cualquiera de estos ensayos constituye una mejora de acuerdo con la invención.

Se apreciará que en el caso de suelo de madera, un número de diferentes capas pueden aplicarse al suelo, antes o después de la instalación; estas capas pueden incluir, por ejemplo, un revestimiento teñido, un sellante resistente a la abrasión, un promotor de la adhesión y una capa protectora superior. La combinación de partículas de la presente invención más típicamente está presente en el sellante resistente a la abrasión, aunque puede aparecer en cualquier capa. Por consiguiente, la presente invención se refiere adicionalmente a un suelo de madera que comprende al menos una capa de revestimiento, en la que la capa de revestimiento está formada a partir de la composición de revestimiento de la presente invención. Típicamente, tal suelo de madera tendrá dos o más capas. La película total

construida a partir de todas las capas en el suelo puede ser aproximadamente cuatro veces o menos el espesor de la capa cargada con mineral en solitario; es decir, las presentes composiciones pueden aplicarse tal como para formar una capa que sea aproximadamente el 25 por ciento o menor del espesor total de todas las capas de revestimiento. Como se usa en el presente documento, el término "polímero" se refiere a oligómeros y tanto a homopolímeros como a polímeros.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos pretenden ilustrar la invención y no deberían considerarse como limitantes de la invención de ninguna manera.

Ejemplo 1

Modificación de sílice

Diversas sílices se modificaron con 3-(trimetoxisilil)propilmetacrilato ("SiMAC"), 3-(trimetoxisilil)propilacrilato ("SiAC"), metiltrietoxisilano ("MTES") u octiltrietoxisilano ("OTES"). Veinticinco gramos de sílice se pusieron en un reactor de vidrio de un litro. El reactor se purgó con aire seco. La sílice se agitó de 500 a 600 RPM, que eran suficiente para provocar que la sílice estuviera en estado fluidizado. La temperatura del aire en el reactor se calentó hasta 90 °C. Se añadieron 1,8 gramos de SiMAC, SiAC, MTES o OTES gota a gota a una velocidad aproximada de una a dos gotas por segundo. La mezcla se mantuvo a esa temperatura durante dos horas. La mezcla después se enfrió. Las sílices usadas fueron DK100 (Kalush, tamaño de partícula promedio de 25 a 30 nm), AEROSIL OX50 (Degussa, tamaño de partícula primaria promedio 40 nm) y ULTRASIL VN3 (Degussa, tamaño de partícula promedio 1 micrómetro).

Ejemplo 2

Modificación de alúmina

Diversas muestras de alúmina se modificaron con SiMAC, SiAC, MTES o OTES. Cincuenta gramos de alúmina se agitaron en 30 ml de etanol seco, Veinte mililitros ("ml") de una solución al 5 por ciento de SiMAC, SiAC, MTES o OTES en etanol se añadieron después, con agitación. La pasta se secó durante 12 horas a temperatura ambiente y después durante 3 horas a 120 °C. Las muestras secas después se molieron. La alúmina usada incluía DURALUM 400 (Washington Mills, tamaño de partícula promedio 17 micrómetros), DURALUM 320 (Washington Mills, tamaño de partícula promedio 29 micrómetros) y WCA25 (Micro Abrasives Corporation, tamaño de partícula promedio 17 micrómetros, con forma de plaquitas).

Ejemplo 3

Una composición base ("Revestimiento A") se fabricó usando los componentes y porcentajes en peso mostrados en la Tabla 1. A algunas muestras, como se indica en las Tablas 2 y 3 a continuación, se le añadieron la alúmina modificada y sílice modificada o no modificada; las partículas modificadas se prepararon como se ha descrito en los Ejemplos 1 y 2. La alúmina se añadió al Revestimiento A usando agitación con paletas Cowles con una velocidad suficiente para crear un vórtice; la alúmina se tamizó en el revestimiento con agitación y la combinación se agitó durante varios minutos. Para aquellas muestras a las que también se había añadido sílice, ésta se tamizó también en el revestimiento y se añadió con agitación, siguiendo la agitación durante varios minutos para dispersar las partículas en el revestimiento.

Tabla 1

Descripción	Porcentaje en peso
Oligómero de acrilato de uretano ¹	46,8
Acrilato de isodecilo ²	8,3
n-Vinil 2-pirrolidona ³	10,9
Tetraacrilato de ditrimetilol propano ⁴	17,9
Diacrilato de tripropilenglicol ⁵	11,8
BYK 320 ⁶	0,1
Benzofenona ⁷	1,0
DAROCUR 1173 ⁸	2,1
CABOSIL M-5 ⁹	0,6
Acetato butirato de celulosa 551-0,2 ¹⁰	0,5

(continuación)

Descripción	Porcentaje en peso
¹ Resina de oligómero de acrilato de uretano alifático.	
² Acrilato de isodecilo, diluyente reactivo SR395 de Sartomer Company.	
³ n-Vinil-2-pirrolidona, diluyente reactivo V-pirrol/RC de ISP Technologies Inc.	
⁴ Tetraacrilato de ditrimetilolpropano, diluyente reactivo SR355 de Sartomer Company.	
⁵ Diacrilato de tripropilenglicol, diluyente reactivo SR306 de Sartomer Company.	
⁶ Byk-320, aditivo antiespumante de silicona de Byk-Chemie USA.	
⁷ Benzofenona, fotosensibilizador de Cognis Coatings and Inks.	
⁸ Darocur 1173, fotoiniciador de Ciba Specialty Chemicals Additives.	
⁹ Cabosil M-5, espesante de sílice pirógena no tratada (área superficial 200 m ² /g, residuo de malla 325 < 0,02%) de Cabot Corporation.	
¹⁰ Acetato butirato de celulosa 551-0,2, espesante de Eastman Chemical Company.	

Los revestimientos cargados con mineral se aplicaron a tableros de chapa de arce que se habían preparado como sigue. El tinte C836E35 UV (disponible en el mercado en PPG Industries, Inc.) se aplicó sobre un tablero; el exceso de tinte se retiró. El tinte se lavó de 50 °C a 60 °C durante aproximadamente 5 minutos para retirar el disolvente, y se curó por exposición a 300 mJ/cm² usando 80 W/cm con lámparas de curado UV de mercurio de presión media (parte N° 25-20008-E), disponibles en Western Quartz Products, Inc. Después se aplicaron de quince a 18 micrómetros del revestimiento C1370Z74 UV (disponible en el mercado en PPG Industries, Inc.) usando una máquina de revestimiento con rodillos Dubois. El revestimiento se curó por exposición a 325 mJ/cm² usando las lámparas descritas anteriormente. La superficie de revestimiento se rayó con arena usando una paleta SCOTCHBRITE 3M roja.

Los tableros a revestir con los revestimientos cargados con mineral se pesaron. Se aplicaron de veinte a 25 micrómetros (0,8 a 1,0 mils) del revestimiento de muestra usando una máquina de revestimiento con rodillos Dubois, y el tablero se pesó de nuevo. El peso del revestimiento de muestra aplicado se determinó, y la película construida de revestimiento se calculó, usando la siguiente ecuación:

$$\text{espesor (mils) aplicado} = \frac{509,3 \times \text{gramo de revestimiento aplicado}}{\text{densidad de revestimiento} \times \text{longitud del tablero revestido} \times \text{anchura del tablero revestido}}$$

El revestimiento se curó por exposición a 535 mJ/cm² usando las lámparas descritas anteriormente. Se aplicaron de quince a 20 micrómetros del revestimiento R1162Z74 W (disponible en el mercado en PPG Industries, Inc.) usando una máquina de revestimiento con rodillos Dubois, y el revestimiento se curó por exposición a 850 mJ/cm² usando también las lámparas descritas anteriormente.

El desgaste por abrasión por resistencia se ensayó usando el siguiente procedimiento: se cortaron piezas de 10,16 X 10,16 cm (4 X 4 pulgadas) de la muestra de madera preparada como se ha descrito anteriormente. Las piezas se montaron en soportes de muestra de un abrasímetro de Taber Industries - Modelo 5150, que cuenta automáticamente los ciclos ensayados. Las mediciones de resistencia a la abrasión se realizaron usando muelas CS-0 cubiertas con tiras abrasivas S-42, ambas disponibles en Taber Industries y Byk-Gardner. Se puso una carga de 500 gramos sobre cada muela. Las tiras S-42 eran nuevas al comienzo del ensayo de cada muestra y se reemplazaron después de cada 500 ciclos. El abrasímetro Taber se activó y la superficie de madera se controló. El ensayo se completó cuando la tira abrasiva se había desgastado a través del revestimiento hasta una exposición inicial de madera sin cubrir. El número de ciclos hasta desgaste se presenta en las Tablas 2 y 3 como ciclos promedio para desgaste por µm de revestimiento, y es el promedio de al menos dos muestras de ensayo.

Tabla 2

Muestra	Alúmina	Tratamiento	% en revestimiento	Sílice	Tratamiento	% en revestimiento	Ciclos de abrasión 25,4 μ m (mil)
Ejemplos Comparativos 1	-	-	-	-	-	-	165
Ejemplos Comparativos 2	DURALUM 400	-	5	-	-	-	220
Ejemplos Comparativos 3	DURALUM 400	SiMAC	5	-	-	-	390
Ejemplos Comparativos 4	DURALUM 400	-	5	DK100	-	1,7	215
5	DURALUM 400	SiMAC	5	DK100	-	1,7	515
Ejemplos Comparativos 6	DURALUM 400	-	5	DK100	SiMAC	1,7	250
7	DURALUM 400	SiMAC	5	DK100	SiMAC	1,7	485

Como puede verse a partir de los resultados presentados en la Tabla 2, la muestra 1 que no contenía alúmina ni sílice dio el peor rendimiento en términos de resistencia a la abrasión. Las muestras 2, 4 y 6 utilizan todas alúminas sin modificar ya sea sin sílice (Muestra 2), con sílice no modificada (Muestra 4) o con sílice modificada (Muestra 6). La resistencia al desgaste de estas muestras mejoró en comparación con la Muestra 1; el rendimiento de la Muestra 3, que contenía solo alúmina modificada mejoró también en comparación con la Muestra 1. Las Muestras 5 y 7, sin embargo, que contenían alúmina modificada y cualquiera de sílice no modificada o modificada, respectivamente, tenían resultados muy mejorados en comparación con todas las demás muestras. Esto demuestra la mejora que se observa cuando se usa la combinación de partículas de la presente invención.

Tabla 3

Muestra	Alúmina	Tratamiento	% en revestimiento	Sílice	Tratamiento	% en revestimiento	Ciclos de abrasión 25,4 μ m (mil)
8	DURALUM	SiMAC	5	DK100	SiMAC	1,7	425
9	DURALUM	SiAC	5	DK100	SiAC	1,7	400
10	DURALUM 400	SiAC	5	OX50 ¹¹	-	1,7	400
11	DURALUM 400	SiMAC	5	GOESIL 25 ¹³	-	1,7	420
12	DURALUM 400	SiMAC	5	SYLOID 378 ¹²	-	1,7	410

¹¹AEROSIL OX50, sílice pirógena (área superficial 50 m²/g) de Degussa.

¹²SYLOID 378, sílice sintética amorfa (tamaño de partícula medio 3 micrómetros) de Grace Division, W. R. Grace.

¹³GOESIL, sílice cristalina (tamaño de partícula promedio 2 micrómetros, partícula más grande 5 micrómetros) de CED Process Minerals, Inc.

Las muestras 8 a 12 demuestran la resistencia a la abrasión para revestimientos cargados con alúmina modificada con silano y diversas sílices. Los resultados son bastante uniformes independientemente de que la sílice estuviera tratada (muestras 8 y 9) o no tratada (muestras 10 a 12), en forma de nanopartículas (muestras 8 a 10) o tuviera un tamaño micrométrico (muestras 11 y 12).

Ejemplo 4

Una composición base ("Revestimiento B") se preparó usando los componentes y porcentajes en peso mostrados en la Tabla 4. La alúmina y la sílice, cuando se añadieron, se agitaron con una espátula; el revestimiento después se homogenizó con la ayuda de un dispersador de ultrasonidos durante cinco minutos. Durante este procedimiento, la temperatura del revestimiento fue tan alta como 50 °C. La alúmina y sílice modificadas se prepararon como se describe en los Ejemplos 1 y 2. El revestimiento C, cuyos componentes y porcentajes en peso se dan en la Tabla 4, también se preparó y se usó como se describe más adelante.

Tabla 4

	Revestimiento B	Revestimiento C
Descripción	Porcentaje en peso	Porcentaje en peso
Oligómero de acrilato de uretano	39,6	39,0
Acrilato de isodecilo	10,6	15,5
Acrilato de etiletoximetilo	1,4	1,4
n-Vinil 2-pirrolidona	16,0	20,0
Resina acrílica ¹⁴	-	15,0
Tetraacrilato de ditrimetilol propano	19,4	-
Diacrilato de tripropilenglicol	8,4	5,0
BYK 320	0,1	0,1
Benzofenona	1,0	0,5
DAROCUR 1173	2,0	2,2
CABOSIL M-5	1,5	0,6
Óxido de Aluminio C ¹⁵	-	0,6
¹⁴ Resina acrílica, Paraloid DM-55 de Rohm and Haas Company. ¹⁵ Óxido de Aluminio C, óxido metálico altamente dispersado controlador de la reología de Degussa.		

Los tableros de chapa de arce se prepararon como se ha descrito de forma general en el Ejemplo 3, usando solo una lámpara de Hg de alta presión DRT-400 (con una potencia estimada de 400 W).

- 5 El Revestimiento C se calentó de 35 °C a 40 °C y se aplicó a los tableros con un aplicador calentado para conseguir un espesor de aproximadamente 12 micrómetros. El Revestimiento C se curó durante 30 segundos usando la lámpara DRT-400. El Revestimiento C curado se rayó después con arena con una paleta SCOTCHBRITE roja. Después se aplicaron aproximadamente 25 micrómetros (1 mil) de Revestimiento B y se curaron durante 30 segundos. Después se aplicó una segunda capa de Revestimiento B y se curó durante dos minutos para una dosis de exposición total de aproximadamente 1200 mJ/cm².
- 10 El espesor de las capas de revestimiento se determinó usando un microscopio equipado con una escala micrométrica. Se hizo una marca sobre la superficie de una muestra revestida. La superficie de madera se llevó a un enfoque agudo de la lente del objetivo del microscopio. La escala micrométrica se ajustó a cero. Después, la marca de la superficie del revestimiento se llevó al enfoque agudo y se registró la lectura de la escala micrométrica.
- 15 El desgaste por abrasión por resistencia se determinó usando el siguiente procedimiento. Se cortaron piezas de 100 x 100 mm de los tableros revestidos. Las piezas de ensayo se montaron en un soporte de muestra situado en una mesa rotatoria que, cuando se activaba, giraba a una velocidad constante de 50 revoluciones por minuto. Dos discos abrasivos metálicos de 52 mm de diámetro se cubrieron con tiras S-42. Los discos se sujetaron a una barra articulada diseñada para poner una fuerza de presión de 500 gramos por disco sobre la mesa rotatoria. Los brazos pivotantes del disco se bajaron sobre la muestra montada. El dispositivo se activó; un contador de revoluciones mantuvo el recuento del número de ciclos. Las tiras S-42 eran nuevas al comienzo del ensayo de cada muestra. Se limpiaron con un cepillo después de cada 100 revoluciones y se sustituyeron después de cada 500 ciclos. Durante el ensayo, la muestra se inspeccionó visualmente. El ensayo se completó cuando la tira abrasiva se desgastó a través del revestimiento hasta una exposición inicial de madera sin cubrir. El número de ciclos hasta el desgaste se anotó.
- 20 El desgaste por abrasión se presenta en las Tablas 5 a 12 como ciclos promedio para desgaste por μm de revestimiento y es el promedio de al menos dos muestras de ensayo.
- 25

Tabla 5

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramas añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de abrasión /25,4 μ m (mil)
Ejemplo Comparativo 13	DURALUM 400	-	20,0	-	-	-	610
Ejemplo Comparativo 14	DURALUM 400	SiMAC	20,0	DK100	SiMAC	1,7	970
15	DURALUM 400	SiMAC	5,0	DK100	SiMAC	1,7	630
16	DURALUM 400	SiAM	5,0	DK100	SiAC	1,7	700
17	DURALUM 400	SiAC	5,0	DK100	SiMAC	1,7	670
18	DURALUM 400	SiMAC	5,0	VN3	SiMAC	1,7	570
19	DURALUM 400	SiAC	5,0	VN3	SiMAC	1,7	580
Ejemplo Comparativo 20	DURALUM 320	-	20,0	-	-	-	970
Ejemplo Comparativo 21	DURALUM 320	SiMAC	20,0	DK100	SiMAC	2,0	1430
Ejemplo Comparativo 22	WCA25	-	20,0	-	-	-	630
Ejemplo Comparativo 23	WCA 25	SiMAC	18,0	DK100	SiMAC	2,0	665

Como puede verse en la Tabla 5, el uso de alúmina tratada junto con la sílice tratada (Muestra 14) dio una resistencia al desgaste mucho mejor que la alúmina no tratada sola (Muestra 13). Las Muestras 15 a 19, todas las cuales usaron una alúmina tratada y una sílice tratada, dieron resultados comparables con aquellos conseguidos con la Muestra 13; significativamente, el porcentaje en peso total de partículas usado en las Muestras 15 a 19 era del 6,7 por ciento en peso en comparación con el 20 por ciento en peso de partículas usado en la Muestra 13. Esto demuestra la capacidad de la presente invención de reducir en gran medida el porcentaje en peso de partículas sin poner en compromiso el rendimiento.

La Muestra 21 demuestra que el uso de las partículas tratadas de la presente invención da resultados mucho mejores que el uso de partículas no tratadas en una concentración similar (Muestra 20). La mejora se vio también para alúmina con forma de plaquitas (Muestra 22 frente a Muestra 23) aunque la mejora no era tan drástica.

Tabla 6

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de abrasión/25,4 μ m(mil)
Ejemplo Comparativo 24*	WCA-25	-	20,0	-	-	-	665
25*	WCA-25	SiMAC	5,0	DK100	SiMAC	1,7	675

*El sustrato era roble.

Las Muestras 24 y 25 demuestran una resistencia a la abrasión comparable para una carga del 20 por ciento de una plaquita de alúmina no modificada en comparación con una carga del 5 por ciento de una alúmina modificada junto con sílice modificada. Esto demuestra de nuevo la capacidad de la presente combinación de partículas para permitir una carga de partículas reducida sin sacrificar el rendimiento.

Tabla 7

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de revestimiento B	Ciclos de abrasión/25,4 μ m (mil)
	Ejemplo Comparativo 26 DURALUM 400	SiMAC	2,0	DK100	SiMAC	1,7	550
	Ejemplo Comparativo 27 DURALUM 400	SiMAC	2,5	DK100	SiMAC	1,7	605
28	DURALUM	SiMAC	5,0	DK100	SiMAC	1,7	625
	Ejemplo Comparativo 29 DURALUM 400	SiMAC	20,0	DK100	SiMAC	1,7	970

Las Muestras 26 a 29 demuestran que un aumento de la carga de alúmina aumenta la resistencia a la abrasión; se observó una resistencia comparable con concentraciones de alúmina del 5,0 por ciento en peso (Muestra 28) y 2,5 por ciento en peso (Muestra 27).

5

Tabla 8

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de abrasión/25,4 μ m (mils)
30	DURALUM 400	2% SiMAC	5,0	DK100	7% SiMAC	1,7	650
31	DURALUM 400	2% SiAC	5,0	DK100	7% SiAC	1,7	660
32	DURALUM 400	2% MTES	5,0	DK100	7% MTES	1,7	640
33	DURALUM 400	2% OTES	5,0	DK100	7% OTES	1,7	580

Como se muestra en la Tabla 8, los minerales tratados con un número de diferentes silanos dieron todos una buena resistencia a la abrasión.

Tabla 9

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de abrasión/25,4 μ m (mil)
Ejemplo Comparativo 34	DURALUM 400	-	5,0	DK100	7% SiMAC	1,7	455
35	DURALUM 400	2% SiMAC	5,0	DK100	7% SiMAC	1,7	625
36	DURALUM 400	5% SiMAC	5,0	DK100	7% SiMAC	1,7	690
37	DURALUM 400	8% SiMAC	5,0	DK100	7% SiMAC	1,7	900

Las Muestras 34 a 37 demuestran la resistencia a la abrasión para una extensión de los niveles de modificación con silano de alúmina a una carga de alúmina del 5 por ciento. El aumento de la modificación con silano de alúmina dio como resultado un aumento de la resistencia a la abrasión.

Tabla 10

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de abrasión/25,4 μ m (mil)
Ejemplo Comparativo 38	DURALUM 400	2% SiMAC	5	DK100		-	435
39	DURALUM 400	2% SiMAC	5	DK100	0,5% SiMAC	1,7	700
40	DURALUM 400	2% SiMAC	5	DK100	3,5% SiMAC	1,7	620
41	DURALUM 400	2% SiMAC	5	DK100	7% SiMAC	1,7	626

- 5 Las Muestras 38 a 41 demuestran una resistencia a la abrasión de una extensión de la modificación con silano de sílice pirógena. Las muestras de acuerdo con la presente invención (Muestras 39 a 41) mostraron una resistencia a la abrasión mejorada respecto a la muestra 38 que comprendía alúmina modificada sola. La resistencia a la abrasión no necesariamente aumentó con la concentración de silano, sin embargo.

Tabla 11

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de abrasión/25,4 μ m (mil)
Ejemplo Comparativo 42	DURALUM 320	2% SiMAC	20,0	DK100	7% SiMAC	1,0	1370
Ejemplo Comparativo 43	DURALUM 320	2% SiMAC	20,0	DK100	7% SiMAC	1,5	1555
44	DURALUM 400	8% SiMAC	5	OX50	3,5% SiMAC	1,7	1005
45	DURALUM 400	8% SiMAC	5	OX50	3,5% SiMAC	3	1030

- 10 Las Muestras 42 a 45 demuestran la resistencia a abrasión para una extensión de los niveles de sílice. Las Muestras 42 y 43 se comparan para un porcentaje de sílice del 1 y 1,5 en el mismo sistema mientras que las Muestras 44 y 45 se comparan con un porcentaje de sílice del 1,7 y 3 por ciento en el mismo sistema. Se observó un aumento de la resistencia a la abrasión cuando aumentaba la cantidad de sílice.

Tabla 12

Muestra	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revestimiento B	Ciclos de Abrasión/25,4 μ m (mil)
46	DURALUM 400	2% SiMAC	5,0	DK100	7% SiMAC	1,7	625
47	DURALUM 400	2% SiMAC	5,0	OX50	3,5% SiMAC	1,7	640

- 15 Las Muestras 46 y 47 demuestran la resistencia a la abrasión de dos sílices pirógenas con diferente área superficial cada una modificada con SiMAC a un nivel proporcional al área superficial de la sílice. El área superficial de DK100 es 100 m²/g mientras que el área superficial de AEROSIL OX50 es 50 m²/g. Los resultados fueron comparables.

Ejemplo 5

La alúmina y la sílice, cuando se añadieron, se agitaron usando agitación con una paleta impulsora en un revestimiento para suelo de base acuosa Bona Tech Mega, disponible en el mercado en BONA KEMI, o el revestimiento para suelo de base acuosa Bona Tech Traffic más un endurecedor, también disponible en el mercado en BONA KEMI. La alúmina y sílice modificadas se prepararon como se describe en los Ejemplos 1 y 2.

Los tableros de chapa de arce se tiñeron como se describe de forma general en el Ejemplo 3. Los revestimientos BONA KEMI cargados con mineral se dirigieron sobre la madera teñida usando una barra aplicadora cuadrada con huecos de 177,8 μm (7 mil). Los revestimientos se lavaron durante 90 minutos a 50 °C y después se curaron posteriormente a temperatura ambiente durante siete días.

Los pesos de revestimiento se determinaron calculando la diferencia entre el peso de un tablero teñido y el peso de un tablero revestido (después de 90 minutos de lavado a 50 °C y después 10 minutos de enfriamiento a temperatura ambiente).

El desgaste por abrasión por resistencia se ensayó usando el procedimiento descrito en el Ejemplo 3. El número de ciclos hasta desgaste se muestra en la Tabla 13 como ciclos promedio hasta desgaste por gramo de revestimiento, y es el promedio de al menos dos muestras de ensayo.

Tabla 13

Muestra	Revesti- miento	Alúmina	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revesti- miento B	Sílice	Tratamiento	Gramos añadidos a 100 g de Revesti- miento B	Ciclos de abrasión/ 25,4 μm (mil)
Ejemplo Comparativo 48	Bona Tech Mega	DURALUM 400	-	20,0	-	-	-	155
49	Bona Tech Mega	DURALUM 400	SLAC	5,0	DK100	SiAC	1,7	130
Ejemplo Comparativo 50	Bona Tech Traffic	DURALUM 400	-	20,0	-	-	-	245
51	Bona Tech Traffic	DURALUM 400	SiAC	5,0	DK100	SiAC	1,7	315

Las muestras 48 y 49 demuestran la resistencia a la abrasión de alúmina al 20 por ciento en comparación con una combinación de alúmina modificada al 5 por ciento y sílice modificada al 1,7 por ciento en un revestimiento para suelos de base acuosa disponible en el mercado. Las Muestras 50 y 51 proporcionan las mismas comparaciones de carga en un segundo revestimiento para suelos de base acuosa disponible en el mercado. En ambos casos, la combinación de partículas de la presente invención proporciona resultados comparables a cargas muy reducidas.

Ejemplo 6

Las composiciones se prepararon usando los componentes y porcentajes en peso mostrados en la Tabla 14. Los componentes se añadieron y mezclaron usando agitación con paletas Cowles con suficiente velocidad para crear un vórtice y con la agitación mantenida durante varios minutos para dispersar las partículas en el revestimiento.

Tabla 14

Descripción	Revestimiento A del Ejemplo Comparativo	Revestimiento B
Oligómero de acrilato de uretano	48,9	54,8
n-Vinil 2-pirrolidona	8,7	9,9
Tetraacrilato de ditrimetilolpropano	14,3	16,0
Diacrilato de tripropilenglicol	4,5	5,4
BYK 320	0,1	
TEGO AIREX 920		0,1
Benzofenona	0,8	0,9

(continuación)

Descripción	Revestimiento A del Ejemplo Comparativo	Revestimiento B
DAROCUR 1173	1,7	1,9
CABOSIL M-5	0,5	0,5
Acetato butirato de celulosa 551-0,1	0,4	
WCA25TO ¹⁶	20,0	
DURALUM special white 400 SK ¹⁷		7,5
LO-VEL 2003 ¹⁸		3,0
¹⁶ WCA25TO, alúmina de Micro Abrasives Corporation.		
¹⁷ DURALUM special white 400 SK, alúmina tratada con silano de Washington Mills Electro Minerals Corporation.		
¹⁸ LO-VEL 2003, agente de deslustrante de sílice de PPG Industries, Inc.		

Los revestimientos cargados con mineral se aplicaron a tableros de chapa de arce que se habían preparado como en el Ejemplo 3. Los revestimientos cargados con mineral se aplicaron como en el Ejemplo 3 excepto que el revestimiento se curó por exposición a 325 mJ/cm² usando las lámparas descritas anteriormente. Análogamente, se aplicaron de 20 a 25 micrómetros adicionales (de 0,8 a 1,0 mils) del revestimiento de muestra, y se calculó la película formada por el revestimiento. Este revestimiento se curó por exposición a 850 mJ/cm² usando también las lámparas descritas anteriormente.

El desgaste por abrasión por resistencia se ensayó usando el siguiente procedimiento. Se cortaron piezas de 10,16 x 10,16 cm (4 x 4 pulgadas) de la muestra de madera preparada como se ha descrito anteriormente. Las piezas se montaron en soportes de muestra de un abrasímetro de Taber Industries - Modelo 5150, que cuenta automáticamente los ciclos ensayados. Las mediciones de resistencia a la abrasión se realizaron usando muelas CS-0 cubiertas con tiras abrasivas S-42, ambas disponibles en Taber Industries. Se puso una carga de 500 gramos sobre cada muela. Las tiras S-42 eran nuevas al comienzo del ensayo de cada muestra y se reemplazaron después de cada 500 ciclos. El abrasímetro Taber se activó y la superficie de la madera se controló. El ensayo se completó cuando la tira abrasiva se había desgastado a través del revestimiento hasta la exposición inicial de la madera sin cubrir. El número de ciclos hasta desgaste se presenta en la Tabla 2 como el promedio de ciclos hasta desgaste por μm de revestimiento y es el promedio de al menos dos muestras de ensayo.

La conservación de la transparencia abrasiva se evaluó usando un procedimiento similar al anterior excepto que se usaron muelas CS-17 y la carga sobre cada muela era de 1000 gramos. Las muelas CS-17 se reacondicionaron frente a discos de rectificado S-11 durante 50 ciclos antes de cada ensayo de muestra. La conservación de transparencia abrasiva se evaluó para las muestras después de 100 ciclos. La conservación de transparencia se evaluó visualmente y se definió como resistencia al blanqueo. Las comparaciones visuales de la conservación de transparencia mostradas en la Tabla 2 son las evaluaciones promedio de al menos dos muestras.

Tabla 15

Revestimiento	Revestimiento A Ejemplo Comparativo	Revestimiento B
Ciclos S-42 hasta desgaste por 25,4 μm (mil)	440	430
Conservación de transparencia 100 ciclos CS-17	Blanqueado	Menos blanqueado

Como puede verse a partir de los resultados presentados en la Tabla 15, los Revestimientos A y B tenían un rendimiento comparable en términos de resistencia a la abrasión S-42. La conservación de la transparencia del Revestimiento B mejoró en comparación con el Revestimiento A, que contenía casi el doble de carga de alúmina. Esto demuestra la mejora en la conservación de transparencia que se ve de acuerdo con la presente invención cuando se usan niveles reducidos de partículas; significativamente, esta conservación de la transparencia se consigue sin sacrificar la resistencia a la abrasión.

Ejemplo 7

Cada uno de los Revestimientos A y B, preparados como se ha descrito en el Ejemplo 6, se extendieron sobre placas de policarbonato transparentes (General Electric LEXAN) usando un lado con huecos de 50,8 μm en una barra aplicadora cuadrada para transferir aproximadamente 1 mil (25 micrómetros) de revestimiento al policarbonato. Los revestimientos se curaron por exposición a 900 mJ/cm² usando lámparas como se ha descrito en Ejemplo 3 anterior.

La conservación de transparencia abrasiva se evaluó después de 100 ciclos usando muelas CS-17 y el procedimiento descrito en el Ejemplo 6. La turbidez se midió usando un turbidímetro XL-211 de Hazeguard Systems. La turbidez se midió en las áreas erosionadas y no erosionadas de cada muestra. Las lecturas de turbidez en la Tabla 16 son los promedios de al menos dos mediciones.

5

Tabla 16

Revestimiento	Revestimiento A Ejemplo Comparativo	Revestimiento B
Turbidez en el área no erosionada	33	8
Turbidez después de 100 ciclos de desgaste con CS-17	65	47

Como se ve a partir de los resultados presentados en la Tabla 16, el Revestimiento B tiene tanto menos turbidez inicial como menos turbidez después del desgaste con CS-17 en comparación con el Revestimiento A, que de nuevo tiene una carga de partículas de casi el doble.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de revestimiento que comprende:

- (a) un aglutinante;
- (b) partículas de alúmina que se han tratado con un silano que tiene la fórmula $(RO)_3SiR'$, en la que R es un resto alquilo que tiene de 1 a 30 carbonos, y R' es un resto orgánico que mejora la compatibilidad entre el aglutinante y las partículas de alúmina; en el que el porcentaje en peso de silano en las partículas de alúmina modificadas es entre el 0,5 y el 10, y
- (c) partículas de sílice,

en la que la alúmina está presente en una cantidad del 8 al 5 por ciento en peso y la sílice está presente en una cantidad del 4 al 2 por ciento en peso basado en el peso total de la composición de revestimiento.

2. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que dicha sílice está sin tratar.

3. La composición de revestimiento de la reivindicación, en la que dicha sílice está tratada con un silano que tiene la fórmula $(RO)_3SiR'$, en la que R es un resto alquilo que tiene de 1 a 30 carbonos y R' es un resto orgánico que mejora la compatibilidad entre el aglutinante y la sílice, en el que el silano usado para tratar la sílice es igual o diferente al silano usado para tratar la alúmina.

4. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que la alúmina y la sílice comprenden juntas el 11,0 por ciento en peso o menos de la composición de revestimiento.

5. La composición de revestimiento de la reivindicación 4, en la que la alúmina y la sílice comprenden juntas el 7 por ciento en peso o menos de la composición de revestimiento.

6. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que la proporción en peso de alúmina a silano es entre 200:1 y 10:1, preferentemente 50:1.

7. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que hasta el 10 por ciento en peso de la alúmina tratada es silano.

8. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el porcentaje en peso de silano en las partículas de alúmina modificadas es mayor del 1,0 por ciento.

9. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el aglutinante está basado en agua.

10. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el aglutinante es curable por UV.

11. La composición de revestimiento de la reivindicación 1, en la que el silano es (met)acrilato de 3-(trialcoxisilil)alquilo, preferentemente (met)acrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo.

12. Un método para conferir resistencia a la abrasión a un sustrato, que comprende aplicar a al menos una parte de dicho sustrato la composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que el sustrato se selecciona entre suelos.

13. Un método para conferir resistencia a la abrasión a un sustrato de acuerdo con la reivindicación 12, en el que el sustrato se selecciona entre suelo de madera o suelo de vinilo.

14. Un suelo de madera que tiene dos o más capas de revestimiento aplicadas al mismo, en el que al menos una de dichas capas se obtiene de una composición de revestimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

15. El suelo de madera de la reivindicación 14, en el que dicha capa derivada de la composición de revestimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 es una capa resistente a la abrasión, y en el que al menos otra capa es una capa protectora superior aplicada sobre la capa resistente a la abrasión.