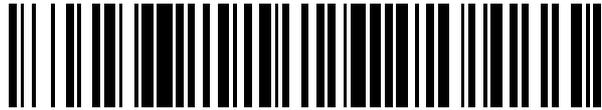


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 454 015**

51 Int. Cl.:

C08L 27/18 (2006.01)

C09D 127/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.09.2009 E 12174849 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.01.2014 EP 2508565**

54 Título: **Recubrimientos de fluoropolímeros mezclados para sustratos rígidos**

30 Prioridad:

26.09.2008 US 100311 P

31.10.2008 US 109950 P

16.01.2009 US 145433 P

20.01.2009 US 145875 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.04.2014

73 Titular/es:

WHITFORD CORPORATION (100.0%)

47 Park Avenue

Elverson, PA 19520, US

72 Inventor/es:

HARVEY, LEONARD y

LEECH, LAWRENCE

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 454 015 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Recubrimientos de fluoropolímeros mezclados para sustratos rígidos.

5 Remisión a solicitudes afines

Esta solicitud reivindica el beneficio conforme al título 35, U.S.C. § 119 (e) de la Solicitud Provisional de Patente U.S. Núm. de Serie 61/100311, titulada BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS, presentada el 26 de septiembre de 2008; la Solicitud Provisional de Patente U.S. Núm. de Serie 61/109950, titulada FLUOROPOLYMER CAPA DE ACABADOS INCLUDING BLENDED FLUOROPOLYMER ADDITIVES, presentada el 31 de octubre de 2008; la Solicitud Provisional de Patente U.S. Núm. de Serie 61/145433, titulada BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS, presentada el 16 enero de 2009; y la Solicitud Provisional de Patente U.S. Núm. de Serie 61/145875, titulada BLENDED FLUOROPOLYMER COMPOSITIONS, presentada el 20 enero de 2009.

15 Antecedentes de la invención

1. Campo de la Invención

La presente invención se refiere a fluoropolímeros y, en particular, se refiere a recubrimientos de fluoropolímero, tales como recubrimientos del tipo utilizado sobre sustratos rígidos tales como baterías de cocina u otras aplicaciones en las cuales se desea una superficie antiadherente y/o resistente a la abrasión. En particular, la presente invención se refiere a un recubrimiento de fluoropolímeros que tiene características antiadherentes o de desprendimiento mejoradas y/o resistencia mejorada a la abrasión.

25 2. Descripción de la Técnica Afín.

Los fluoropolímeros son polímeros de cadena larga que comprenden principalmente unidades repetitivas lineales etilénicas en las cuales algunos o la totalidad de los átomos de hidrógeno están reemplazados con flúor. Ejemplos incluyen politetrafluoroetileno (PTFE), metilfluoroalcoxi (MFA), fluoro-etileno-propileno (FEP), perfluoroalcoxi (PFA), poli(clorotrifluoroetileno) y poli(fluoruro de vinilo).

Sistemas de recubrimiento antiadherentes que incluyen fluoropolímeros se aplican en capas simples o múltiples a la superficie de un sustrato para proporcionar un sustrato recubierto que tiene un recubrimiento antiadherente al cual no se adherirán materiales extraños. En un sistema de recubrimiento de capa múltiple, el recubrimiento antiadherente incluye generalmente una imprimación y una capa de acabado, y opcionalmente, una o más capas intermedias.

El uso de sistemas de recubrimiento antiadherentes que se aplican a un sustrato en capas múltiples se conoce desde hace muchos años. Las imprimaciones para tales sistemas contienen típicamente una resina aglomerante orgánica termorresistente y una o más resinas de fluoropolímero, junto con diversos pigmentos y cargas opacos. Las capas intermedias contienen principalmente fluoropolímeros con ciertas cantidades de pigmentos opacos, cargas y adyuvantes de coalescencia, mientras que las capas de acabado están compuestas casi totalmente de fluoropolímeros, tales como totalmente politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE), o HPTFE con una pequeña cantidad de un fluoropolímero procesable en fusión.

Lo que se necesita es un sistema de recubrimiento antiadherente que constituye una mejora sobre los anteriores.

Sumario de la invención

La presente invención se define en las reivindicaciones adjuntas. Esencialmente, la misma proporciona una composición de recubrimiento de fluoropolímeros que puede aplicarse sobre una imprimación y/o al menos una capa intermedia en un sistema de recubrimiento antiadherente. La composición de recubrimiento puede prepararse y aplicarse en la forma de una dispersión líquida, e incluye al menos un Componente base de fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE) y, en particular, al menos un PTFE de peso molecular alto (HPTFE). La composición de recubrimiento incluye adicionalmente una composición de fluoropolímeros mezclados. La composición de fluoropolímeros mezclados es una mezcla de al menos un PTFE de peso molecular bajo (LPTFE) y al menos un fluoropolímero procesable en fusión. Después de aplicación directamente a un sustrato o sobre un recubrimiento subyacente, el recubrimiento demuestra resistencia mejorada a la abrasión y al rayado, así como características mejoradas de desprendimiento, en comparación con los recubrimientos conocidos que incluyen sólo HPTFE o HPTFE con una pequeña cantidad de fluoropolímero procesable en fusión.

La presente invención proporciona una composición de recubrimiento de fluoropolímeros, que comprende: un Componente base de fluoropolímero presente en una cantidad comprendida entre 75% en peso y 95% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en la composición de recubrimiento, comprendiendo el Componente base de fluoropolímero al menos un fluoropolímero que incluye politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE) que tiene un peso molecular medio numérico (M_n) de al menos 500.000; y una composición

de fluoropolímeros mezclados presente en una cantidad comprendida entre 5% en peso y 25% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en la composición de recubrimiento, comprendiendo la composición de fluoropolímeros mezclados: al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) que tiene una primera temperatura en fusión T_m de 335°C o menos; y al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF). La composición de recubrimiento se encuentra en forma de una dispersión acuosa de los Componentes. El al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE) incluye un comonomero modificador en una cantidad menor que 1% en peso basada en el peso del politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE).

El al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) puede estar presente en una cantidad comprendida entre 2% en peso y 15% en peso y el al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF) está presente en una cantidad comprendida entre 2% en peso y 15% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en la composición de recubrimiento.

El al menos un fluoropolímero procesable en fusión puede comprender perfluoroalcoxi (PFA) presente en una cantidad comprendida entre 20% en peso y 85% en peso, basada en el peso total de sólidos de los fluoropolímeros en la composición de fluoropolímeros mezclados. El al menos un fluoropolímero procesable en fusión puede comprender perfluoroalcoxi (PFA) presente en una cantidad comprendida entre 37% en peso y 65% en peso, basada en el peso total de sólidos de los fluoropolímeros en la composición de fluoropolímeros mezclados.

El al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) puede tener un tamaño medio de partícula seleccionado del grupo constituido por 0,9 micrómetros (μm) o menos, 0,75 micrómetros (μm) o menos, 0,5 micrómetros (μm) o menos, 0,4 micrómetros (μm) o menos, 0,3 micrómetros (μm) o menos, y 0,2 micrómetros (μm) o menos. El al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) puede tener una primera temperatura de fusión (T_m) seleccionada del grupo constituido por 232°C o menos, 330°C o menos, 329°C o menos, 328°C o menos, 327°C o menos, 326°C o menos, and 325°C o menos. El al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) puede seleccionarse del grupo constituido por: un LPTFE obtenido por polimerización en emulsión y que no se ha sometido a aglomeración, degradación térmica, o irradiación, y tiene un tamaño medio de partícula de 1,0 micrómetros (μm) o menos; un micropolvo de LPTFE obtenido por polimerización en emulsión con o sin un paso subsiguiente de reducción del peso molecular; y un micropolvo de LPTFE obtenido por polimerización en suspensión con o sin un paso subsiguiente de reducción del peso molecular.

El al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF) tiene un tamaño medio de partícula de 1,0 micrómetros (μm) o menos.

En otra de sus formas, la presente invención proporciona un artículo recubierto, que comprende: un sustrato rígido; y un recubrimiento sobre el sustrato rígido, que comprende: al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE) que tiene un peso molecular medio numérico (M_n) de al menos 500.000 y presente en una cantidad comprendida entre 30% en peso y 96% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en la composición de recubrimiento; al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) que tiene un peso molecular medio numérico (M_n) menor que 500.000; y al menos un fluoropolímero procesable en fusión MPF.

El al menos un Componente base de fluoropolímero puede estar presente en una cantidad comprendida entre 60% en peso y 96% en peso y el al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) y el al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF) están presentes juntos en una cantidad comprendida entre 4% en peso y 40% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en el recubrimiento. El al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) puede estar presente en una cantidad comprendida entre 2% en peso y 15% en peso y el al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF) está presente en una cantidad comprendida entre 2% en peso y 15% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en el recubrimiento.

El al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF) puede comprender perfluoroalcoxi (PFA) presente en una cantidad entre 20% en peso y 85% en peso basada en el peso total de sólidos del al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) y el al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF). El al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF) puede comprender perfluoroalcoxi (PFA) presente en una cantidad comprendida entre 37% en peso y 65% en peso basada en el peso total de sólidos del al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) y el al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF).

El recubrimiento puede tener un ángulo de contacto de al menos 110°, y/o un brillo medido de al menos 25% de reflectancia a 60°, y/o una rugosidad superficial (Ra) menor que 100 nm.

Breve descripción de los dibujos

Las características y ventajas arriba mencionadas y otras de esta invención, y la manera de alcanzarlas, resultarán más evidentes y la invención propiamente dicha se comprenderá mejor por referencia a la descripción que sigue de una realización de la invención considerada en asociación con los dibujos que se acompañan, en los cuales:

Figs. 1 y 2 corresponden al Ejemplo 6, en donde:

Fig. 1 es una imagen de perfilómetro láser de la capa de acabado de control;

Fig. 2 es una imagen de perfilómetro láser de una capa de acabado producida de acuerdo con la presente exposición;

5 Figs. 3-23 corresponden a las Capas de Acabado 1-10 del Ejemplo 1, en donde:

Fig. 3 es un gráfico de evaluación del test de desprendimiento de huevo frente a contenido de HPTFE;

Fig. 4 es un gráfico de resultados del test de abrasión alternativa frente a contenido de HPTFE;

Fig. 5 es un gráfico de resultados del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT) frente a contenido de HPTFE;

10 Fig. 6 es un gráfico de brillo a 60° frente a contenido de HPTFE;

Fig. 7 es un gráfico de ángulo de contacto frente a contenido de HPTFE;

Fig. 8 es un gráfico de evaluación del test de desprendimiento del huevo frente a contenido de LPTFE;

Fig. 9 es un gráfico de resultados del test de abrasión alternativa frente a contenido de LPTFE;

15 Fig. 10 es un gráfico de resultados del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT) frente a contenido de LPTFE;

Fig. 11 es un gráfico de ángulo de contacto frente a contenido de LPTFE;

Fig. 12 es un gráfico de brillo a 60° frente a contenido de LPTFE;

Fig. 13 es un gráfico de evaluación del test de desprendimiento de huevo frente a contenido de MPF;

Fig. 14 es un gráfico de resultados del test de abrasión alternativa frente a contenido de MPF;

20 Fig. 15 es un gráfico de resultados del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT) frente a contenido de MPF; y

Fig. 16 es un gráfico de brillo a 60° frente a contenido de MPF;

Fig. 17 es un gráfico de ángulo de contacto frente a contenido de MPF;

Figs. 18-23 corresponden al Ejemplo 8, en donde:

25 Fig. 18 es un diagrama de contorno de los resultados del test de desprendimiento de huevo seco representados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 19 es un diagrama de contorno de los resultados de test de abrasión alternativa representados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

30 Fig. 20 es un diagrama de contorno del resultado del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT) representados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 21 es un diagrama de contorno de brillo medido representado frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 22 es un diagrama de contorno de ángulo de contacto medido representado frente a LPTFE y MPF (PFA);

35 Fig. 23 es un diagrama de contorno de los resultados normalizados de los resultados del test de desprendimiento de huevo seco, los resultados del test de abrasión alternativa, los resultados del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT), el brillo medido, y el ángulo de contacto medido, representados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Figs. 24-35 corresponden a los resultados de test para las capas de acabado del Ejemplo 9, en donde:

40 Fig. 24 es un diagrama de contorno del test de desprendimiento de huevo seco trazado frente al contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 25 es un diagrama de contorno del test de leche quemada trazado frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

45 Fig. 26 es un diagrama de contorno de brillo medido trazado frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 27 es un diagrama de contorno de ángulo de contacto medido trazado frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 28 es un diagrama de contorno del test de abrasión alternativa de capas de acabado aplicadas sobre la capa base A trazado frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 29 es un diagrama de contorno del test de abrasión alternativa de capas de acabado aplicadas sobre la capa base B trazado frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

50 Fig. 30 es un diagrama de contorno de los resultados del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT) de capas de acabado aplicadas sobre la capa base A trazados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 31 es un diagrama de contorno de los resultados del test de adhesión al rayado mecánico (MSAT) de capas de acabado aplicadas sobre la capa base B trazados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

55 Fig. 32 es un diagrama de contorno de los resultados normalizados del test de abrasión trazados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 33 es un diagrama de contorno de los resultados normalizados del test de desprendimiento trazados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA);

Fig. 34 es un diagrama de contorno de las propiedades de superficie normalizada trazadas frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA); y

60 Fig. 35 es un diagrama de contorno de los resultados normalizados del test de abrasión, resultados del test de desprendimiento, y propiedades de superficie trazados frente a contenido de LPTFE y MPF (PFA).

Los ejemplos expuestos en esta memoria ilustran realizaciones de la invención, y dichos ejemplos no deben interpretarse como limitantes del alcance de la invención en modo alguno.

65

Descripción detallada

La presente invención proporciona una composición de recubrimiento de fluoropolímeros que puede aplicarse sobre una imprimación y/o al menos una capa intermedia en un sistema de recubrimiento antiadherente. La composición de recubrimiento puede prepararse y aplicarse en la forma de una dispersión líquida, e incluye al menos un Componente base de fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE) y, en particular, al menos un PTFE de peso molecular alto (HPTFE). La composición de recubrimiento incluye adicionalmente una composición de fluoropolímeros mezclados. La composición de fluoropolímeros mezclados es una mezcla de al menos un PTFE de peso molecular bajo (LPTFE) y al menos un fluoropolímero procesable en fusión. Después de aplicación directamente a un sustrato o sobre un recubrimiento subyacente, el recubrimiento presenta resistencia mejorada a la abrasión y al rayado, así como características mejoradas de desprendimiento, en comparación con recubrimientos conocidos que incluyen sólo HPTFE o HPTFE con una pequeña cantidad de fluoropolímero procesable en fusión.

En una realización, la presente composición de recubrimiento se aplica sobre un recubrimiento subyacente, o capa inferior. La capa inferior puede ser una capa base, que es el recubrimiento aplicado directamente a un sustrato subyacente (al que se hace referencia a veces como imprimación), opcionalmente junto con una o más capas intermedias. En dichas realizaciones, se hace referencia en esta memoria al presente recubrimiento como un "capa superior" o "capa de acabado" y estos términos son generalmente intercambiables. En otras realizaciones, la presente composición de recubrimiento puede aplicarse directamente a un sustrato para formar un recubrimiento en contacto directo con el sustrato, en cuyo caso el recubrimiento no se aplica sobre ninguna capa inferior. En realizaciones adicionales, el presente sistema de recubrimiento propiamente dicho puede ser también una capa inferior.

La presente composición de recubrimiento incluye generalmente al menos un Componente base de fluoropolímero y una composición de fluoropolímeros mezclados. El Componente base de fluoropolímero es típicamente un PTFE de peso molecular alto (HPTFE). La composición de fluoropolímeros mezclados incluye al menos un PTFE de peso molecular bajo (LPTFE) y al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF).

I. Componentes base de fluoropolímeros

El Componente base de fluoropolímero incluye al menos un fluoropolímero, tal como politetrafluoroetileno (PTFE), copolímeros de tetrafluoroetileno y etileno (ETFE), copolímeros de tetrafluoroetileno y perfluoro(alquil-viniléteres) (PAVE), copolímeros de tetrafluoroetileno y perfluoro(etil-vinil-éter) (PEVE), copolímeros de tetrafluoroetileno y perfluoro(propil-vinil-éter) (PPVE), copolímeros de tetrafluoroetileno y perfluoro(metil-vinil-éter) (PMVE), copolímeros de tetrafluoroetileno y hexafluoropropileno (FEP), copolímeros de tetrafluoroetileno y perfluoroviniléter (PFA) y poli(fluoruro de vinilideno) (PVDF), y copolímeros de tetrafluoroetileno, hexafluoropropileno y difluoruro de vinilideno (THV), y otros polímeros perfluorados. También pueden utilizarse fluoroelastómeros basados en PTFE.

Típicamente, el Componente base de fluoropolímero será uno o más fluoropolímeros perfluorados y, en particular, será uno o más Componentes de PTFE de peso molecular alto (HPTFE) tradicionales.

El peso molecular medio numérico (M_n) del HPTFE es típicamente al menos 500.000 o mayor, y puede ser al menos 1.000.000 o mayor, y HPTFE adecuados en forma de dispersiones líquidas y/o polvos están disponibles de muchas fuentes comerciales. Las dispersiones líquidas de HPTFE incluyen típicamente agentes tensioactivos para estabilidad, aunque están asimismo disponibles dispersiones "inestabilizadas" de HPTFE, que tienen típicamente menos de 1,0% en peso de agente tensioactivo, y pueden utilizarse también. Cuando se utiliza un polvo, el polvo se dispersará típicamente en un líquido para preparar la composición de recubrimiento.

En algunas realizaciones, el HPTFE puede incluir una pequeña cantidad de comonomero modificador, en cuyo caso el HPTFE es un copolímero conocido en la técnica como "PTFE modificado" o "PTFE modificado con trazas". Ejemplos del comonomero modificador incluyen perfluoropropilviniléter (PPVE), otros modificadores, tales como hexafluoropropileno (HFP), clorotrifluoroetileno (CTFE), perfluorobutilileno (PFBE), u otros perfluoroalquilviniléteres, tales como perfluorometilviniléter (PMVE) o perfluoroetilviniléter (PEVE). El comonomero modificador estará presente típicamente en una cantidad menor que 1% en peso, por ejemplo, basada en el peso del HPTFE.

II. Composiciones de fluoropolímeros mezclados

La composición de fluoropolímeros mezclados incluye generalmente al menos un PTFE de peso molecular bajo (LPTFE) y al menos un fluoropolímero procesable en fusión. Componentes y mezclas de fluoropolímeros adecuados se exponen más adelante, y se exponen también en la Solicitud de Patente U.S. Núm. de Serie 12/468580, titulada "Blended Fluoropolymer Compositions", presentada en fecha 19 de mayo de 2009, cedida al cesionario de la presente invención.

A. Politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE)

El fluoropolímero principal de la presente composición de fluoropolímeros mezclados es una dispersión acuosa de un PTFE que tiene un peso molecular bajo (LPTFE) y/u opcionalmente otras propiedades como se expone en detalle más adelante.

5 El LPTFE, cuando se produce como se ha descrito arriba, tendrá típicamente un tamaño medio de partícula de 1,0 micrómetros (μm) o menos, 0,9 micrómetros (μm) o menos, 0,75 micrómetros (μm) o menos, 0,5 micrómetros (μm) o menos, 0,4 micrómetros (μm) o menos, 0,3 micrómetros (μm) o menos, o 0,2 micrómetros (μm) o menos, cuando se mide de una manera adecuada tal como por difracción de luz láser por ISO 13320. En algunas realizaciones, el LPTFE puede tener un tamaño medio de partícula tan pequeño como 30, 50, 100, ó 150 nm, o tan grande como 200, 250, ó 350 nm, por ejemplo.

El peso molecular medio numérico (M_n) del LPTFE será típicamente menor que 500.000 y, en la mayoría de las realizaciones, puede ser tan pequeño como 10.000 o mayor, 20.000 o mayor, o 25.000 o mayor, o puede ser tan alto como 200.000 o menos, 100.000 o menos, o 70.000 o menos, 60.000 o menos, o 50.000 o menos, por ejemplo.

15 Una manera alternativa de caracterizar el peso molecular del LPTFE es por su primera temperatura de fusión (T_m), como se determina por un método adecuado tal como calorimetría de barrido diferencial (DSC), pudiendo ser dicha primera temperatura de fusión (T_m), para el LPTFE igual a o menor que 335°C. En otras realizaciones, la primera temperatura de fusión del LPTFE puede ser igual a o menor que 332°C, igual a o menor que 330°C, igual a o menor que 329°C, igual a o menor que 328°C, igual a o menor que 327°C, igual a o menor que 326°C, o igual a o menor que 325°C.

25 El LPTFE puede proporcionarse en la forma de una dispersión acuosa que está estabilizada, inestabilizada, o mínimamente estabilizada. Como se utiliza en esta memoria, "inestabilizada" o "mínimamente estabilizada" se refiere a una dispersión acuosa que incluye menos de 1,0% en peso de un agente tensioactivo tradicional, tal como un agente tensioactivo no iónico o aniónico, basado en el peso de la dispersión acuosa de LPTFE. En algunas realizaciones, la dispersión de LPTFE puede proporcionarse en la forma de una dispersión acuosa que tiene menos de 1,0% en peso de agente tensioactivo, menos de 0,8% en peso de agente tensioactivo, menos de 0,6% en peso de agente tensioactivo, o incluso menos de 0,5% en peso de agente tensioactivo. En otras realizaciones, la dispersión de LPTFE puede proporcionarse en la forma de una dispersión acuosa que está "estabilizada", teniendo típicamente 1-12% en peso de agente tensioactivo. Sin embargo, la naturaleza del paquete de estabilización empleado no es una característica crítica de esta invención.

35 Asimismo, como se expone más adelante, el LPTFE puede proporcionarse en la forma de un micropolvo sólido.

40 El LPTFE se encontrará típicamente en la forma de un homopolímero de PTFE de peso molecular bajo. Sin embargo, en otras realizaciones, el LPTFE puede incluir una pequeña cantidad de comonomero modificador, en cuyo caso el PTFE es un copolímero conocido en la técnica como "PTFE modificado" o "PTFE modificado con trazas". Ejemplos del comonomero modificador incluyen perfluoropropilviniléter (PPVE), otros modificadores, tales como hexafluoropropileno (HFP), clorotrifluoroetileno (CTFE), perfluorobutilileno (PFBE), u otros perfluoroalquilviniléteres, tales como perfluorometilviniléter (PMVE) o perfluoroetilviniléter (PEVE). El comonomero modificador estará presente típicamente en una cantidad menor que 1% en peso, por ejemplo, con respecto al PTFE.

45 Dispersiones adecuadas de LPTFE incluyen SFN-D, disponible de Chenguang R.I.C.I., Chengdu, 610036 P.R. China, así como TE3877N, disponible de DuPont. Otros micropolvos ilustrativos de LPTFE incluyen Dyneon TF-9207, disponible de Dyneon LLC, LDW-410, disponible de Daikin Industries, Inc., y MP-25, MP-55, MP-8T y UF 8TA, disponibles todos ellos de Laurel Products.

50 Estos fluoropolímeros tienen las características que se indican a continuación en la Tabla 1:

Tabla 1

Características de politetrafluoroetilenos ilustrativos de peso molecular bajo (LPTFE)					
LPTFE	Contenido de sólidos (% en peso)	Peso molecular (M_n) (estimado)	Tamaño medio de partícula (μm)	Agente tensioactivo (% en peso, basado en el peso de LPTFE) (tipo)	Primera temperatura de fusión (DSC) ($^{\circ}\text{C}$)
SFN-D	50	10.000 - 20.000	0,19	5%	324,5 - 326
TE3877N	60	65.000 - 70.000	0,2	6% (no iónico)	327,6
LDW-410	40	80.000 - 90.000	0,2	5%	329,4
TF-9207	100	65.000 - 70.000	13,27	N/A	327,6
MP-8T	100	aprox. 25.000	1,32	N/A	323,1
MP-10	100	100.000	0,84	N/A	330
MP-55	100	40.000 - 50.000	11,06	N/A	324,3

Características de politetrafluoroetilenos ilustrativos de peso molecular bajo (LPTFE)					
LPTFE	Contenido de sólidos (% en peso)	Peso molecular (Mn) (estimado)	Tamaño medio de partícula (µm)	Agente tensioactivo (% en peso, basado en el peso de LPTFE) (tipo)	Primera temperatura de fusión (DSC) (°C)
MP-25	100	aprox. 130.000	0,28	N/A	332
UF-8TA	100	aprox. 95.000	1,22	N/A	331,5

Tipos ilustrativos de LPTFE que pueden utilizarse en la presente invención se exponen a continuación.

5 i. LPTFE producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que no se aglomera, se irradia, o se degrada térmicamente después.

10 En una primera realización de la presente invención, el LPTFE se produce por un proceso de polimerización que es bien conocido en la técnica como polimerización en dispersión o polimerización en emulsión. Estos procesos de polimerización pueden conducirse con agentes de transferencia de cadena, que reducen el peso molecular medio de los fluoropolímeros producidos, y/o por otros métodos por los cuales el proceso de polimerización se controla para formar una dispersión líquida de partículas de PTFE polimerizadas directamente que tienen peso molecular bajo (LPTFE).

15 En estas realizaciones, el LPTFE, después de ser producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión, no se aglomera, se irradia, o se degrada térmicamente después. En particular, el LPTFE no se ha sometido a ningún paso de aglomeración durante su fabricación, y por consiguiente conserva un tamaño medio de partícula pequeño. Adicionalmente, el LPTFE no se ha sometido a degradación térmica para reducir su peso molecular. Y todavía más, el LPTFE no se ha sometido a irradiación, tal como por haces electrónicos de alta energía, a fin de reducir su peso molecular. En estas realizaciones, las dispersiones de LPTFE no exhibirán un espectro y/o se encontrarán por debajo de un límite de detección cuando se someten a espectroscopia de resonancia paramagnética de electrones (EPR) o resonancia de espín electrónico (ESR), en oposición al PTFE irradiado, que exhibirá un espectro de este tipo y/o tendrá de lo contrario radicales libres detectables.

20 Estos tipos de dispersiones de LPTFE se proporcionan como dispersiones acuosas que se obtienen por un proceso controlado de polimerización en dispersión o emulsión a fin de producir LPTFE directamente polimerizado que no se somete después a aglomeración, degradación térmica, o irradiación. Estos tipos de dispersiones de LPTFE serán reconocidos por quienes poseen una experiencia ordinaria en la técnica como distintos de otros materiales de PTFE que están disponibles comercialmente.

30 En primer lugar, estos tipos de dispersiones de LPTFE son distintos del PTFE que se produce por el proceso de polimerización bien conocido en la técnica como polimerización granular o en suspensión, que proporciona PTFE conocido en la técnica como resina PTFE granular o polvo de moldeo PTFE granular. Las resinas PTFE granulares tendrán típicamente un peso molecular alto, tal como un peso molecular medio numérico (M_n) de al menos 1.000.000 o más y una primera temperatura de fusión (T_m) mayor que 335°C, típicamente mucho mayor que 335°C. La resina de PTFE granular se proporciona típicamente en forma sólida de polvo que incluye partículas que tienen un tamaño medio de partícula de varios micrómetros, típicamente de 10 a 700 micrómetros (µm). Estas resinas pueden proporcionarse también como resinas de corte fino que tienen un tamaño medio de partícula de 20 a 40 micrómetros (µm), por ejemplo.

40 Adicionalmente, estos tipos de dispersiones de LPTFE pueden ser distintos de los materiales de peso molecular inferior preparados a partir de resinas PTFE granulares de peso molecular alto que se han degradado por irradiación o degradación térmica para formar materiales de peso molecular bajo conocidos como micropolvos de PTFE granulares, que tienen típicamente un tamaño de partícula comprendido entre 0,2 y 20 micrómetros (µm). Ejemplos de micropolvos de PTFE granulares incluyen las resinas Zonil® MP1200, MP1300, y MP1400, disponibles de DuPont (Zonil® es una marca comercial registrada de E.I. du Pont de Nemours & Co.).

45 En segundo lugar, estos tipos de dispersiones de LPTFE son también distintos de las dispersiones de PTFE de peso molecular alto producidas por polimerización en dispersión o emulsión realizada sin agentes de transferencia de cadena para polimerizar de este modo un PTFE de peso molecular alto que tiene un peso molecular medio numérico (M_n) de al menos 1.000.000 o más, y una primera temperatura de fusión (T_m) mayor que 335°C, típicamente mucho mayor que 335°C. Estas dispersiones de PTFE de peso molecular alto están estabilizadas típicamente con un agente tensioactivo tradicional presente en una cantidad mayor que 1,0% en peso, típicamente mucho mayor que 1,0% en peso.

55 Adicionalmente, estos tipos de dispersiones de LPTFE son también distintos de las dispersiones de PTFE de peso molecular alto que se producen por polimerización en dispersión o emulsión y se coagulan o aglomeran después.

Además, estos tipos de dispersiones de LPTFE son distintos de las dispersiones de PTFE de peso molecular alto que se producen por polimerización en dispersión o emulsión y se coagulan o aglomeran posteriormente, y se someten luego a degradación térmica o irradiación para formar polvos de PTFE de peso molecular bajo, conocidos en la técnica como micropolvos de PTFE, que se proporcionan como polvos sólidos que tienen un tamaño de partícula comprendido entre 0,2 y 20 micrómetros (μm), por ejemplo para uso en extrusión y otras aplicaciones. Ejemplos de micropolvos de PTFE incluyen las resinas Zonil® MP1000, MP1100, MP1500 y MP1600, disponibles de DuPont (Zonil® es una marca comercial de E.I. Du Pont de Nemours & Co.). Sin embargo, como se expone más adelante, estos tipos de micropolvos de LPTFE pueden utilizarse también en una segunda realización de la presente invención.

En tercer lugar, estos tipos de dispersiones de LPTFE son distintos de los micropolvos de LPTFE que se polimerizan por polimerización en dispersión o emulsión en presencia de agentes de transferencia de cadena, y se aglomeran después para formar micropolvos de PTFE que tienen un tamaño medio de partícula comprendido entre 0,2 y 20 micrómetros (μm), por ejemplo.

B. Fluoropolímeros procesables en fusión (MPF).

El segundo fluoropolímero de la composición de fluoropolímeros mezclados puede ser una dispersión líquida de uno o más fluoropolímeros procesables en fusión (MPF), tales como perfluoroalcoxi (PFA) (copolímeros de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluoroalquilvinil-éteres), que incluyen metilfluoroalcoxi (MFA) (un copolímero de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluorometilviniléter (PMVE)) y etilfluoroalcoxi (EFA) (un copolímero de tetrafluoroetileno (TFE) y perfluoroetilvinil-éter (PEVE)); y etileno-propileno fluorado (FEP), por ejemplo.

El MPF puede producirse por un proceso de polimerización que es bien conocido en la técnica como polimerización en dispersión o polimerización en emulsión. Estos procesos de polimerización pueden conducirse con agentes de transferencia de cadena, que reducen el peso molecular medio de los fluoropolímeros producidos, y/o por otros métodos en los que el proceso de polimerización se controla para formar una dispersión líquida o partículas de MPF polimerizadas directamente.

En la mayoría de las realizaciones, el MPF, después de producirse por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión, no se aglomera, se irradia, o se degrada térmicamente después. En particular, el MPF no habrá sido sometido a ningún paso de aglomeración durante su fabricación, y por consiguiente conserva un tamaño medio de partícula pequeño como se describe más adelante.

La dispersión líquida de MPF será una dispersión acuosa, aunque el MPF puede dispersarse en otros disolventes y/o el MPF originalmente en fase acuosa puede someterse por transferencia de fase a otro disolvente, tal como disolventes orgánicos que incluyen hexano, acetona, o un alcohol.

El MPF, cuando se produce como se ha descrito arriba, tendrá típicamente un tamaño medio de partícula de 1,0 micrómetros (μm) o menos, 0,9 micrómetros (μm) o menos, 0,75 micrómetros (μm) o menos, 0,5 micrómetros (μm) o menos, 0,4 micrómetros (μm) o menos, 0,3 micrómetros (μm) o menos, o 0,2 micrómetros (μm) o menos. En particular, el MPF puede tener un tamaño medio de partícula tan pequeño como 30, 50, 100, o 150 nm, o tan grande como 200, 250, o 350 nm, por ejemplo.

En otras realizaciones, podrían utilizarse también polvos de MPF.

El MPF puede proporcionarse en la forma de una dispersión acuosa que está estabilizada, inestabilizada, o mínimamente estabilizada. Como se utiliza en esta memoria, "inestabilizada" o "mínimamente estabilizada" se refiere a una dispersión acuosa que incluye menos de 1,0% en peso de un agente tensioactivo tradicional, tal como un agente tensioactivo no iónico o un agente tensioactivo aniónico, basado en el peso de la dispersión acuosa de MPF. En algunas realizaciones, la dispersión de MPF puede proporcionarse en la forma de una dispersión acuosa que tiene menos de 1,0% en peso de agente tensioactivo, menos de 0,8% en peso de agentes tensioactivo, menos de 0,6% en peso de agente tensioactivo, o incluso menos de 0,5% en peso de agente tensioactivo. En otras realizaciones, la dispersión de MPF puede proporcionarse en la forma de una dispersión acuosa que está "estabilizada", teniendo típicamente 1-12% en peso de agente tensioactivo.

Típicamente, la tasa de fluidez en fusión (MFR) del MPF será mayor que 0,5 g/10 min y, en una realización, puede ser aproximadamente 2 g/10 min o mayor, como se determina por ASTM D1238.

Asimismo, el MPF tendrá típicamente un contenido de comonomero, es decir, un contenido de uno o más monómeros distintos de tetrafluoroetileno (TFE), de aproximadamente 3,0% en peso o mayor, tal como 4,0% en peso o mayor, 4,5% en peso o mayor, 5,0% en peso o mayor, 5,5% en peso o mayor, o 6,0% en peso o mayor.

Dispersiones de MPF adecuadas incluyen TE7224 (PFA), disponible de DuPont, 6900Z (PFA), disponible de Dyneon LLC, TE9568, (FEP), disponible de DuPont, Neoflon ND-110 (FEP), disponible de Daikin, e Hyflon XPH 6202-1

(MFA), disponible de Solvay. Estas dispersiones de MPF tienen las características indicadas a continuación en la Tabla 2:

Tabla 2

Características de fluoropolímeros ilustrativos procesables en fusión (MPF)				
MPF (tipo)	Contenido de sólidos (% en peso)	Tamaño medio de partícula (µm)	Tasa de fluidez en fusión (MFR) (g/10 min)	Primera temperatura de fusión (DSC) (°C)
DuPont TE7224 (PFA)	58,6	0,26	2,4	313,0 (meseta 321,2)
Dyneon 6900Z (PFA)	49,4	0,31	19,4	310,25
DuPont TE9568 (FEP)	55,6	0,17	11,9	257,84
Daikin Neoflon ND-110 (FEP)	56,5	0,16	-	232,83
Solvay Hyflon XPH 6202-1 (MFA)	27,2	0,28	4,5	306,31 (meseta 287,29)

5 Para formar las composiciones de composición de fluoropolímeros mezclados de la presente invención, se mezclan una con otra una dispersión líquida de LPTFE y una dispersión líquida de MPF. Cuando se utilizan dispersiones líquidas, las dispersiones pueden tener contenidos variables de sólidos, y una persona con experiencia ordinaria en la técnica reconocerá que los pesos húmedos de las dispersiones líquidas de LPTFE y MPF pueden seleccionarse basándose en los contenidos de sólidos de las dispersiones y la ratio de porcentajes en peso relativos deseada del LPTFE y el MPF que se desea en las composiciones de mezcla resultantes.

15 Notablemente, dado que el LPTFE y el MPF se proporcionan en la forma de dispersiones líquidas que tienen los tamaños medios de partícula pequeños arriba indicados, después de la mezcladura de las dispersiones, las partículas de LPTFE y MPF se ponen en contacto unas con otras al nivel submicrométrico, antes de los pasos de procesamiento posteriores en los cuales las dispersiones se secan o se funden, por ejemplo. Como se ha expuesto anteriormente, el LPTFE y el MPF no se aglomeran antes de la mezcladura, por lo que se cree que la interacción submicrométrica del LPTFE y el MPF facilita la formación de una forma cristalina específica de la mezcla de fluoropolímeros secados o curados, que se considera importante para alcanzar los resultados ventajosos obtenidos con las presentes composiciones mezcladas.

25 Las ratios relativas, fracciones, o porcentajes en peso del LPTFE y el MPF en las composiciones de composición de fluoropolímeros mezclados descritas a continuación están basadas en el peso total de sólidos de los fluoropolímeros en el LPTFE y MPF, con exclusión de otros fluoropolímeros distintos de LPTFE y MPF así como de Componentes distintos de fluoropolímeros que puedan estar presentes, tales como agua u otros disolventes, agentes tensioactivos, pigmentos, cargas, y otras composiciones.

30 El LPTFE puede comprender tan poco como 5% en peso, 10% en peso, o 15% en peso, o tanto como 85% en peso, 90% en peso, o 95% en peso de la composición de fluoropolímeros mezclados y, en otras realizaciones, el LPTFE puede comprender entre 40% en peso y 60% en peso de la composición mezclada, entre 45% en peso y 55% en peso de la composición mezclada, o aproximadamente 50% en peso de la composición de fluoropolímeros mezclados. Así pues, el MPF puede comprender tanto como 85% en peso, 90% en peso, o 95% en peso, o tan poco como 5% en peso, 10% en peso, o 15% en peso de la composición de fluoropolímeros modificados, y, en otras realizaciones, el MPF puede comprender entre 60% en peso y 40% en peso de la composición mezclada, entre 55% en peso y 45% en peso de la composición mezclada, o aproximadamente 50% en peso de la composición de fluoropolímeros mezclados.

40 Mezclas de LPTFE y MFA pueden incluir, en una realización, desde 35% en peso a 90% en peso de MFA y desde 10% en peso a 65% en peso de LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 35 % en peso a 76 % en peso MFA y desde 24 % en peso a 65 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 56 % en peso a 76 % en peso MFA y desde 24 % en peso a 44 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 63 % en peso a 70 % en peso MFA y desde 30 % en peso a 37 % en peso LPTFE. En una realización adicional, tales mezclas pueden incluir 67 % en peso MFA y 33 % en peso LPTFE.

45 Las mezclas de LPTFE y FEP pueden incluir, en una realización, desde 25% en peso a 90% en peso de FEP, y desde 10% en peso a 75% en peso de LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 35 % en peso a 90 % en peso FEP y desde 10 % en peso a 65 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir cualquier valor desde 35 % en peso a 55 % en peso FEP y desde 45 % en peso a 65 % en peso LPTFE, o desde 60 % en peso a 90 % en peso FEP y desde 10 % en peso a 40 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir cualquier valor desde 40 % en peso a 50 % en peso FEP y desde 50 % en peso a 60 % en peso LPTFE, o desde 75 % en peso a 85 % en peso FEP y desde 15 % en peso a 25 % en peso LPTFE. En una realiza-

ción adicional, tales mezclas pueden incluir o bien 50 % en peso FEP y 50 % en peso LPTFE, o 75 % en peso FEP y 25 % en peso LPTFE.

Las mezclas de LPTFE y PFA pueden incluir, en una realización, desde 37 % en peso a 80 % en peso PFA y desde 20 % en peso a 63 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 37 % en peso a 65 % en peso PFA y desde 35 % en peso a 63 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 43 % en peso a 63 % en peso PFA y desde 37 % en peso a 57 % en peso LPTFE. En otra realización, tales mezclas pueden incluir desde 50 % en peso a 60 % en peso PFA y desde 40 % en peso a 50 % en peso LPTFE. En una realización adicional, tales mezclas pueden incluir 53 % en peso PFA y 47 % en peso LPTFE.

III. Formación y aplicación de las composiciones de recubrimiento.

Para formar la presente composición de recubrimiento, las dispersiones acuosas de los Componentes de la presente composición de recubrimiento pueden mezclarse en cualquier orden con agitación lenta, por ejemplo, o por otro método de cizalladura baja o media que minimiza el potencial de aglomeración, coagulación, o fibrilación de las partículas de fluoropolímero. Las dispersiones líquidas pueden tener contenidos variables de sólidos, y una persona con experiencia ordinaria en la técnica reconocerá que los pesos húmedos de las dispersiones líquidas de HPTFE, LPTFE y MPF pueden seleccionarse basándose en los contenidos de sólidos de las dispersiones y las ratios de porcentaje en peso relativo deseadas de los HPTFE, LPTFE y MPF que se desean en las composiciones mezcladas resultantes.

Las presentes composiciones de recubrimiento pueden incluir también Componentes o composiciones auxiliares, tales como cargas, composiciones reforzantes, pigmentos, y formadores de film, si se desea, dependiendo de la aplicación de uso final de las composiciones de recubrimiento. Las presentes composiciones de recubrimiento pueden aplicarse a sustratos rígidos, tales como baterías de cocina, fuentes de horno, moldes, pequeños aparatos eléctricos, abrazaderas, rodillos reprográficos, y otras aplicaciones.

En una realización, basada en el contenido de sólidos de todos los Componentes fluoropolímeros de las presentes composiciones de recubrimiento, el Componente base del fluoropolímero está presente en una cantidad tan pequeña como 30% en peso, 35 % en peso, 40 % en peso, 45 % en peso, 55 % en peso, 60 % en peso, o 70 % en peso, o tan grande como 80 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso, o 96 % en peso, o comprendido dentro de un intervalo definido entre cualquier par de los valores que anteceden, estando presente la composición de fluoropolímeros mezclados en una cantidad tan pequeña como 4 % en peso, 5 % en peso, 10 % en peso, o 20 % en peso, o tan grande como 30 % en peso, 40 % en peso, 45 % en peso, 55 % en peso, 60 % en peso, 65 % en peso o 70 % en peso dentro de un intervalo definido entre cualquier par de los valores que anteceden.

En realizaciones particulares, el HPTFE puede estar presente en una cantidad comprendida entre 75% en peso y 95% en peso, entre 80% en peso y 95% en peso, entre 85% en peso y 95% en peso, o entre 90% en peso y 95% en peso, basada en el contenido de sólidos de todos los Componentes fluoropolímeros de la presente composición de recubrimiento, con la composición LPTFE/MPF mezclada presente en una cantidad correspondiente comprendida entre 5% en peso y 25% en peso, entre 5% en peso y 20% en peso, entre 5% en peso y 15% en peso, o entre 5% en peso y 10% en peso, basada en el contenido de sólidos de todos los Componentes fluoropolímeros de la presente composición de recubrimiento.

Con respecto a las cantidades de LPTFE y MPF relativas una a otra, en realizaciones particulares, el LPTFE puede estar presente en una cantidad comprendida entre 33% en peso y 66% en peso, entre 40% en peso y 60% en peso, entre 45% en peso y 55% en peso, o presente en una cantidad de 50% en peso, basada en el contenido combinado de sólidos de los Componentes LPTFE y MPF, estando presente el MPF en una cantidad correspondiente de entre 33% en peso y 66% en peso, entre 40% en peso y 60% en peso, entre 45% en peso y 55% en peso, o presente en una cantidad de 50% en peso, basada en el contenido combinado de sólidos de los Componentes LPTFE y MPF. Dicho de otro modo, la ratio LPTFE/MPF puede estar comprendida entre 2:1 y 1:2, entre 1,5:1 y 1:1,5, entre 1,2:1 y 1:1,2, o puede ser 1:1 basada en el contenido combinado de sólidos de los Componentes LPTFE y MPF.

La composición de recubrimiento puede prepararse por cualquier técnica estándar de formulación tal como simple adición y mezcladura con cizalladura bajo. La composición de recubrimiento puede aplicarse sobre una capa base o imprimación y/o una capa intermedia por cualquier técnica conocida, y se cura luego para proporcionar el sustrato recubierto con un recubrimiento que tiene mejoras en brillo, comportamiento antiadherente, y resistencia a la abrasión y al rayado. Las composiciones particulares del imprimación y/o la capa intermedia pueden variar ampliamente y no se considera que sean críticas con respecto a las propiedades mejoradas demostradas por los recubrimientos descritos en esta memoria.

Las presentes composiciones de recubrimiento se curarán típicamente por calentamiento a una temperatura de 400-430° durante entre 3 y 15 minutos, dependiendo del espesor aplicado y la temperatura de curado. Los presentes recubrimientos se aplican típicamente hasta un espesor de film seco (TFT) comprendido entre 10 y 30 minutos, dependiendo de la aplicación.

Se ha encontrado que la mezcla de las dispersiones facilita la interacción de los HPTFE, LPTFE y MPF a un nivel submicrométrico para facilitar una mezcla íntima de tal modo que, cuando la composición de fluoropolímeros mezclados se seca, se forma una estructura cristalina que representa una verdadera aleación de los fluoropolímeros, que tiene características de fusión que difieren de las de los fluoropolímeros individuales. La composición de fluoropolímeros mezclados puede utilizarse para proporcionar un recubrimiento que tiene resistencia a la abrasión y brillo mejorados, y ángulos de contacto mayores.

IV. Propiedades de recubrimiento.

La presente composición de recubrimiento, cuando se aplica a un sustrato, sea directamente al sustrato o sobre un recubrimiento subyacente, exhibe un ángulo de contacto de al menos 110°, y puede tener un ángulo de contacto de al menos 120°, 125°, 130°, 135°, o 140°, por ejemplo, tal como se mide para una gotita de agua de acuerdo con la Relación de Young. El ángulo de contacto puede medirse de acuerdo con ASTM D7334-08 con cualquier instrumento adecuado disponible comercialmente, tal como el sistema de "Análisis de Forma de la Gota" (DSA10), disponible de Kruss GmbH de Hamburgo, Alemania.

La presente composición de recubrimiento, cuando se aplica a un sustrato, sea directamente al sustrato o sobre un recubrimiento subyacente, exhibe una rugosidad superficial (Ra, desviación de la media aritmética del perfil de rugosidad, medida en nanómetros (nm)) menor que 100 nm, y puede tener una rugosidad superficial menor que 80 nm, 60 nm, o 50 nm, por ejemplo, como se determina por perfilometría láser, por ejemplo, de acuerdo con ASME Y 14.36M -1996, o ISO-1302:2002.

La presente composición de recubrimiento, cuando se aplica al sustrato, sea directamente al sustrato o sobre un recubrimiento subyacente, exhibe un brillo medido, en % de reflectancia, de al menos 15, y puede tener un brillo medido de al menos 25, 30, 35, 40, ó 45, por ejemplo, como se mide a 60° con cualquier instrumento adecuado disponible comercialmente, tal como un glosímetro Microgloss 60°, disponible de Byk-Gardner, de acuerdo con los estándares siguientes: BS3900/D5, DIN EN ISO 2813, DIN 67530, EN ISO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064, y TAPPI T 480. Las unidades de medida se expresan como % de reflectancia.

Otros métodos, algo más subjetivos de caracterización de los recubrimientos formados por las presentes composiciones de recubrimiento, se exponen en detalle en los ejemplos que siguen.

Ejemplos 1-7

Los ejemplos no limitantes siguientes ilustran diversos rasgos y características de la presente invención, que no debe considerarse como limitada a los mismos. A lo largo de los ejemplos y en otros puntos de esta memoria, los porcentajes se expresan en peso a no ser que se indique otra cosa.

Ejemplo 1

Formulación de capas de acabado y aplicación a sustratos rígidos

En este ejemplo, se aplicaron capas de acabado producidas de acuerdo con la presente invención sobre recubrimientos base convencionales ("capas base") a sustratos rígidos en forma de planchas de aluminio. Las capas de acabado formuladas de acuerdo con la presente invención se evaluaron contra capas de acabado de control.

A. Descripción de la Capa Base.

Es bien conocido en la técnica que pueden prepararse soluciones acuosas de ácido poliámico por la disolución de un polvo de poliamida-imida (PAI) en agua, tal como Torlon® AI-10, disponible de Solvay Advanced Polymers, LLC (Torlon® es una marca comercial registrada de Solvay Advanced Polymers, LLC) en presencia de diversos Componentes que incluyen aminas, tales como dimetiletanolamina (DMAE) y codisolventes, tales como alcohol furfúrico y n-metil-pirrolidona (NMP). Una descripción más detallada de la preparación de soluciones acuosas de PAI puede encontrarse en la Patente U.S. No. 4.014.834. La solución de ácido poliámico puede formularse luego en una capa base por adición de diversas composiciones.

Las formulaciones de capa de acabado se aplicaron como recubrimiento sobre una de las dos capas base (capa base A o capa base B) preparadas como se ha descrito arriba y se formularon como se expone a continuación en la Tabla 3.

Tabla 3

Formulaciones de Capa Base		
	Capa Base A	Capa Base B
Componente	% en Peso	% en Peso
Agua desionizada	57,47	57,81
Negro de carbono	0,56	0,51
Dispersión de PTFE (60% de sólidos)	11,5	9,2
Dispersión de FEP (54,5% de sólidos)	6,8	5,2
Antiespumante Foamblast 389	0,07	0,05
Surfynol 440	1,09	0,79
Agente tensioactivo no iónico de octilfenoxipolietoxi	0,15	0,11
Polvo Torlon AI-10	6,7	5,8
NMP	4,76	3,83
Alcohol furfurílico	1,83	1,54
Dimetilaminoetanol (DMAE)	1,83	1,53
Resina PES	1,39	nada
Sílice coloidal (30% de sólidos)	nada	7,3
Alúmina (0,35-0,5 micrómetros)	3,62	4,33
Azul Ultramar	2,79	2

- 5 Se prepararon muestras de test por pulverización de capa base A o capa base B sobre planchas de aluminio limpiadas previamente, seguido por calentamiento en un horno a 100°C durante 2 minutos. Las capas de acabado 1-10 se aplicaron sobre la capa base A, mientras que las capas de acabado 11-17 se aplicaron sobre la capa base B.

B. Aplicación de las Capas de Acabado.

- 10 Las capas de acabado formuladas como se describe a continuación se aplicaron a las muestras de test por pulverización. Los planchas recubiertos se curaron luego durante 10 minutos en un horno a 430°C. Tal como se aplicó, el espesor de film seco (DFT) de la capa base era aproximadamente 8 µm, y el de las capas de acabado era aproximadamente 25 µm.

- 15 Se prepararon capas de acabado ilustrativas utilizando una combinación de tres dispersiones de fluoropolímero y una base de capa de acabado. Los Componentes fluoropolímeros de las capas de acabado incluían uno o más de los siguientes: una o más dispersiones de PTFE de peso molecular alto (HPTFE), una o más dispersiones de fluoropolímero procesable en fusión (MPF), ilustradas en esta memoria como perfluoro-alcoxi (PFA), y una o más dispersiones de PTFE de peso molecular bajo (LPTFE).

- 20 Una primera serie de capas de acabado, designadas capas de acabado 2-10 más adelante, se formularon utilizando LPTFE producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que no se aglomera, irradia, o degrada térmicamente después. Una segunda serie de capas de acabado, designadas capas de acabado 11-17 más adelante, se formularon utilizando micropolvos de LPTFE.

- 25 1. Capas de acabado formuladas con LPTFE producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que no se aglomera, irradia, o degrada térmicamente después

- 30 Además del Componente HPTFE, las presentes capas de acabado incluyen una mezcla de los Componentes MPF y LPTFE. En algunas de las formulaciones descritas más adelante, la ratio de MPF y LPTFE varía mientras que la cantidad de HPTFE utilizada se mantiene constante. En otras formulaciones descritas más adelante, la ratio de MPF y LPTFE se mantiene constante mientras que la cantidad de HPTFE utilizada varía.

- 35 La fórmula para la base de las capas de acabado, utilizada en cada formulación de capa de acabado del presente ejemplo, se expone a continuación en la Tabla 4.

Tabla 4

Base de Capa de Acabado	
Componente	% en Peso
Antiespumante Foamblast 384E	0,31
Agua desionizada	59
Espesante Carbopol EP-1	0,93
Resina acrílica	10,96
Negro de carbono	2,61
Agente tensioactivo no iónico de octilfenoxipolietoxi	2,73
Polietilenglicol	2,64
Trietanolamina	6,99
Ácido oleico	2,02
Etilhexanoato de cerio al 12%	1,8
Agente tensioactivo Surfynol 440	1,71
Aromático 100	4,6
DGBE glicoléter	3,7

5 Se investigaron diversas ratios de mezcla de fluoropolímeros por combinación de la base de capa de acabado con ratios variables de los Componentes HPTFE, LPTFE y MPF (PFA). Expresados como porcentajes en peso, los Componentes fluoropolímeros totalizaban 67,8% en peso de la fórmula del ejemplo, mientras que la base de la capa de acabado comprendía el 32,2% en peso restante de cada formulación de capa de acabado, conforme a la Tabla 5 siguiente.

10

Tabla 5

Ejemplo de fórmula de capa de acabado	
Componente	% en Peso
Dispersión de HPTFE	% en Peso combinado de fluoropolímeros = 67,8
Dispersión de LPTFE	
Dispersión de MPF (PFA)	
Base de Capa de Acabado	32,2

15 En las formulaciones de capa de acabado, el Componente HPTFE era una dispersión de PTFE D-310 de Daikin (60% de sólidos), el Componente LPTFE era una dispersión SFN-D PTFE (50% de sólidos) y el Componente MPF era de Tipo 1 (dispersión de PFA Dyneon 6900Gz (50% de sólidos)) o Tipo 2 (dispersión de PFA DuPont TE7224 (60% de sólidos)).

20 Las Tablas 6 y 7 siguientes contienen datos de formulación y comportamiento acerca de las diversas capas de acabado de los ejemplos a las que se hará referencia en los ejemplos adicionales que se describen más adelante. Los procedimientos de test para los datos de comportamiento se exponen en la sección de Métodos de Test siguiente.

Tabla 6

Capas de acabado de los ejemplos 1-5					
Capa de acabado del ejemplo	1 (Control)	2	3	4	5
HPTFE, % en Peso húmedo	63,7	61,3	63,6	46,2	32,3
LPTFE, % en Peso húmedo	0	2,4	4,2	11,2	18,3
MFP, % en Peso húmedo	4,1	4,1	0	10,4	17,2
MFP tipo	1	1		2	2

<u>Capas de acabado de los ejemplos 1-5</u>					
Capa de acabado del ejemplo	1 (Control)	2	3	4	5
Base de Capa de Acabado (Tabla 2), % en Peso	32,2	32,2	32,2	32,2	32,2
Evaluación del test de desprendimiento de huevo seco, (1-5, con 5 mejor)	4	5	5	4,5	3
Test de Abrasión Alternativa, ciclos RAT húmedos/ μm DFT	98	161	233	101	65
Test de Adhesión al Rayado Mecánico, Evaluación = 1-9, con 9 mejor	6	8	5	5	6
Brillo a 60°	42	40	46	30	22
Ángulo de contacto, °	129	131	112	130	131

Tabla 7

<u>Capas de acabado de los ejemplos 6-10</u>					
Capa de acabado del ejemplo	6	7	8	9	10
HPTFE, % en Peso húmedo	19,1	35,2	32	60,4	52,1
LPTFE, % en Peso húmedo	25	16,3	23	3,8	6,3
MFP, % en Peso húmedo	23,7	16,3	12,8	3,6	9,4
MFP tipo	2	2	2	2	1
Base de Capa de Acabado (Tabla 2), % en Peso	32,2	32,2	32,2	32,2	32,2
Evaluación del test de desprendimiento de huevo seco, (1-5, con 5 mejor)	1,2	1,2	2,5	5	5
Test de Abrasión Alternativa, ciclos RAT húmedos/ μm DFT	134	60	58	126	113
Test de Adhesión al Rayado Mecánico, Evaluación = 1-9, con 9 mejor	4	4,5	4	8	6
Brillo a 60°	19	36	19	44	48
Ángulo de contacto, °	122	117	142	131	126

2. Capas de acabado formuladas con micropolvos LPTFE.

5

Se formularon dispersiones de micropolvos LPTFE de acuerdo con la Tabla 8 siguiente:

Tabla 8

<u>Dispersión de Micropolvo LPTFE</u>	
Componente	% en Peso
Agua desionizada	47,7
Surfynol 440	1,5
Triton X-100	0,6
Foamblast 384E	0,2
Micropolvo LPTFE	50,0

10

Se prepararon dispersiones al 50% suspendidas en agua utilizando un dispersor para mojar inicialmente los micropolvos. Después del mojado, las dispersiones se llevaron a un mezclador Silverson y se continuó la dispersión utilizando el tamiz #2 (los tamices están numerados 1-4, siendo 4 el tamaño de malla mayor). Estas premezclas se dispersaron con el mezclador Silverson a velocidad 50% durante 30 minutos.

15

Se formularon luego las capas de acabado según la Tabla 9 siguiente utilizando la misma base de capa de acabado arriba descrita y se aplicaron a muestras de test utilizando el mismo procedimiento descrito anteriormente.

Tabla 9

<u>Capa de Acabado de Micropolvo LPTFE</u>	
Componente	% en Peso
Dispersión de PTFE Daikin D310 (HPTFE)	60,0

Capa de Acabado de Micropolvo LPTFE	
Componente	% en Peso
Dispersión de PFA (MPF) en la Tabla 12 siguiente	4,1
Dispersión de Micropolvo PTFE (LPTFE)	3,6
Base de Capa de Acabado	32,3

Los micropolvos evaluados se indican en la Tabla 10 siguiente.

Tabla 10

Micropolvos LPTFE evaluados			
Micropolvo Utilizado	Contenido de sólidos (% en Peso)	Tamaño medio de partícula, μm	Primera temperatura de fusión (DSC), °C
Laurel MP-8T	100,0	1,32	323,1
Laurel MP-55	100,0	0,84	324,3
Laurel MP-25	100,0	0,28	332
Laurel UF-8TA	100,0	1,22	331,5
Dyneon 9207	100,0	13,27	327,6
Laurel MP-10	100,0	11,06	330

5

La Tabla 11 siguiente contiene datos de formulación y comportamiento acerca de las diversas capas de acabado de los ejemplos que se formularon con los micropolvos de LPTFE indicados.

Tabla 11

Capas de acabado de los ejemplos 11-15							
Capa de acabado del ejemplo	11 (control)	12	13	14	15	16	17
HPTFE, % en peso de sólidos del componente FP	94	90	90	90	90	90	90
MPF, % en peso de sólidos del componente FP	6	5	5	5	5	5	5
Micropolvo LPTFE, % en peso de sólidos del componente FP	0	5	5	5	5	5	5
Micropolvo y tipo de polimerización (S-suspensión, D-dispersión)	Nada	MP-8T (S)	MP-55 (D)	MP-25 (D)	UF-8TA (D)	9207 (D)	MP-10 (S)
Test de Desprendimiento de Huevo Seco, Evaluación = 1-5, con 5 mejor	4,0	1,4	3,4	4,4	5	4,8	4,8
Test de Adhesión al Rayado Mecánico, Evaluación = 1-9, con 9 mejor	6	6	6	6	6	6	6
Brillo a 60°	32	32	32	38	33	33	27
Ángulo de contacto, °	129	132	126	129	130	129	126

10

Se verá por los datos anteriores que los resultados del test de rayado mecánico para las capas de acabado 11-17, que se formularon con micropolvos LPTFE, tienden a ser menores que los resultados óptimos observados para las capas de acabado 2-10, que se formularon con LPTFE producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que no se aglomera, irradia, o degrada térmicamente después. No obstante, las capas de acabado 15, 16 y 17, formuladas con los micropolvos LPTFE UF-8TA, 9207, y MP-10, respectivamente, que tienen pesos moleculares relativamente mayores y temperaturas de primera fusión (T_m) entre los micropolvos LPTFE testados,

15

demostraban todavía un comportamiento aceptable en los tests de la Tabla 11, que son particularmente pertinentes para aplicaciones de baterías de cocina. Esto indica que los micropolvos de LPTFE que tienen temperaturas de primera fusión (T_m) entre 327°C y 332°C son quizás más adecuados idealmente en estas aplicaciones.

5 Asimismo, las capas de acabado 12 y 13, formuladas con los micropolvos de LPTFE MP-8T y MP-55, respectivamente, tienen pesos moleculares relativamente más bajos y temperaturas de primera fusión (T_m) de los micropolvos LPTFE testados. Las formulaciones basadas en tales materiales de peso molecular bajo tienen cierta tendencia a reblandecerse en condiciones de cocinado en hornillo de encimera, lo que da como resultado el comportamiento de desprendimiento deficiente observado. Sin embargo, podría esperarse todavía que tales formulaciones tengan utilidad a temperaturas de servicio más bajas.

La Tabla 12 siguiente es un sumario de los porcentajes en peso relativos de los Componentes fluoropolímeros de las capas de acabado 1-17.

15

Tabla 12

Sumario de formulación de fluoropolímeros para las capas de acabado 1-17							
Capa de acabado	HPTFE % en peso de sólidos FP totales	LPTFE % en peso de sólidos FP totales	MPF % en peso de sólidos FP totales	LPTFE % en peso de LPTFE y MPF	MPF % en peso de LPTFE y MPF	LPTFE TIPO	MPF TIPO
1 (control)	94,0	0,0	6,0	0,0	100,0	NADA	TE7224
2	91,9	3,0	5,1	36,9	63,1	SFN-D	6900GZ PFA
3	94,8	5,2	0,0	100,0	0,0	SFN-D	NADA
4	70,1	14,2	15,8	47,3	52,7	SFN-D	TE7224
5	49,9	23,6	26,6	47,0	53,0	SFN-D	TE7224
6	30,0	32,7	37,2	46,8	53,2	SFN-D	TE7224
7	54,1	20,9	25,0	45,5	54,5	SFN-D	TE7224
8	50,0	30,0	20,0	60,0	40,0	SFN-D	TE7224
9	89,9	4,7	5,4	46,8	53,2	SFN-D	TE7224
10	78,1	7,9	14,1	35,8	64,2	SFN-D	TE7224
11 (control)	94,0	0,0	6,0	0,0	100,0	NADA	TE7224
12	90,0	5,0	5,0	50,0	50,0	MP-8T	TE7224
13	90,0	5,0	5,0	50,0	50,0	MP-55	TE7224
14	90,0	5,0	5,0	50,0	50,0	MP-25	TE7224
15	90,0	5,0	5,0	50,0	50,0	UF-8TA	TE7224
16	90,0	5,0	5,0	50,0	50,0	TF-9207	6900GZ PFA
17	90,0	5,0	5,0	50,0	50,0	MP-10	TE7224

Ejemplos 2-7

En los Ejemplos 2-7 siguientes, se exponen con mayor detalle los datos de comportamiento de las capas de acabado 1-10.

Ejemplo 2

Comparación entre una capa de acabado de control que carece de la mezcla LPTFE/MPF y una capa de acabado que incluye la mezcla LPTFE/MPF

Una comparación entre las características de comportamiento de una capa de acabado de control (capa de acabado 1) que carece de LPTFE y una capa de acabado (capa de acabado 2) que incluye LPTFE se muestra a continuación en la Tabla 13.

30

Tabla 13

Método de Test	Test de Desprendimiento de Huevo Seco (Evaluación 1-5, con 5 mejor)	Test de Adhesión al Rayado Mecánico (Evaluación 1-9, con 9 mejor)	Test de Abrasión Alternativa (ciclos RAT húmedos/ μ m DFT)	Brillo a 60°	Ángulo de contacto, °
Capa de acabado 1 (control)	4	6	98	42	129
Capa de acabado 2	5	8	161	40	131

5 A partir de un examen de los datos contenidos en la Tabla 13, es inmediatamente evidente que la adición de una pequeña cantidad de una mezcla de fluoropolímeros LPTFE/MPF de acuerdo con la presente invención a la formulación de recubrimiento da como resultado mejoras espectaculares en las propiedades de resistencia a la abrasión y desprendimiento del recubrimiento. Los tests RAT y de rayado mecánico son tests tradicionales utilizados para medir la resistencia a la abrasión y durabilidad de un sistema dado. En ambos casos, la capa de acabado 2 exhibía una mejora significativa en resistencia a la abrasión y tenacidad frente al control.

10 La facilidad de limpieza o separación de los alimentos cocinados de una superficie antiadherente se denomina "desprendimiento". Tanto el test de leche quemada (que se muestra en la Tabla 19 siguiente) como los tests de desprendimiento de huevo seco están reconocidos por la industria de las baterías de cocina como medidas de desprendimiento válidas. Una mejora espectacular en el desprendimiento tal como se mide por el test de leche quemada se observó para la capa de acabado 2 frente al control. Una mejora similar, pero menos espectacular en el desprendimiento como se mide por el test de desprendimiento de huevo seco se observó para la capa de acabado 2.

20 Ejemplo 3

Investigación de la variación de la cantidad de LPTFE en la mezcla LPTFE/MPF

25 Se estudió el efecto de la adición de LPTFE a capas de acabado basadas en HPTFE. Se preparó una capa de acabado 3 por una sustitución porcentual de LPTFE en lugar del Componente MPF en la capa de acabado 1. La capa de acabado 3 se comparó con la capa de acabado 1 por evaluación de la resistencia a la abrasión, la adhesión al rayado mecánico y las propiedades de desprendimiento de huevo seco. Se prepararon planchas y cazuelas de test por pulverización de la capa base A sobre un sustrato de plancha de aluminio limpiado previamente, seguido por calentamiento en un horno a 100°C durante 2 minutos.

30 Se aplicaron luego las capas de acabado 1 y 3 a muestras de test respectivas por pulverización de los sustratos imprimados y enfriados con la capa de acabado a evaluar, cuyos Componentes se describen en la Tabla 6 anterior. Los sustratos recubiertos se curaron durante 10 minutos en un horno a 430°C. Tal como se aplica, el espesor de film seco (DFT) de la capa base era aproximadamente 8 μ m, y el de las capas de acabado era aproximadamente 25 μ m. Una comparación entre las características de comportamiento se presenta a continuación en la Tabla 14.

35

Tabla 14

Método de Test	Test de Desprendimiento de Huevo Seco (Evaluación 1-5, con 5 mejor)	Test de Adhesión al Rayado Mecánico (Evaluación 1-9, con 9 mejor)	Test de Abrasión Alternativa (ciclos RAT húmedos/ μ m DFT)	Brillo a 60°	Ángulo de contacto, °
Capa de acabado 1 (control)	4	6	98	42	129
3	5	5	233	46	112

40 Por un examen de la Tabla 14, es inmediatamente evidente que el reemplazamiento del Componente MPF por LPTFE en la capa de acabado 1, como se ilustra por la capa de acabado 3, da como resultado una formulación de capa de acabado que exhibe mejoras en las propiedades de desprendimiento y abrasión, pero exhibe también una disminución en la durabilidad, como se refleja en el test de adhesión al rayado mecánico.

45 Si bien la resistencia a la abrasión y el desprendimiento son características importantes de los recubrimientos, el test de adhesión al rayado mecánico simula más estrechamente el uso y abuso de las baterías de cocina por los usuarios.

Ejemplo 4

Optimización de la mezcla de fluoropolímeros y niveles de HPTFE

Se evaluaron variaciones en las ratios de mezcla de fluoropolímeros de las capas de acabado al nivel del Componente HPTFE en cuanto a resistencia a la abrasión, adhesión al rayado mecánico, y desprendimiento. Se prepararon planchas y cazuelas de test por pulverización de la capa base A sobre un sustrato limpiado previamente, seguido por calentamiento en un horno a 100°C durante 2 minutos.

Se aplicaron luego las capas de acabado por pulverización de los sustratos imprimados y enfriados con la capa de acabado a evaluar, cuyas formulaciones se describen en la Tablas 6 y 7 anteriores. Los sustratos recubiertos se curaron durante 10 minutos en un horno a 430°C. Tal como se aplicó, el espesor de film seco (DFT) de la capa base era aproximadamente 8 µm, y el de las capas de acabado era aproximadamente 25 µm. Una comparación entre las características de comportamiento se expone a continuación en la Tabla 15.

Tabla 15

Método de Test	Test de Desprendimiento de Huevo Seco (Evaluación 1-5, con 5 mejor)	Test de Adhesión al Rayado Mecánico (Evaluación 1-9, con 9 mejor)	Test de Abrasión Alternativa (ciclos RAT húmedos/µm DFT)	Brillo a 60°	Ángulo de contacto, °
Capa de acabado 1 (control)	4	6	98	42	129
Capa de acabado 7	1,2	4,5	60	36	117
Capa de acabado 8	2,5	4	58	19	142
Capa de acabado 4	4,5	5	101	30	130
Capa de acabado 10	5	6	113	48	126
Capa de acabado 9	5	8	126	44	131

El examen de la Tabla 15 muestra que la capa de acabado 9 que contenía aproximadamente 5% de LPTFE y 5% en peso de PFA del fluoropolímero total producía la mejor combinación global de propiedades. En general, donde HPTFE > 60% en peso de fluoropolímeros en recubrimientos que contienen a la vez LPTFE y MPF, se observó cierta mejora en las propiedades frente al control. La Tabla 11 indica también que es preferible una ratio aproximada 1:1 de MPF:LPTFE. El nivel de HPTFE para propiedades óptimas se da a continuación en el Ejemplo 5.

Ejemplo 5

Evaluación de una mezcla de fluoropolímeros fijada (ratio 1:1 de LPTFE a MPF) para niveles variables de HPTFE

Se investigaron las variaciones en la cantidad del Componente HPTFE utilizado en las formulaciones de capa de acabado, con los Componente LPTFE y MPF presentes en una ratio constante de aproximadamente 1:1, en cuanto a resistencia a la abrasión, adhesión al rayado mecánico, y desprendimiento. Se prepararon planchas y cazuelas de test por pulverización de capa base A sobre un sustrato limpiado previamente, seguido por calentamiento en un horno a 100°C durante 2 minutos.

Se aplicaron luego las capas de acabado por pulverización de los sustratos imprimados y enfriados con la capa de acabado a evaluar, cuyas formulaciones se describen anteriormente en las Tablas 6 y 7. Los sustratos recubiertos se curaron durante 10 minutos en un horno a 430°C. Tal como se aplicó, el espesor de film seco (DFT) de la capa base era aproximadamente 8 µm, y el de las capas de acabado era aproximadamente 25 µm. Una comparación entre las características de comportamiento se presenta a continuación en la Tabla 16.

Tabla 16

Método de Test	Test de Desprendimiento de Huevo Seco (Evaluación 1-5, con 5 mejor)	Test de Adhesión al Rayado Mecánico (Evaluación 1-9, con 9 mejor)	Test de Abrasión Alternativa (ciclos RAT húmedos/ μm DFT)	Brillo a 60°	Ángulo de contacto, °
Capa de acabado 6	1.2	4	134	19	122
Capa de acabado 5	3	6	65	22	131
Capa de acabado 4	4.5	5	101	30	130
Capa de acabado 10	5	6	113	48	126
Capa de acabado 9	5	8	126	44	131

5 La Tabla 16 presenta los resultados de test que indican que cuando la mezcla de fluoropolímeros se halla en la ratio 1:1 preferida, el nivel preferido de HPTFE es > 80% del contenido total de fluoropolímero en la capa de acabado.

Ejemplo 6

Investigación de la lisura de las capas de acabado modificadas con la mezcla de fluoropolímeros

10 Se ha encontrado que capas de acabado modificadas con mezcla de fluoropolímeros formuladas de acuerdo con la presente invención exhiben un brillo similar a, o mayor que las capas de acabado convencionales formadas análogamente sin el Componente de LPTFE. Las capas de acabado formuladas de acuerdo con la presente invención exhiben también una sensación táctil más suave comparadas con capas de acabado convencionales no modificadas.

15 Las capas de acabado formuladas de acuerdo con la presente invención exhiben una lisura mejorada comparada con las capas de acabado no modificadas cuando las áreas testadas de las capas de acabado se observan visualmente después de test de rayado mecánico acelerados, se relazaron sobre un sustrato al que se aplicaron las capas de acabado. Sin embargo, debido a que estas observaciones sean subjetivas, se emprendieron en el presente ejemplo comparaciones de perfilómetro láser de las capas de acabado de control y capas formuladas de acuerdo con la presente invención utilizando un Perfilómetro Óptico Wyko 1100 fabricado por Veeco.

20 Fig. 1 es una imagen de perfilómetro láser de la capa de acabado de control. La capa de acabado 1, y Fig. 2 es una imagen de perfilómetro láser de una capa de acabado formulada de acuerdo con la presente invención, capa de acabado 2.

Las 3 medidas de rugosidad superficial que siguen se exponen en las Figuras 1 y 2, así como la Tabla 17 siguiente.

- 30
- Ra = desviación de la media aritmética del perfil de rugosidad, medida en nanómetros (nm).
 - Rq = desviación cuadrática media de la raíz del perfil de rugosidad, medido en nanómetros (nm).
 - Rq = la suma de la altura pico del perfil máximo y la profundidad valle del perfil máximo en el área de evaluación, medida en micrómetros (μm).

Tabla 17

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

A partir del examen de la Tabla 17, es inmediatamente evidente que la capa de acabado 2 es mucho más lisa que la capa de acabado de control 1.

40 Ejemplo 7

Estudio de los efectos de los contenidos relativos de Componentes fluoropolímeros sobre las propiedades de los recubrimientos

45 Los datos presentados en los Ejemplos 1-6 en conexión con las capas de acabado 1-10 se resumen en las Figs. 3-17 en forma de gráficos en los que se representan los contenidos relativos de los diversos Componentes

fluoropolímeros de las presentes composiciones de recubrimiento frente a las propiedades medidas de los recubrimientos.

En particular, Figs. 3-7 muestran propiedades medidas para las capas de acabado representadas en función del % en peso del Componente HPTFE, Figs. 8-12 muestran las propiedades medidas para las capas de acabado representadas en función del % en peso del Componente LPTFE, y Figs. 13-17 muestran las propiedades medidas para las capas de acabado representadas en función del % en peso del Componente MPF. Figs. 3-17 muestran en general que pueda obtenerse una combinación global de propiedades deseadas cuando el Componente fluoropolímero de la mezcla contiene entre 2 y 20% en peso de LPTFE y entre 2 y 20% en peso de MPF.

Ejemplo 8

Gráficas de control de los Componentes fluoropolímeros sobre las propiedades de recubrimiento

Figs. 18-23 muestran gráficas de control en conexión con las capas de acabado 1-10 para Desprendimiento de Huevo, tests RAT, Test de Rayado Mecánico, Brillo, Ángulo de Contacto y "Todos los Datos Normalizados" respectivamente en función de los porcentajes en peso de los sólidos secos de los Componentes MPF (PFA) y LPTFE de las capas de acabado. El último término, " Todos los Datos Normalizados" se obtiene a partir de la ecuación siguiente:

Ecuación 1: Cálculo de Todos los Datos Normalizados

Media $\frac{\{[\text{Desprendimiento de Huevo Seco} - \text{Mínimo (desprendimiento de Huevo Seco)}]\}}{[\text{Máximo (desprendimiento de Huevo Seco)} - \text{Mínimo (desprendimiento de Huevo Seco)}]}$,

$\frac{[\text{Ciclos RAT húmedo}/\mu\text{m DFT} - \text{Mínimo (RAT húmedo)}]}{[\text{Máximo (RAT húmedo)} - \text{Mínimo (RAT húmedo)}]}$,

$\frac{[\text{MSAT} - \text{Mínimo (MSAT)}]}{[\text{Máximo (MSAT)} - \text{Mínimo (MSAT)}]}$,

$\frac{[\text{Brillo a } 60^\circ - \text{Mínimo (Brillo a } 60^\circ)]}{[\text{Máximo (Brillo a } 60^\circ) - \text{Mínimo (Brillo a } 60^\circ)]}$,

$\frac{[\text{Ángulo de Contacto} - \text{Mínimo (Ángulo de Contacto)}]}{[\text{Máximo (Ángulo de Contacto)} - \text{Mínimo (Ángulo de Contacto)}]}$,

(MSAT es el test de adhesión al rayado mecánico)

Es decir, para cada test los [valores reales - valor mínimo de todos los datos de dicho test] medidos para todas las muestras se dividen por el intervalo de valores para dicho test, que normaliza los datos en un intervalo 0-1. A continuación, para combinar todos los tests en un solo valor, se toma la media de todos los valores normalizados.

El examen de Figs. 18-23 revela que Brillo, RAT y Comportamiento de Rayado Mecánico se corresponden con desprendimiento satisfactorio de huevo seco, mientras que existe una coloración algo menos pronunciada entre ángulo de contacto y desprendimiento de huevo.

Fig. 23 muestra los datos normalizados obtenidos por la Ecuación 1 anterior, en la cual puede verse que, en una realización, se obtiene una combinación ventajosa de propiedades por una capa de acabado que incluye aproximadamente entre 5% en peso y 15% en peso de LPTFE y entre 5% en peso y 15% en peso de MPF, siendo el resto HPTFE, basado en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en la capa de acabado.

Ejemplo 9

Formulaciones Adicionales de Capas de Acabado

La Tabla 18 siguiente expone formulaciones para capas de acabado adicionales preparadas como se ha descrito arriba. Las capas de acabado 1-10 son una repetición de las capas de acabado 1-10 de los ejemplos anteriores, y se incluyen a continuación junto con formulaciones adicionales, todas las cuales están formuladas con LPTFE producido por polimerización en dispersión o polimerización en emulsión y que no se aglomeró, irradió, o degradó térmicamente después. Las capas de acabado 11-17 de los ejemplos anteriores se han omitido de la Tabla 18 dado que las mismas están formuladas con micropolvos de LPTFE. Las capas de acabado 18-52 siguientes se prepararon utilizando la capa base A o B del Ejemplo 1 como se define en la clave para las Tablas 18 y 19, a continuación.

Tabla 18

Formulaciones adicionales de capas de acabado

Capa de acabado #	Tipo de capa de acabado	(A) LPTFE	(B) HPTFE	(C) PFA	(D) SFN-DNs	(E) SFN-D	(F) LDW-410	(G) TE-3887N	(H) 6900GZ	(I) TE7224	(J) D-310	(K) TF5035Z	(L) SFN-CO1
1	6900 D310	0	0.949	0.051	0	0	0	0	4.1	0	76.6	0	0
1	6900 D310	0	0.949	0.051	0	0	0	0	4.1	0	76.6	0	0
1	6900 D310	0	0.949	0.051	0	0	0	0	4.1	0	76.6	0	0
1	6900 D310	0	0.949	0.051	0	0	0	0	4.1	0	76.6	0	0
2	SFND 6900 D310	0.03	0.93	0.04	2.4	0	0	0	3.2	0	74.8	0	0
2	SFND 6900 D310	0.03	0.93	0.04	2.4	0	0	0	3.2	0	74.8	0	0
3	SFND D310	0.052	94.8	0	4.2	0	0	0	0	0	76.6	0	0
4	SFND 7224 D310	0.141	0.7	0.159	0	11.7	0	0	0	11.8	57.7	0	0
5	SFND 7224 D310	0.235	0.5	0.265	0	19.7	0	0	0	19.5	41.9	0	0
6	SFND 7224 D310	0.327	0.3	0.373	0	26.4	0	0	0	30.1	24.2	0	0
7	SFND 7224 D310	0.209	0.54	0.251	0	17.1	0	0	0	20.5	44.1	0	0
8	SFND 7224 D310	0.3	0.5	0.2	0	24.9	0	0	0	14.6	41.6	0	0
9	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	73.2	0	0
9	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	73.2	0	0
10	SFND 6900 D310	0.08	0.8	0.12	6.5	0	0	0	9.7	0	64.4	0	0
10	SFND 6900 D310	0.08	0.8	0.12	6.5	0	0	0	9.7	0	64.4	0	0
18	SFND 7224 D310	0.1	0.5	0.4	0	8	0	0	0	32.2	40.3	0	0
19	SFND 6900 D310	0.06	0.88	0.06	4.8	0	0	0	4.8	0	70.6	0	0
20	SFND 6900 D310	0.06	0.88	0.06	4.8	0	0	0	4.8	0	70.6	0	0
21	SFND 7224 D310	0.14	0.7	0.16	0	11.3	0	0	0	12.9	56.5	0	0
25	SFND 6900 D310	0.04	0.88	0.08	3.2	0	0	0	6.5	0	70.9	0	0
25	SFND 6900 D310	0.04	0.88	0.08	3.2	0	0	0	6.5	0	70.9	0	0

ES 2 454 015 T3

25	SFND 6900 D310	0.04	0.88	0.08	3.2	0	0	0	6.5	0	70.9	0	0
25	SFND 6900 D310	0.04	0.88	0.08	3.2	0	0	0	6.5	0	70.9	0	0
26	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	6.5	0	68.5	0	0
27	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	6.5	0	68.5	0	0
27	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	6.5	0	68.5	0	0
27	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	6.5	0	68.5	0	0
28	SFND 7224 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	0	6.5	68.5	0	0
28	SFND 7224 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	0	6.5	68.5	0	0
28	SFND 7224 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	0	6.5	68.5	0	0
28	SFND 7224 D310	0.07	0.85	0.08	5.6	0	0	0	0	6.5	68.5	0	0
29	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	68.5	0	0
29	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	68.5	0	0
29	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	68.5	0	0
29	SFND 6900 D310	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	68.5	0	0
30	SFND 6900 5035	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	0	68.5	0
30	SFND 6900 5035	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	0	68.5	0
30	SFND 6900 5035	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	0	68.5	0
30	SFND 6900 5035	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	6.5	0	0	68.5	0
31	SFND 7224 D310	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	0	6.5	68.5	0	0
31	SFND 7224 D310	0.07	0.85	0.08	0	5.6	0	0	0	6.5	68.5	0	0
32	SFND 7224 D310	0.039	0.913	0.047	0	3.2	0	0	0	3.9	74.4	0	0
32	SFND 7224 D310	0.039	0.913	0.047	0	3.2	0	0	0	3.9	74.4	0	0
33	SFND 7224 D310	0.02	0.957	0.023	0	1.6	0	0	0	1.9	78	0	0
33	SFND 7224 D310	0.02	0.957	0.023	0	1.6	0	0	0	1.9	78	0	0

ES 2 454 015 T3

34	SFND 7224	0.467	0	0.533	0	37.7	0	0	0	43.0	0	0	0
35	SFND 7224 D310	0.42	0.1	0.48	0	33.9	0	0	0	38.8	8.06	0	0
36	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	73.2	0	0
36	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	73.2	0	0
37	3887N 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	0	0	4.3	0	4.3	72.8	0	0
38	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	73.2	0	0
39	SFND 7224 SFNCO1	0.047	0.9	0.053	0	3.8	0	0	0	4.3	0	0	73.5
39	SFND 7224 SFNCO1	0.047	0.9	0.053	0	3.8	0	0	0	4.3	0	0	73.5
40	SFND 7224 SFNCO1	0.05	0.8	0.15	0	4	0	0	0	12.4	0	0	65.1
41	SFND 7224 SFNCO1	0.05	0.7	0.25	0	4.1	0	0	0	20.3	0	0	57
42	7224 D310 LDW40	0.062	0.886	0.052	0	0	5.1	0	0	4.3	72.3	0	0
43	3887N 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	0	0	3.8	0	4.4	73.2	0	0
44	3887N 7224 SFNCO1	0.047	0.9	0.053	0	0	0	3.9	0	4.4	0	0	73
45	3887N 7224 D310 SFNCO1	0.047	0.9	0.053	0	0	0	3.9	0	4.4	36.8	0	36.3
46	3887N 7224 D310 SFNCO1	0.047	0.9	0.053	0	0	0	3.9	0	4.4	55	0	18.1
47	3887N 7224 D310 SFNCO1	0.047	0.9	0.053	0	0	0	3.9	0	4.4	18.4	0	54.6
48	3887N 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	0	0	3.8	0	4.4	73.2	0	0
49	SFND 7224 D310	0.09	0.8	0.11	0	7.4	0	0	0	9	65.2	0	0
50	3887N 7224 D310	0.09	0.8	0.11	0	0	0	7.4	0	9	65.2	0	0
51	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	72.3	0	0
52	SFND 7224 D310	0.047	0.9	0.053	0	3.9	0	0	0	4.4	72.3	0	0

La Tabla 19 siguiente expone los resultados de los tests de las capas de acabado de la Tabla 18.

Tabla 19

Datos de los tests de formulaciones adicionales de capas de acabado

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

ES 2 454 015 T3

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

Ciertos encabezamientos de las Tablas 18 y 19 se identifican con letras A-X como se indica a continuación.

- 5 A) Los sólidos en volumen del Componente LPTFE como fracción del contenido total del fluoropolímero (FP) (1,0) en la fórmula de la capa de acabado. Por ejemplo, 0,07 significaría que 7% en volumen de los sólidos totales en volumen de FP es LPTFE.
- 10 B) Los sólidos en volumen del Componente HPTFE como fracción del contenido total de FP (1,0) en la fórmula de la capa de acabado.
- C) Los sólidos en volumen del Componente PFA (un fluoropolímero procesable en fusión (MPF)) como fracción del contenido total de FP (1,0) en la fórmula de la capa de acabado.
- 15 D) Porcentaje en volumen de sólidos de Chenguang SFN-DNs (dispersión de LPTFE inestabilizada con 25 % en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- E) Porcentaje en volumen de sólidos de Chenguang SFN-D (dispersión de LPTFE estabilizada con 50% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.

20

ES 2 454 015 T3

- F) Porcentaje en volumen de sólidos de Daikin LDW-410 (dispersión de LPTFE estabilizada con 60% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- 5 G) Porcentaje en volumen de sólidos de DuPont Zonil TE-3887N (dispersión de LPTFE estabilizada con 60% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- H) Porcentaje en volumen de sólidos de Dyneon PFA 6900GZ (dispersión de MPF estabilizada con 50% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- 10 I) Porcentaje en volumen de sólidos de DuPont TE-7224 PFA (dispersión de MPF estabilizada con 60% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- J) Porcentaje en volumen de sólidos de Daikin D-310 (dispersión de HPTFE estabilizada con 60% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- 15 K) Porcentaje en volumen de sólidos de Dyneon TF 5035Z (dispersión de HPTFE estabilizada con 58% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- L) Porcentaje en volumen de sólidos de Chenguang SFN-CO1 (dispersión de HPTFE estabilizada con 60% en peso de sólidos) en el volumen total de film seco de la capa de acabado.
- 20 M) Resultado del test de desprendimiento de huevo seco (DER) evaluado de 1 a 5, siendo 5 el mejor.
- N) Resultado del test de desprendimiento de leche quemada, evaluado de 1 a 4, siendo 4 el mejor.
- 25 O) Lectura de brillo registrada como % de reflectancia utilizando un glosímetro a 60°.
- P) Medida del ángulo de contacto en grados utilizando agua.
- 30 Q) Test de abrasión alternativa húmeda (RAT) con capas de acabado aplicadas sobre la capa base A. Los resultados se expresan en ciclos WRAT por micrómetro de espesor total de film medido en micrómetros (espesores combinados de film de la capa base y la capa de acabado).
- 35 R) Test de abrasión alternativa húmeda (RAT) con capas de acabado aplicadas sobre la capa base B. Los resultados se expresan en ciclos WRAT por micrómetro de espesor total de film medido en micrómetros (espesores combinados de film de la capa base y la capa de acabado).
- S) Resultados del Test de Adhesión al Rayado Mecánico (MSAT) con capas de acabado aplicadas sobre la capa base A. Evaluaciones = 1-9, siendo 9 la mejor.
- 40 T) Resultados del Test de Adhesión al Rayado Mecánico (MSAT) con capas de acabado aplicadas sobre la capa base B. Evaluaciones = 1-9, siendo 9 la mejor.
- U) Resultados Normalizados del Test de Abrasión, como se calculan por la ecuación siguiente:
- 45
- $$\text{Media} \quad \left\{ \frac{[(Q) \text{ RAT Húmeda Capa Base A} - \text{Mínimo} ((Q) \text{ RAT Húmeda Capa Base A})]}{[\text{Máximo} ((Q) \text{ RAT Húmeda Capa Base A}) - \text{Mínimo} ((Q) \text{ RAT Húmeda Capa Base A})]}, \right.$$
- $$\left. \frac{[(R) \text{ RAT Húmeda Capa Base B} - \text{Mínimo} ((R) \text{ RAT Húmeda Capa Base B})]}{[\text{Máximo} ((R) \text{ RAT Húmeda Capa Base B}) - \text{Mínimo} ((R) \text{ RAT Húmeda Capa Base B})]}, \right.$$
- $$\left. \frac{[\text{MSAT Capa Base A} - \text{Mínimo} (\text{MSAT Capa Base A})]}{[\text{Máximo} (\text{MSAT Capa Base A}) - \text{Mínimo} (\text{MSAT Capa Base A})]}, \right.$$
- $$\left. \frac{[\text{MSAT Capa Base B} - \text{Mínimo} (\text{MSAT Capa Base B})]}{[\text{Máximo} (\text{MSAT Capa Base B}) - \text{Mínimo} (\text{MSAT Capa Base B})]}, \right.$$
- V) Resultados Normalizados del Test de Desprendimiento, como se calculan por la ecuación siguiente:
- $$\text{Media} \quad \left\{ \frac{[(M) \text{ Desprendimiento de Huevo Seco} - \text{Mínimo} ((M) \text{ Desprendimiento de Huevo Seco})]}{[\text{Máximo} ((M) \text{ Desprendimiento de Huevo Seco}) - \text{Mínimo} ((M) \text{ Desprendimiento de Huevo Seco})]}, \right.$$
- $$\left. \frac{[(N) \text{ Test de Leche Quemada} - \text{Mínimo} ((N) \text{ Test de Leche Quemada})]}{[\text{Máximo} ((N) \text{ Test de Leche Quemada}) - \text{Mínimo} ((N) \text{ Test de Leche Quemada})]} \right\}$$

W) Resultados Normalizados del Test de Superficie, como se calculan por la ecuación siguiente:

$$\text{Media} \quad \frac{\{[(O) \text{ Brillo} - \text{Mínimo } ((O) \text{ Brillo})] / [\text{Máximo } ((O) \text{ Brillo}) - \text{Mínimo } ((O) \text{ Brillo})], \\ [(P) \text{ Ángulo de Contacto} - \text{Mínimo } ((P) \text{ Ángulo de Contacto})] / [\text{Máximo } ((P) \text{ Ángulo de Contacto}) - \text{Mínimo } ((P) \text{ Ángulo de Contacto})]\}}$$

X) Resultados normalizados de todos los tests, como se calculan por la ecuación siguiente:

5

$$\text{Media} \quad \{(U) \text{ abrasión normalizada, } (V) \text{ desprendimiento normalizado, } (W) \text{ superficie normalizada}\}$$

Las Figs. 24-36 muestran diagramas de contorno derivados de los datos de la Tabla 19 que indican que se observan propiedades ventajosas para las capas de acabado que, en una realización, contienen entre 5-20% en peso de LPTFE y 5-20% en peso de MPF y, en otra realización, contienen entre 5-15% en peso de LPTFE y 5-15% en peso de MPF, basado en el contenido total de fluoropolímeros.

10

Métodos de Test

Los protocolos de test del test de abrasión alternativa (RAT), el test de adhesión al rayado mecánico, el test de adhesión de leche quemada, y el test de desprendimiento de huevo seco se indican a continuación.

15

I. Test de Abrasión Alternativa (RAT)

El test de abrasión alternativa se condujo en las condiciones modificadas que siguen con respecto al protocolo completo del test indicado a continuación: (1) las muestras recubiertas se testaron hasta 10% de exposición del sustrato; (2) el test se realizó utilizando un peso de 3 kg a la temperatura ambiente; (3) las compresas Scotch-Brite 3M (7447) se cambiaron cada 2000 ciclos; y (4) el test se realizó en fase húmeda por adición de 120 ml de una solución al 0,5% de Triton X-100 en agua desionizada a la cazuela antes de comenzar el test.

20

25 El protocolo completo del test es como sigue:

Alcance. Este test mide la resistencia de los recubrimientos a la abrasión por una compresa Scotch-Brite alternativa. El test somete el recubrimiento a abrasión en un movimiento hacia atrás y adelante. El test es una medida de la vida útil de recubrimientos que se han sometido a decapado y otras formas similares de deterioro causadas por la limpieza. TM135C es específico para un aparato de test construido por Whitford Corporation of West Chester PA. Sin embargo, es aplicable a métodos de test similares tales como el descrito en el estándar británico 7069-1988.

30

Equipo y Materiales.

(1) Una máquina de test capaz de retener una compresa abrasiva Scotch-Brite de un tamaño especificado a la superficie a testar con una fuerza fijada y capaz de mover la compresa en un movimiento hacia atrás y adelante (alternativo) a lo largo de una distancia de 10-15 cm (4 a 6 pulgadas). La fuerza y el movimiento son aplicadas por una aguja de caída libre cargada. La máquina tiene que estar equipada con un contador, preferiblemente uno que pueda ajustarse para desconectarse después del número de ciclos dado.

35

40

(2) Compresas Scotch-Brite de la abrasividad requerida cortadas al tamaño requerido. Las compresas Scotch-Brite son fabricadas por 3M Company, Abrasive Systems Division, St. Paul, MN 2525144-1000. Las compresas se venden en grados con niveles variables de abrasividad como sigue:

45

Mínima - 7445, 7448, 6448, 7447, 6444, 7446, 7440, 5440 - máxima

Las compresas Scotch-Brite pueden utilizarse a temperaturas hasta 150°C (300°F). Pueden utilizarse compresas equivalentes.

50

(3) Placa caliente para calentar los especímenes de test. (Opcional).

(4) Solución detergente o aceite para realizar el test con un líquido (Opcional).

55

Procedimiento.

Antes de comenzar el ensayo, tiene que definirse el punto final. Usualmente, el punto final se define cuando se ha expuesto cierta cantidad de sustrato. Sin embargo, el punto final puede definirse como un número dado de carreras

incluso si el sustrato no se ha expuesto. Los presentes inventores utilizan una exposición de 10% de sustrato sobre el área desgastada por abrasión como la definición estándar de punto final. Pueden utilizarse otros puntos finales.

5 Se fija la parte a testar bajo la compresa alternativa. La parte tiene que estar asegurada firmemente con pernos, pinzas o cinta. La parte tiene que ser lo más plana posible y suficientemente larga a fin de que la compresa no sobresalga por un borde. Se desgastarán primeramente las abolladuras en la superficie, y el rebasamiento de un borde puede desgarrar la compresa y causar un rayado prematuro y un resultado falso.

10 Se corta una pieza de Scotch-Brite de abrasividad requerida al tamaño exacto del "pie" de la aguja. Los presentes inventores utilizan el Grado 7447 como estándar, y el "pie" de la aguja en la máquina de test tiene un diámetro de 5 cm (2 pulgadas). Se fija la compresa al fondo del "pie". La compresa Scotch-Brite se fija al "pie" por medio de una pieza de "Velcro" pegada al fondo del pie.

15 Si la máquina tiene una longitud de carrera ajustable, se ajusta la longitud requerida. Los presentes inventores utilizan una longitud de carrera de 10 cm (4 pulgadas) como estándar. Se baja la compresa sobre la superficie de la pieza a testar. Se asegura que el peso está completamente libre. Los presentes inventores utilizaron un peso de 3,0 kg como estándar, pero éste puede variar.

20 Si la máquina está equipada con un contador, se ajusta el contador al número de carreras requerido. Una carrera es un movimiento en una sola dirección. Si la máquina no tiene un contador automático, el contador debe vigilarse a fin de que la máquina pueda detenerse en el momento apropiado. La máquina se para a diversos intervalos para cambiar la compresa abrasiva. La abrasividad de la compresa cambia (usualmente se hace menos eficaz) a medida que la compresa se carga de residuos. Los presentes inventores cambiaban las compresas a intervalos de 2000 carreras. Mil carreras es el intervalo preferido entre cambios de compresa.

25 Se pone en marcha la máquina de test. Se deja funcionar la misma hasta que se alcanza un punto final o hasta que se han realizado un número requerido de carreras antes de cambiar la compresa.

30 Se inspecciona cuidadosamente la pieza de test al comienzo y al final de cada puesta en marcha. A medida que se aproxima el punto final, el sustrato comenzará a aparecer a través del recubrimiento. Cuando está cerca el punto final, se observa constantemente la pieza de test. Se para la máquina cuando se ha alcanzado el punto final.

Evaluación.

35 Se registra lo siguiente para la máquina de test:

1. Grado y tamaño de la compresa Scotch-Brite.
2. Carga sobre la aguja.
3. Número de carreras entre cambios de compresa.
- 40 4. Longitud de carrera.
5. Definición de punto final.
6. Número de carreras hasta el punto final.

45 Los tests duplicados proporcionan mayor fiabilidad. Se indicará si el punto final es de un resultado simple o el valor medio de varios resultados.

Se registra la descripción del recubrimiento, el espesor de film, y la preparación del sustrato y de la superficie.

50 Si el test se conduce hasta un número especificado de carreras, se registra el número de carreras. Se registra una descripción del grado de desgaste, tal como porcentaje de sustrato expuesto, o número de carreras hasta la primera exposición del sustrato. Opcionalmente, se registra el espesor y/o el peso del film antes y después del test.

55 Si el test se realiza a temperatura elevada, se registra la temperatura del test. Si se realiza con un líquido, se registran los datos específicos del líquido.

Comentarios/Precauciones.

60 Pueden utilizarse ambos lados de una compresa Scotch-Brite. Las compresas deben cortarse con precisión para ajustarse al "pie". Los bordes deshilachados o puntos rugosos en la compresa darán resultados falsos. Las piezas de test tienen que ser planas y estar exentas de suciedad u otras partículas. Este método de test es similar al test de abrasión descrito en BS 7069:1988, Apéndice A1. Cuando se testa de acuerdo con BS 7069, las piezas de test se sumergen en 50 cm³ de una solución de 5 g/litro de detergente doméstico para lavado de vajillas en agua. El test se realiza durante 250 ciclos con compresas cambiadas cada 50 ciclos.

65 II. Test de Adhesión al Rayado Mecánico (MSAT).

1. Alcance. Los recubrimientos para baterías de cocina son susceptibles de maltrato y deterioro por rayado y corte con utensilios mecánicos. Este método describe un procedimiento y equipo que inflige abuso sobre los recubrimientos, es reproducible, objetivo y rápido. Una punta de pluma con punta de bola pesada fijada a un brazo de equilibrio se coloca sobre la superficie recubierta que da vueltas sobre una mesa giratoria. Al mismo tiempo, el brazo de equilibrio oscila de un lado a otro por medio de una leva giratoria. La mesa giratoria y la leva son accionadas por motores DC de velocidad constante. Las velocidades de la mesa giratoria y la leva se controlan por fuentes de energía DC variables. La amplitud de oscilación se controla por el grado de excentricidad en la leva. El peso es variable. Por ajuste de las velocidades de los motores y la amplitud pueden obtenerse diversos patrones de rayado. Éstos pueden ajustarse para cubrir una superficie pequeña o grande.

Para simular adicionalmente las condiciones encontradas por los recubrimientos para baterías de cocina antiadherentes, la pieza de test (plancha o cazuela) se cubre con aceite caliente. La temperatura del aceite se mantiene con lámparas de calor infrarrojo y se monitoriza con un termómetro o termopar.

2. Equipo y Materiales.

2.1 Aparato de adhesión al rayado mecánico con un juego de pesas.

2.2 Cartuchos de recarga de la pluma con punta de bola estándar de punta media (Pentech Part #85330 o equivalente).

2.3 Plancha caliente.

2.4 Aceite de cocinar.

2.5 Termómetro o lector digital con hilo metálico de termopar.

2.6 Pinzas "C" pequeñas.

2.7 Cazuela poco profunda de aproximadamente 10 pulgadas (25 cm) de diámetro.

2.8 Juego (2 ó 3) de lámparas de calor infrarrojo de 250 vatios sobre soportes.

3. Procedimiento.

3.1 Se inserta una recarga de pluma con punta de bola en el ensamblaje de la aguja. (Nota - se utiliza una recarga nueva de la pluma para cada test.) Se comprueban el equilibrio y el nivel del brazo de equilibrio con la pieza de test en posición. Se ajusta en caso necesario. Se retira la pieza de test. Se ajusta la amplitud de la oscilación seleccionando el ajuste apropiado de la leva. (El reglaje típico de la leva es el segundo orificio roscado desde el centro.) Se ajustan los radios mínimo y máximo aflojando el tornillo de retención del brazo de equilibrio y ajustando a los extremos de la leva. Usualmente, se deja un círculo en el centro de aproximadamente 2 pulgadas (51 mm) en el patrón de test.

3.2 Sin peso sobre el brazo de equilibrio, y reteniendo la pluma por encima de la mesa giratoria, se ajusta la velocidad de la mesa giratoria y la leva. Es importante ajustar la velocidad tanto de la mesa giratoria como de la leva a fin de eliminar o minimizar los patrones repetidos. La pluma debe desplazarse en un nuevo recorrido sobre la mayor proporción posible del área de desgaste. Aunque pueden ser aceptables otras velocidades, las velocidades siguientes han reducido los problemas de puesta en marcha.

Mesa giratoria: 15 rpm o 10 revoluciones en 39,4-39,6 segundos

Leva: 21 rpm o 10 revoluciones en 28,5-28,9 segundos.

3.3 Se coloca una pieza de papel sobre la mesa giratoria y se retiene en su lugar con cinta. Se carga la pluma con un peso ligero (aproximadamente 200 gramos). Se coloca la pluma sobre el papel y se realiza a continuación la traza del patrón de rayado. Si se produce un patrón repetitivo, se ajusta la velocidad de la mesa giratoria o la leva. Se guarda el patrón. Esto es también una comprobación del funcionamiento de la pluma. Si la pluma no escribe, se reemplaza.

3.4 Se retira el papel. Se centra la cazuela sobre la mesa giratoria. Si se testan planchas, se coloca la cazuela de poca profundidad sobre la mesa giratoria y se colocan las planchas en la cazuela. Las cazuelas tienen que ser de un tamaño suficientemente grande para acomodar el tamaño del patrón de rayado. Utilizando pinzas 'C', se anclan la cazuela y la plancha a la mesa giratoria. Se retiene la pluma sobre la pieza de test, se ponen en funcionamiento la mesa giratoria y la leva y se observan varias revoluciones para asegurarse de que el patrón de rayado se encuentra totalmente sobre la pieza de test. Se desconecta la unidad.

3.5 Se calienta suficiente aceite de cocinar para recubrir la superficie de test aproximadamente en 1/8 a 1/4 de pulgada (3-6 mm). Se calienta a la temperatura de test, típicamente 300°F (150°C). (PRECAUCIÓN: por encima de aproximadamente 150°C, los aceites de cocinar emiten humos y olores fuertes. Asimismo, se vuelven muy inflamables. Si se opera por encima de 150°C, el test se realiza en un área bien ventilada, preferiblemente en una vitrina de humos.) Se vierte aceite caliente en la cazuela. Se posicionan las lámparas IR cerca de la cazuela y se encienden para mantener la temperatura del aceite. Se requerirá algún test previo de la posición apropiada de las lámparas a fin de mantener la temperatura dentro de un intervalo de 40°F (5°C). Se monitoriza cada 5 minutos

durante el test, y se ajusta la posición de las lámparas para mantener esta tolerancia. (Un indicador de temperatura de lectura continua es muy conveniente para esta medida.)

5 3.6 Se coloca el peso apropiado sobre el brazo de equilibrio. Típicamente, éste variará desde 250 a 1000 gramos, utilizándose la mayoría de las veces 500 gramos. Se ponen en funcionamiento ambos motores y se coloca la pluma suavemente sobre la superficie recubierta. Se deja que el test se realice durante el periodo de tiempo requerido.

4. Evaluación

10 4.1 Se registra la información siguiente:

15 Velocidad de la mesa giratoria y la leva en rpm
 Ajuste de la amplitud de la leva (número o distancia desde el radio interior al exterior en cm)
 Carga sobre la punta de la pluma en gramos
 Temperatura del aceite
 Duración del test
 Todos los parámetros de la pieza de ensayo (sustrato y preparación del sustrato, recubrimiento, espesor, curado, etc.)

20 4.2 Se retira la pieza de test, se escurre el aceite, y se lava en agua caliente y con detergente suave. Se seca con toalla de papel. Se observa visualmente el deterioro del recubrimiento. Esto puede hacerse sobre una base comparativa contra otros especímenes de test. En general, los niveles de comportamiento se han evaluado como sigue:

25 Evaluaciones del Test de Rayado Mecánico

9	Sin efecto. Ligero rayado de la superficie. Ausencia de ruptura en cualquier punto del patrón de rayado.
8	Leve. Ligero rayado de la superficie. El círculo interno del patrón presenta un corte leve a través de una capa base y posiblemente algunos cortes del sustrato. El círculo exterior no está atravesado.
6	Moderado. Rayado moderado entre el círculo interior y el exterior. El círculo interior y el exterior están atravesados ambos hasta la capa base y posiblemente hasta el sustrato (el interior usualmente peor que el exterior).
4	Considerable. Menos de 25% de pérdida del recubrimiento entre el círculo interior y el exterior (estimar y registrar la cantidad). Corte considerable hasta el sustrato y desgaste en los círculos interior y exterior.
2	Severo. Entre 25% y 50% de pérdida de adhesión del recubrimiento entre el círculo interior y el exterior. Pérdida severa de recubrimiento en los círculos interior y exterior. Sustrato metálico claramente apreciable.
0	Fallo total. Más de 50% de pérdida de adhesión y del recubrimiento de la superficie.

5. Comentarios/Precauciones.

30 5.1 El método preferido para realizar este test consiste en establecer una serie de parámetros de operación para las velocidades de la mesa giratoria y la leva, la amplitud de oscilación, y la temperatura del aceite. Se modifican luego la carga o el tiempo. Una vez que se ha establecido esto, la preparación de los tests individuales transcurre rápida y uniformemente.

35 5.2 Se comprueban el equilibrio y la oscilación del brazo de equilibrio frecuentemente para asegurarse de que no se ha aflojado ni cambiado.

5.3 Se comprueba frecuentemente la velocidad de la mesa giratoria y la leva, y se ajusta de acuerdo con ello.

40 5.4 Este test puede realizarse en frío, es decir, sin aceite caliente.

5.5 Con una aguja diferente y sin rotación alguna de la leva, este test puede realizarse como el Test de Penetración de Bola, Whitford Método de Test 137B. Pueden utilizarse también otras agujas para testar propiedades diferentes.

45 III. Test de Adhesión de Leche Quemada

50 Este test es básicamente el mismo que el descrito por la Cookware Manufacturer's Association (Test de Adhesión de Leche Quemada: CMA 21.6.2) pero fue modificado para utilizar menos leche (150 ml frente a 237 ml). Dado que la leche tiende a adherirse más antes de la carbonización completa, el test se paró cuando la superficie de la 'torta' de leche estaba dorada en proporción > 95% (observándose todavía un pequeño número de áreas, más claras. Asimismo, se añadió un sistema de evaluación distinto del pasa/falla. Después de desconectar el calor a la cazuela,

se levanta un borde (~ 1 cm hacia el interior desde el borde) de la 'torta' caliente con una espátula. Se deja que este borde se enfríe ~ 30 segundos. Después del enfriamiento, se levanta la 'torta' por dicho borde enfriado de la cazuela. Resultados de la evaluación por el sistema siguiente desde mejor a peor:

5 Evaluaciones del Test de Adhesión de Leche Quemada

4	la 'torta' se puede desprender <u>intacta</u> de la cazuela levantándola por el borde
3	la 'torta' se puede levantar de la cazuela con algo de rotura, pero sin ayuda de espátula
2	la 'torta' se puede desprender por completo de la cazuela pero sólo con ayuda de la espátula
1	la 'torta' no puede desprenderse por completo de la cazuela con ayuda de la espátula

IV. Test de Desprendimiento de Huevo

10 1. Alcance. Este procedimiento se utiliza como un método rápido de determinación de la posibilidad de desprendimiento de un alimento de un recubrimiento antiadherente para batería de cocina. Cuando se utiliza con cuidado, este test puede utilizarse como test de control en línea para medir la coherencia de la producción. El test es algo subjetivo y dependiente del equipo utilizado y la técnica del analista.

15 2. Equipo y Materiales

2.1 Estufa eléctrica de 8 pulgadas (20 cm) evaluada a 1500 vatios o quemador de hornillo de gas.

20 2.2 Pirómetro de contacto o pistola de temperatura por infrarrojos (capaz de medir hasta 500°F/260°C).

2.3 Espátula de plástico, metal o metal recubierto.

2.4 Cronómetro o reloj con manecilla de segundos

25 2.5 Huevos de gallina fríos, recientes y de tamaño grande.

2.6 Agua del grifo, detergente para vajillas suave, toallas de papel.

30 3. Procedimiento.

3.1 Se lava el utensilio recubierto a testar con agua del grifo y solución detergente suave. Se enjuaga varias veces en agua caliente del grifo y se seca con una toalla de papel.

35 3.2 Se enciende el quemador eléctrico o de gas a un ajuste medio ("5" en un quemador eléctrico o una posición intermedia para gas). Se deja que el quemador se ponga a temperatura durante 3-5 minutos.

40 3.3 Se pone el utensilio sobre el centro del quemador. Se deja calentar mientras se monitoriza la temperatura con el pirómetro o la pistola de temperatura por infrarrojos. Se deja que el utensilio se caliente a 290-310°F (143-154°C). Alternativamente, si no se dispone de un pirómetro, la temperatura puede juzgarse por rociado de unas cuantas gotas de agua sobre la superficie periódicamente a medida que se calienta el utensilio. La temperatura de test se ha alcanzado cuando las gotas de agua se evaporan y "bailan" inmediatamente después del contacto con la superficie.

45 3.4 Se rompe y se coloca suavemente el contenido de un huevo frío reciente en el centro del utensilio. No inclinar ni agitar el utensilio o hacer que el huevo se desplace.

50 3.5 Se deja que el huevo se cocine durante dos (2) minutos sin alteración. Se monitoriza la temperatura de la cazuela a medida que se cocina el huevo. Se registra la temperatura del utensilio. La temperatura del utensilio debería aumentar hasta 380-420°F (193-215°C) al cabo de dos minutos. Si la temperatura del punto final está fuera de este intervalo, se ajusta el control del quemador hacia arriba o hacia abajo según sea apropiado y se repite el test. (Nota: el ajuste correcto del control del quemador puede determinarse previamente utilizando un utensilio separado de la misma construcción que el utensilio de test.)

55 3.6 Al cabo de dos minutos, se desprende el huevo con la espátula. El huevo se desprende completamente de la superficie, anotando la cantidad de esfuerzo requerida. Una vez que se ha desprendido el huevo, se retira el utensilio del quemador y se inclina. Se observa la facilidad o dificultad con la que el huevo se desliza en el fondo del utensilio.

3.7 Se devuelve el utensilio al quemador. Se vierte el huevo y se rompe la yema con una espátula. Se deja que el huevo se cocine durante otros dos (2) minutos. Se repite el paso 3.6. Adicionalmente, se observa cualquier mancha y la cantidad de material que se adhiere al utensilio.

5 4. Evaluación.

4.1 Se registra el esfuerzo requerido para desprender el huevo de la superficie. Un huevo que se desprende fácilmente de la superficie sin pegado alguno alrededor de los bordes indica un desprendimiento excelente. La disminución del desprendimiento hasta un pegado completo puede indicarse por la cantidad de esfuerzo requerida para desprender el huevo.

4.2 Un sistema de evaluación numérico y descriptivo es como sigue:

Evaluaciones del Test de Desprendimiento de Huevo

Excelente (5)	Ausencia de pegado en el centro o los bordes del huevo. Se desliza fácilmente sin empujar con espátula. No deja marca o residuo alguno.
Satisfactorio (4)	Ligero pegado alrededor de los bordes. Se desliza fácilmente si se mueve con la espátula. Deja una marca ligera, pero no residuo.
Aceptable (3)	Pegado moderado de los bordes; ligero pegado en el centro. Se desliza sólo si se inclina fuertemente y se agita, y tiene que empujarse con la espátula. Deja marca, y ligero residuo.
Deficiente (2)	Requiere esfuerzo considerable para desprender el huevo, pero puede desprenderse intacto con la espátula. No se desliza. Deja residuo moderado.
Muy deficiente (1)	El huevo no puede desprenderse de la superficie sin romperlo.

4.3 Si está disponible una muestra de control, los resultados se registran como mucho mejor que, mejor que, igual, peor que o mucho peor que el control.

20 5. Comentarios/Precauciones.

5.1 Los resultados de este test son subjetivos y se aplican mejor sobre una base relativa utilizando un estándar conocido como control. La repetibilidad será satisfactoria para el mismo operario y equipo. La repetitividad mejorará con operarios experimentados utilizando el mismo equipo.

25 5.2 Los resultados pueden variar si se comparan utensilios de materiales de construcción o tamaños diferentes. En cada caso, las posiciones del control del quemador deberían ajustarse para proporcionar el mismo perfil de calentamiento para una mejor correlación de los resultados.

30 V. Brillo a 60°.

Las medidas de brillo se obtuvieron utilizando un glosímetro Microgloss 60°, disponible de Byk-Gardner. El glosímetro estaba conforme con los estándares siguientes: BS3900/D5, DIN EN ISO 2813, DIN 67530, EN ISO 7668, ASTM D523, ASTM D1455, ASTM C346, ASTM C584, ASTM D2457, JIS Z 8741, MFT 30064 y TAPPI T 480. Las unidades de medida se expresan como % de reflectancia.

35

VI. Ángulo de Contacto.

Se midió el ángulo de contacto para una gotita de agua y se expresa en grados, como se determina de acuerdo con ASTM D7334-08 utilizando el sistema de "Análisis de Forma de la Gota" (DSA10), disponible de Kruss GmbH de Hamburgo, Alemania, según la Relación de Young.

40

REIVINDICACIONES

1. Una composición de recubrimiento de fluoropolímeros, que comprende:
- 5 un Componente base de fluoropolímeros presente en una cantidad comprendida entre 75% en peso y 95% en peso basado en el peso de sólidos totales de todos los fluoropolímeros en dicha composición de recubrimiento, comprendiendo dicho Componente base de fluoropolímeros al menos un fluoropolímero que incluye politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE) que tiene un peso molecular medio numérico (M_n) de al menos 500.000 en donde dicho al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE)
- 10 incluye un comonomero modificador en una cantidad menor que 1% en peso basada en el peso de dicho politetrafluoroetileno de peso molecular alto (HPTFE); y
- una composición de fluoropolímeros mezclados presente en una cantidad comprendida entre 5% en peso y 25% en peso basada en el peso total de sólidos de todos los fluoropolímeros en dicha composición de recubrimiento, comprendiendo dicha composición de fluoropolímeros mezclados:
- 15 al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) que tiene una primera temperatura de fusión (T_m) de 335°C o menos;
- y
- 20 al menos un fluoropolímero procesable en fusión (MPF), en donde dicha composición de recubrimiento se encuentra en forma de una dispersión acuosa de los Componentes.
2. La composición de recubrimiento de la reivindicación 1, en donde dicho comonomero modificador es perfluoropropilvinil-éter (PPVE).
- 25
3. La composición de recubrimiento de la reivindicación 1, en donde dicho HPTFE está presente en una cantidad comprendida entre 85% en peso y 95% en peso y dicha composición de fluoropolímeros mezclados está presente en una cantidad comprendida entre 5% en peso y 15% en peso basada en el peso de sólidos totales de todos los fluoropolímeros en dicha composición de recubrimiento, por ejemplo dicho HPTFE está presente en una cantidad comprendida entre 90% en peso y 95% en peso, y dicha composición de fluoropolímeros mezclados está presente en una cantidad comprendida entre 5% en peso y 10% en peso basada en el peso de sólidos totales de todos los fluoropolímeros en dicha composición de recubrimiento.
- 30
4. La composición de recubrimiento de cualquier reivindicación anterior, en donde dicho al menos un fluoropolímero procesable en fusión comprende perfluoroalcoxi (PFA) presente en una cantidad comprendida entre 37% en peso y 65% en peso, basada en el peso de sólidos totales de dichos fluoropolímeros en dicha composición de fluoropolímeros mezclados.
- 35
5. La composición de recubrimiento de la reivindicación 4, en donde dicho PFA está presente en una cantidad comprendida entre 43% en peso y 63% en peso y dicho LPTFE está presente en una cantidad de 37% en peso a 57% en peso, basada en el peso total de sólidos de dichos fluoropolímeros en dicha composición de fluoropolímeros mezclados.
- 40
6. La composición de recubrimiento de la reivindicación 5, en donde dicho PFA está presente en una cantidad comprendida entre 50% en peso y 60% en peso y dicho LPTFE está presente en una cantidad de 40% en peso a 50% en peso, basada en el peso de sólidos totales de dichos fluoropolímeros en dicha composición de fluoropolímeros mezclados.
- 45
7. La composición de recubrimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) tiene un tamaño medio de partícula de 0,5 micrómetros (μm) o menos.
- 50
8. La composición de recubrimiento de la reivindicación 7, en donde dicho al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) tiene un tamaño medio de partícula de 0,2 micrómetros (μm) o menos.
- 55
9. La composición de recubrimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) tiene una primera temperatura de fusión (T_m) de 330°C o menos.
- 60
10. La composición de recubrimiento de la reivindicación 9, en donde dicho al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) tiene una primera temperatura de fusión (T_m) de 327°C o menos.
- 65
11. La composición de recubrimiento de la reivindicación 1, en donde dicho al menos un politetrafluoroetileno de peso molecular bajo (LPTFE) es un LPTFE obtenido por polimerización en emulsión y que no se ha sometido a

aglomeración, degradación térmica, o irradiación, y tiene un tamaño medio de partícula de 1,0 micrómetros (μm) o menos.

5 12. Un artículo de batería de cocina que comprende un sustrato rígido recubierto con la composición de recubrimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

13. Un artículo de batería de cocina de la reivindicación 12, en donde el recubrimiento tiene una o más de las propiedades siguientes:

- 10 (a) un ángulo de contacto de al menos 110° ,
(b) un brillo medido de al menos 25° de reflectancia a 60° y
(c) una rugosidad superficial (Ra) menor que 100 nm.

PRESENTACIÓN INTERACTIVA TRIDIMENSIONAL

ESTADÍSTICAS DE SUPERFICIE:

RA 157,36 NM
RQ 204,05 NM
RT 4,54 UM

INFORMACIÓN DE MEDIDAS:

AUMENTO
25,59

MODO DE MEDIDA VSI

MUESTREO
328,23 NM

TAMAÑO DE RED
736 x 480

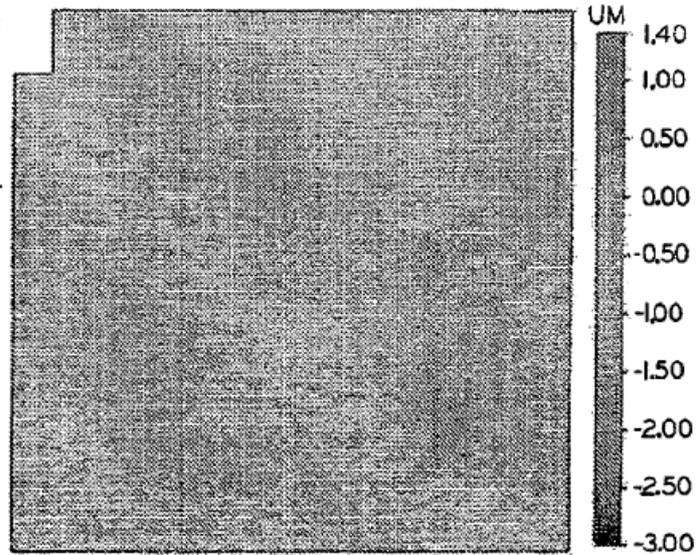


Fig. 1

PRESENTACIÓN INTERACTIVA TRIDIMENSIONAL

ESTADÍSTICAS DE SUPERFICIE:

RA 42,59 NM
RQ 58,90 NM
RT 815,61 UM

INFORMACIÓN DE MEDIDAS:

AUMENTO
25,59

MODO DE MEDIDA VSI

MUESTREO
328,23 NM

TAMAÑO DE RED
736 x 480

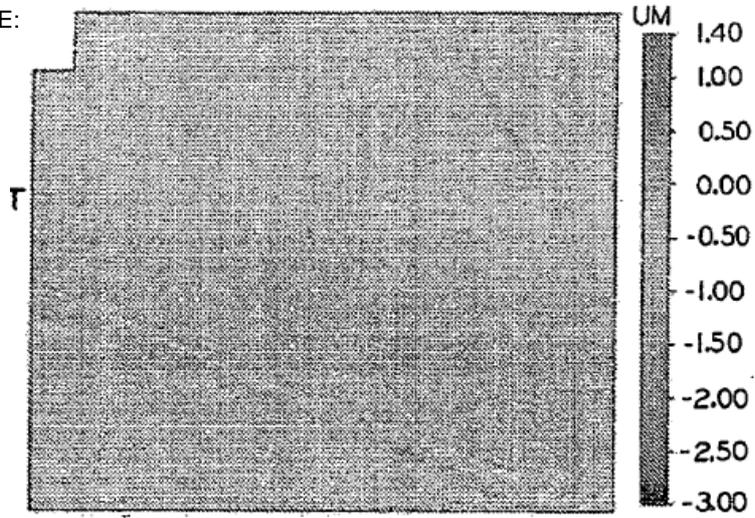


Fig. 2

Ajuste bivariante de la evaluación del test de desprendimiento de huevo seco (1-5, siendo 5 el mejor) frente a contenido de HPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

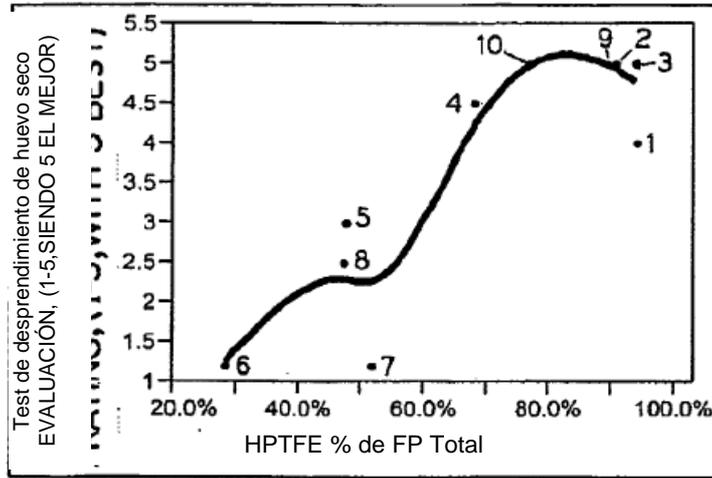


Fig. 3

Ajuste bivariante del test de abrasión alternativa (ciclos RAT húmedo/ μm DFT) frente a contenido de HPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

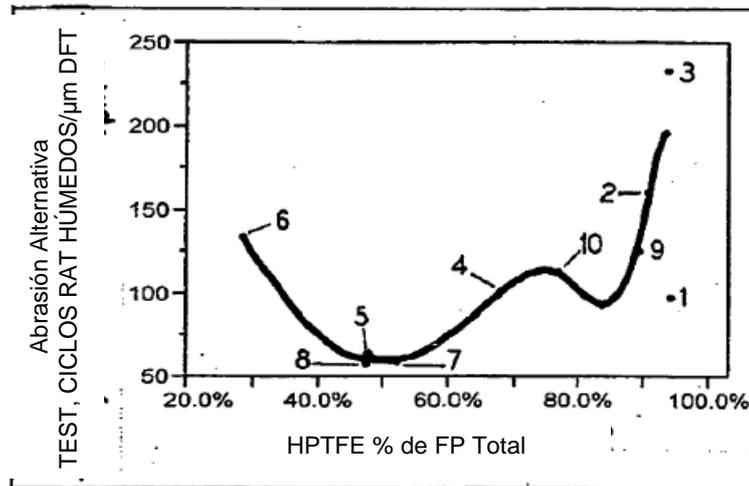


Fig. 4

Ajuste bivariante de la evaluación del test de adhesión mecánica al rayado (1-9, siendo 9 el mejor) frente a contenido de HPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

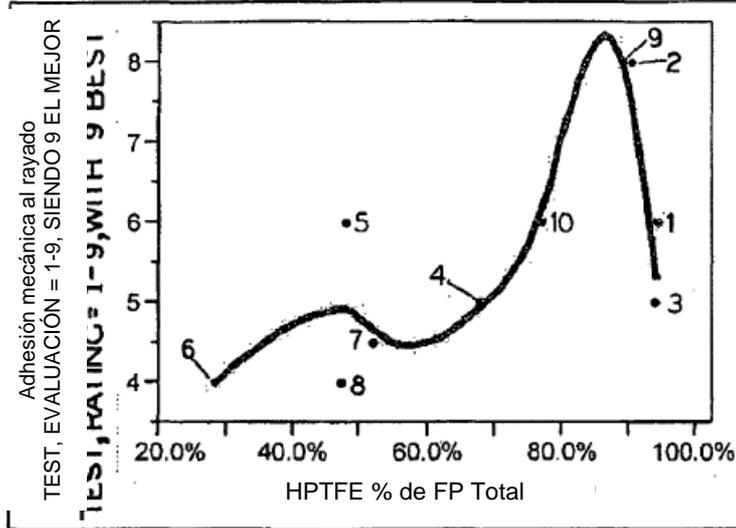


Fig. 5

Ajuste bivariante del brillo a 60° frente a contenido de HPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

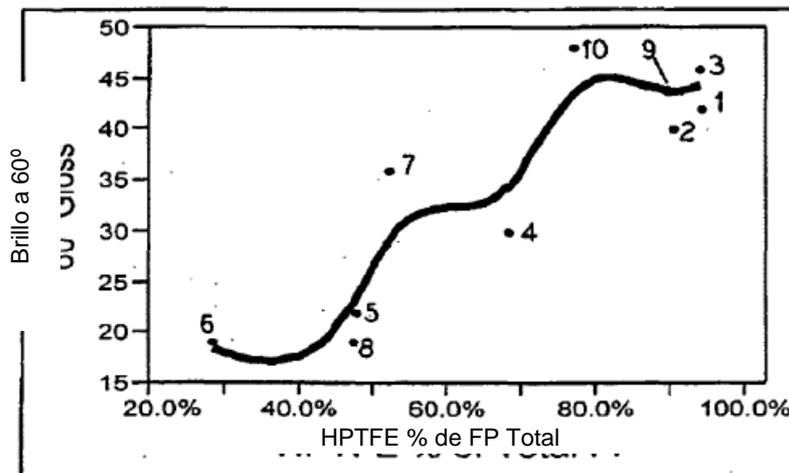


Fig. 6

Ajuste bivariante del ángulo de contacto (°) frente a contenido de HPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

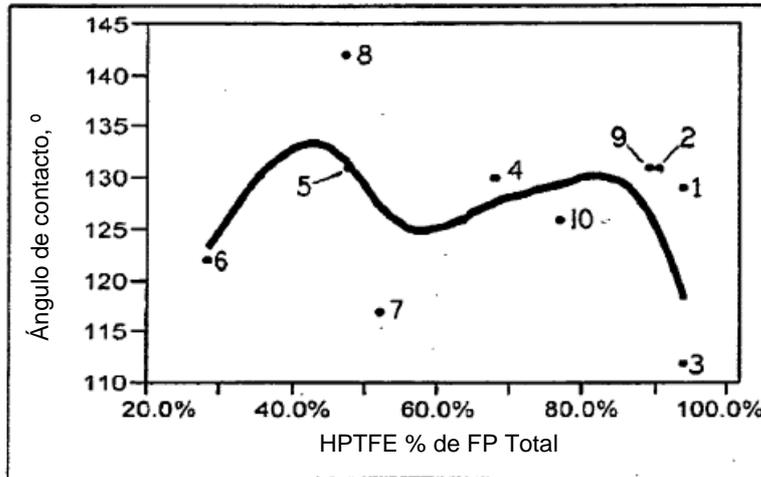


Fig. 7

Ajuste bivariante de la evaluación del test de desprendimiento de huevo seco (1-5, siendo 5 el mejor) frente a contenido de LPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

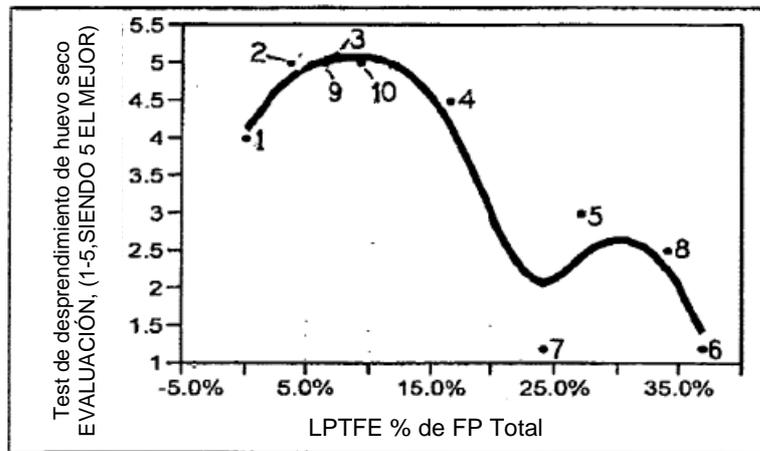


Fig. 8

Ajuste bivariante del test de abrasión alternativa (ciclos RAT húmedo/ μm DFT) frente a contenido de LPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

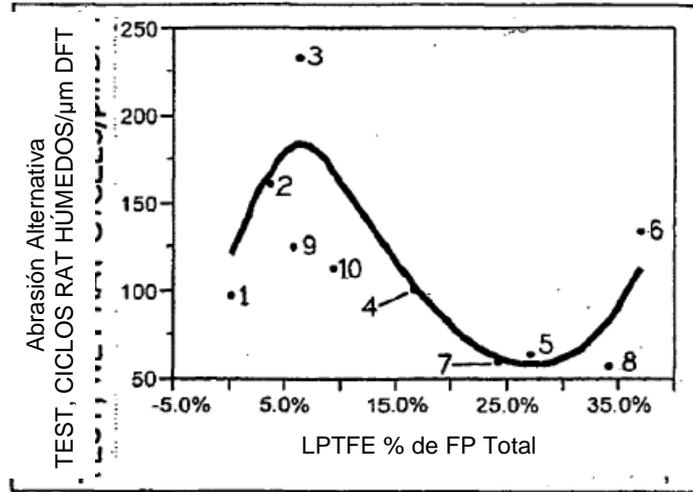


Fig. 9

Ajuste bivariante de la evaluación del test de adhesión mecánica al rayado (1-9, siendo 9 el mejor) frente a contenido de LPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

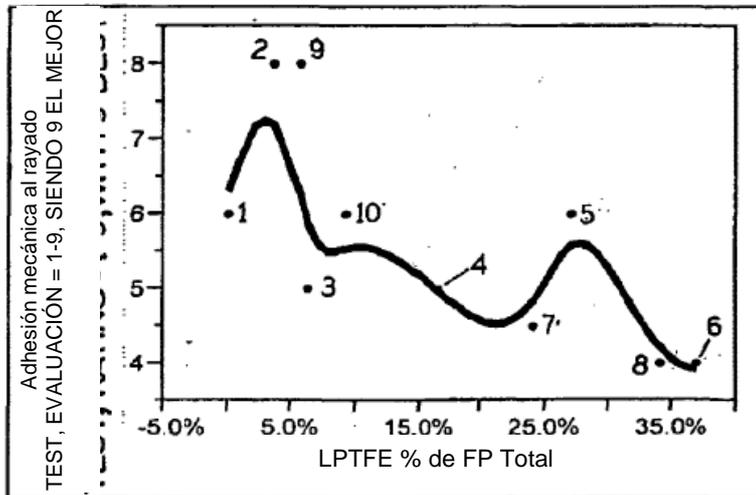


Fig. 10

Ajuste bivariante del ángulo de contacto (°) frente a contenido de LPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

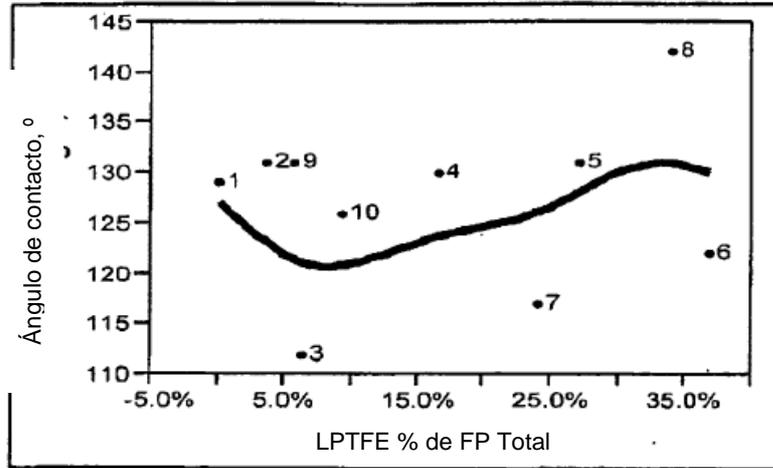


Fig. 11

Ajuste bivariante del brillo a 60° frente a contenido de HPTFE (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

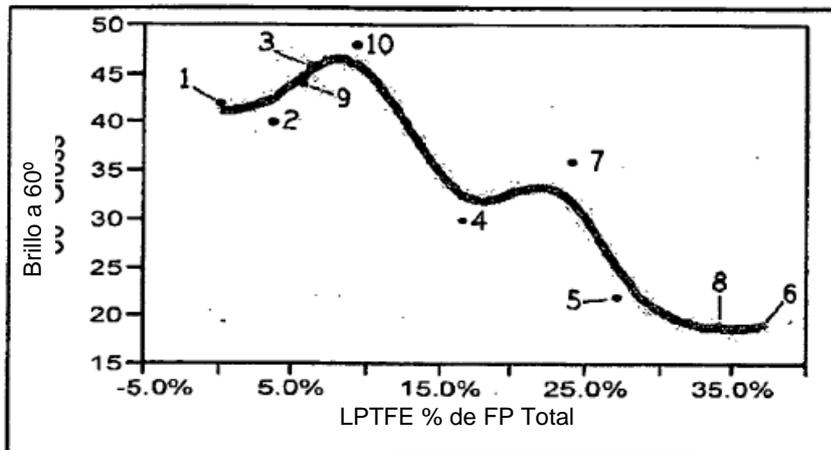


Fig. 12

Ajuste bivariante de la evaluación del test de desprendimiento de huevo seco (1-5, siendo 5 el mejor) frente a contenido de MPF (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

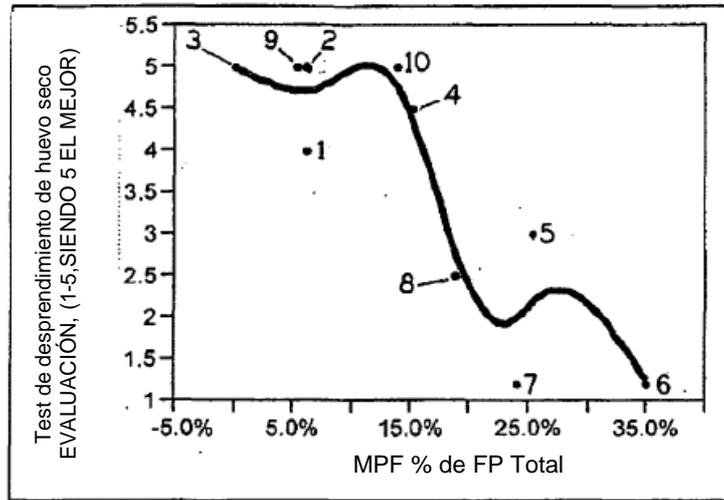


Fig. 13

Ajuste bivariante del test de abrasión alternativa (ciclos RAT húmedo/ μm DFT) frente a contenido de MPF (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

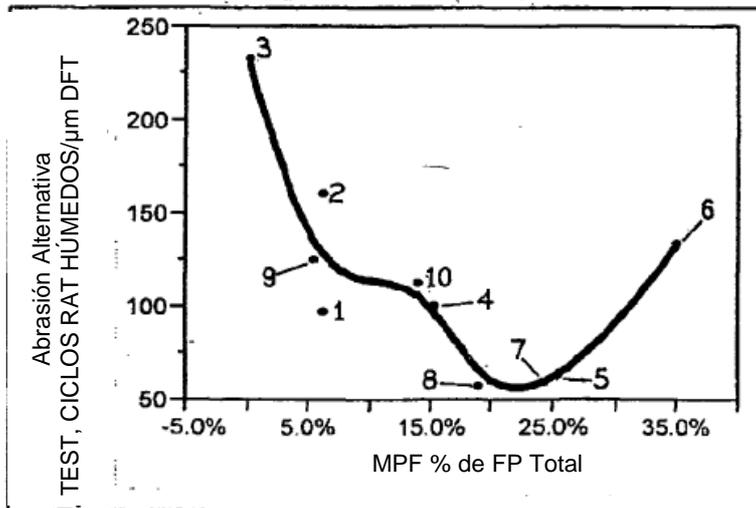


Fig. 14

Ajuste bivariante de la evaluación del test de adhesión mecánica al rayado (1-9, siendo 9 el mejor) frente a contenido de MPF (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

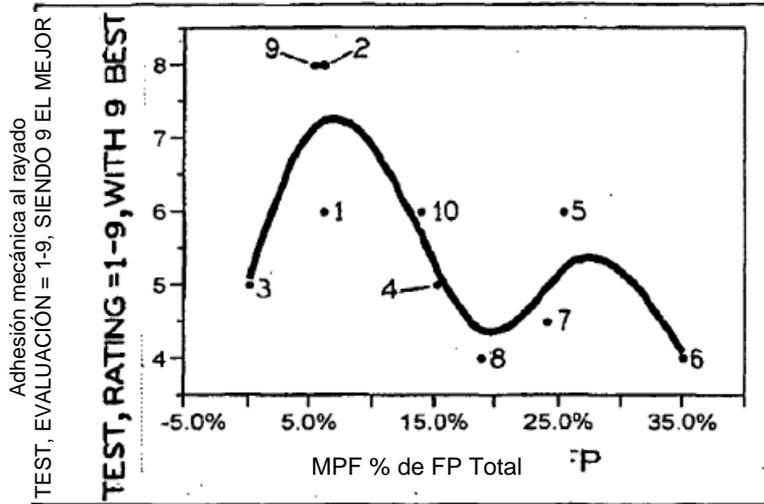


Fig. 15

Ajuste bivariante del brillo a 60° frente a contenido de MPF (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

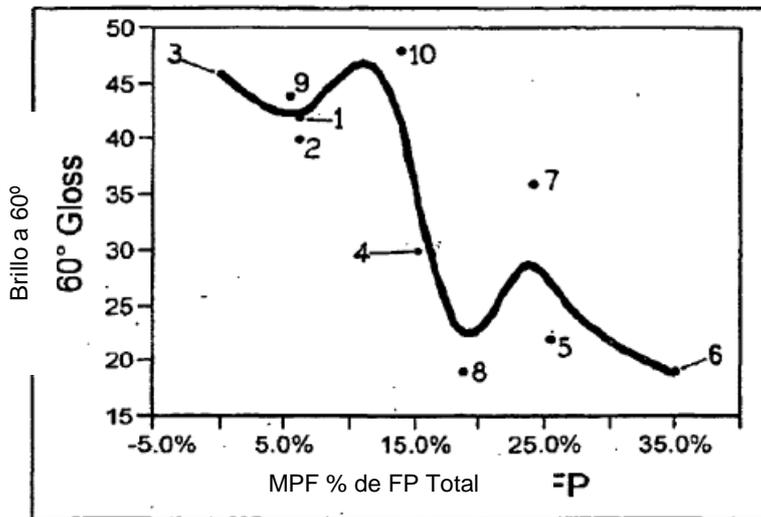


Fig. 16

Ajuste bivariante del ángulo de contacto (°) frente a contenido de MPF (en % en peso de sólidos secos basado en contenido total de fluoropolímero)

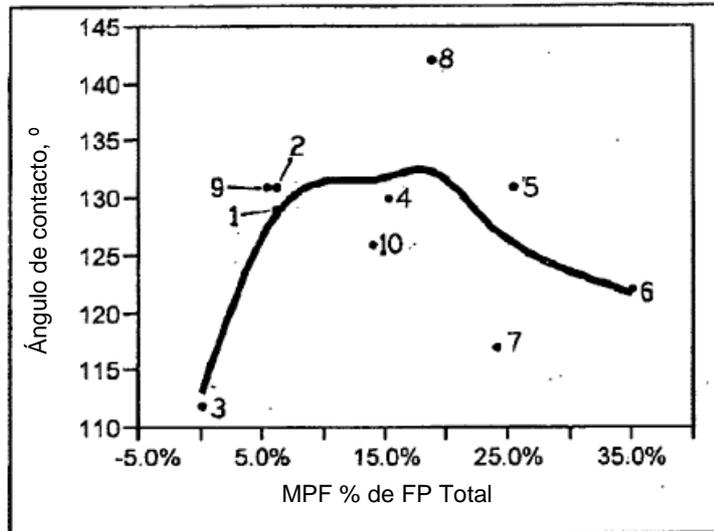


Fig. 17

Diagrama de Contorno para Desprendimiento de Huevo Seco

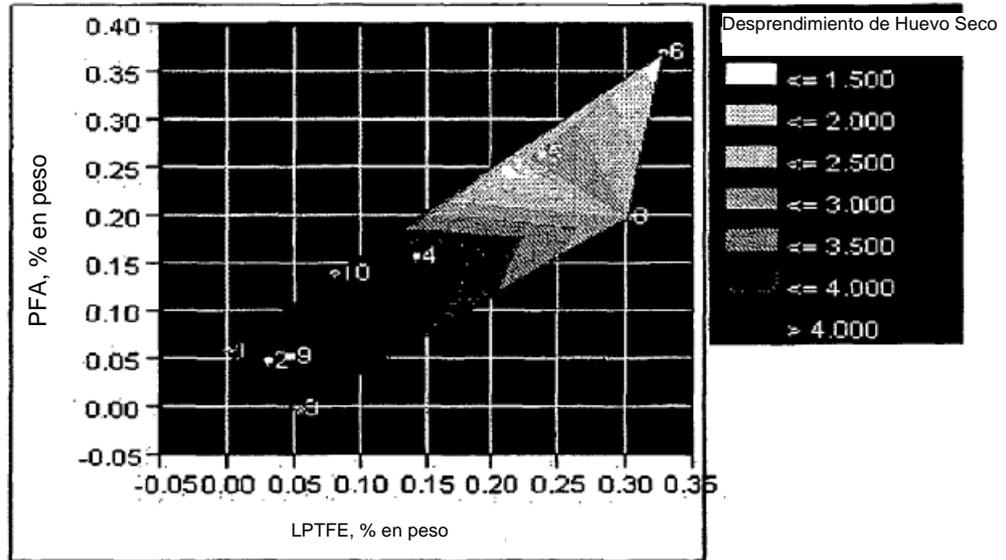


Fig. 18

Diagrama de Contorno para RAT Húmedo

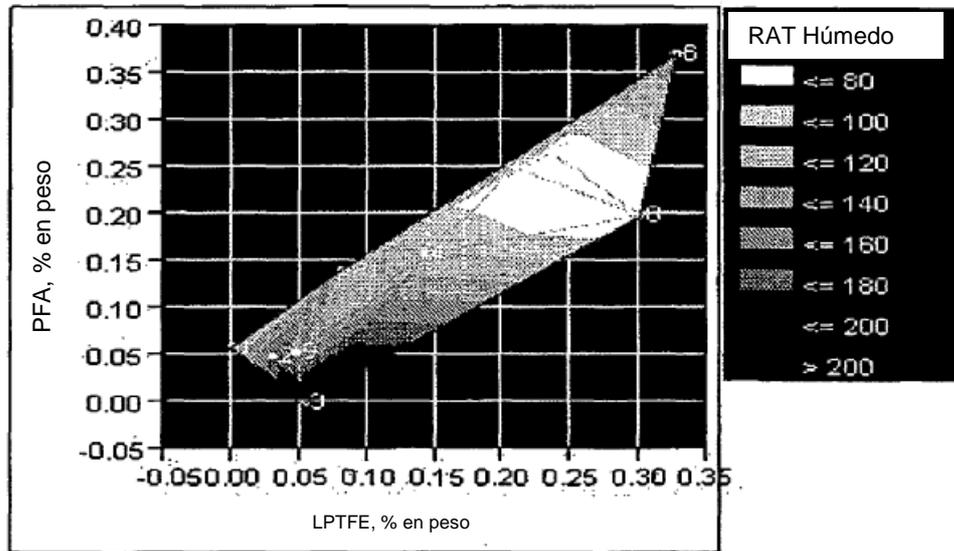


Fig. 19

Diagrama de Contorno para MSAT

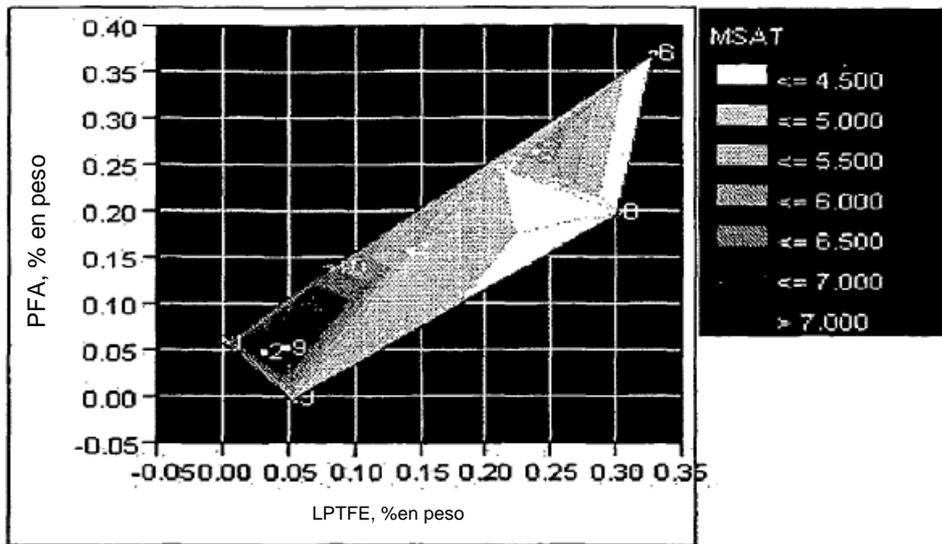


Fig. 20

Diagrama de Contorno para Brillo a 60°

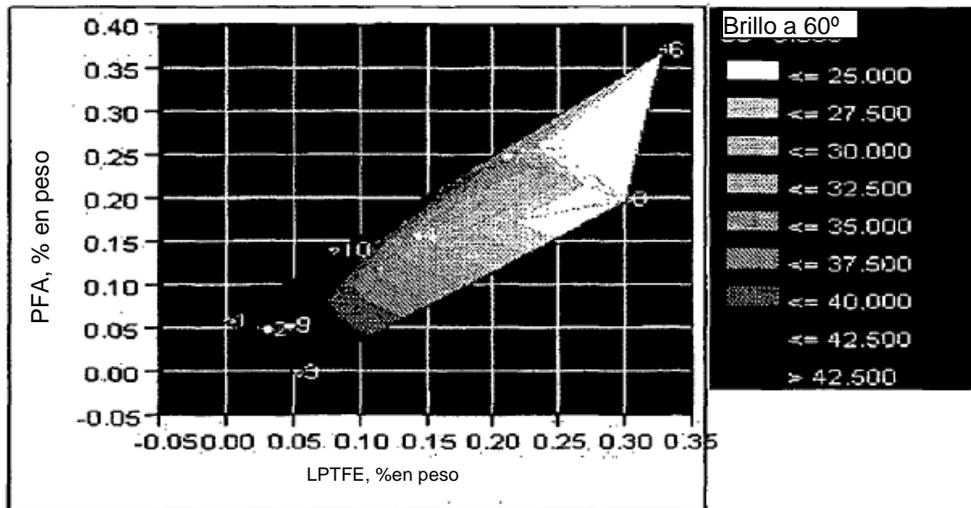


Fig. 21

Diagrama de Contorno para Ángulo de Contacto (°)

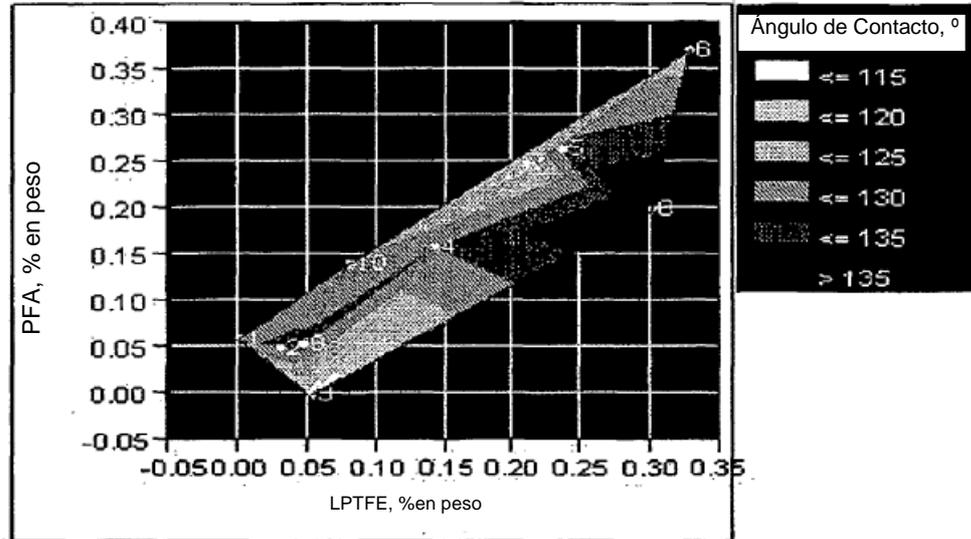


Fig. 22

Diagrama de Contorno para Todos los Datos Normalizados

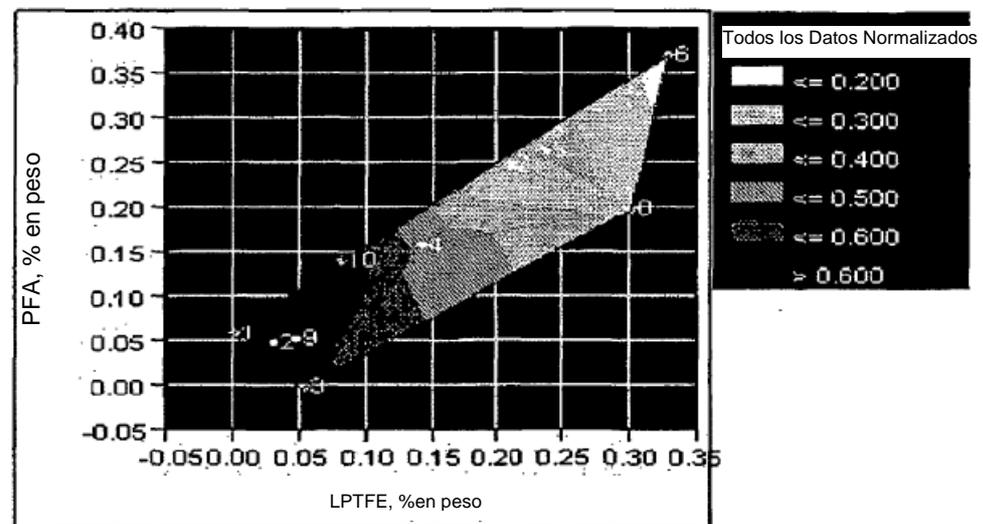


Fig. 23

Diagrama de Contorno para (M) Desprendimiento de Huevo Seco (DER)

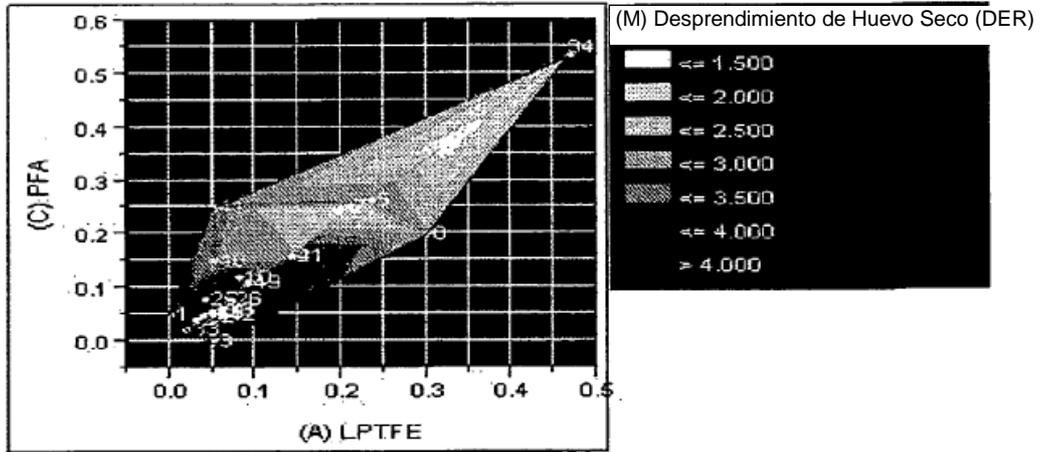


Fig. 24

Diagrama de Contorno para Test de Leche Quemada (N)

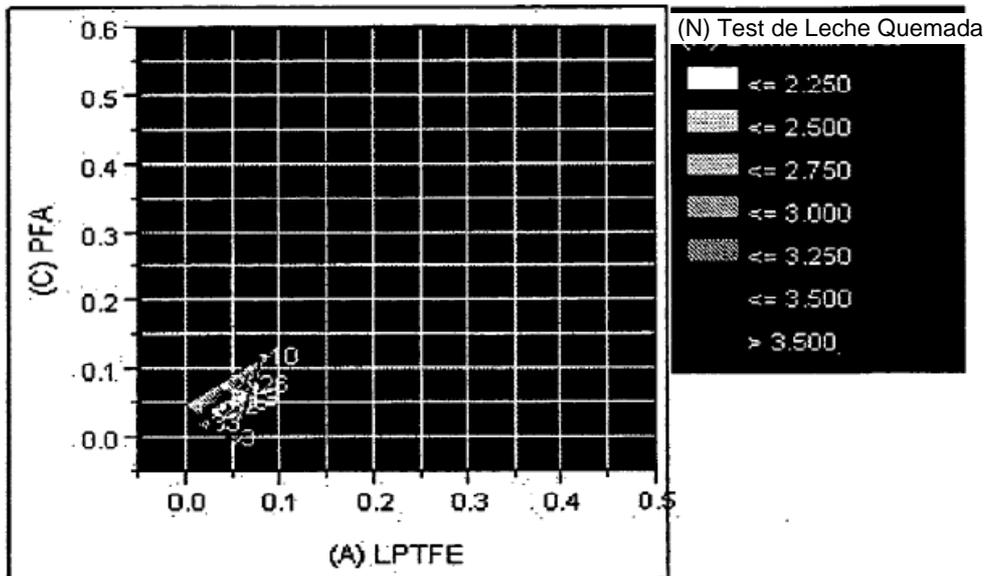


Fig. 25

Diagrama de Contorno para Brillo (O)

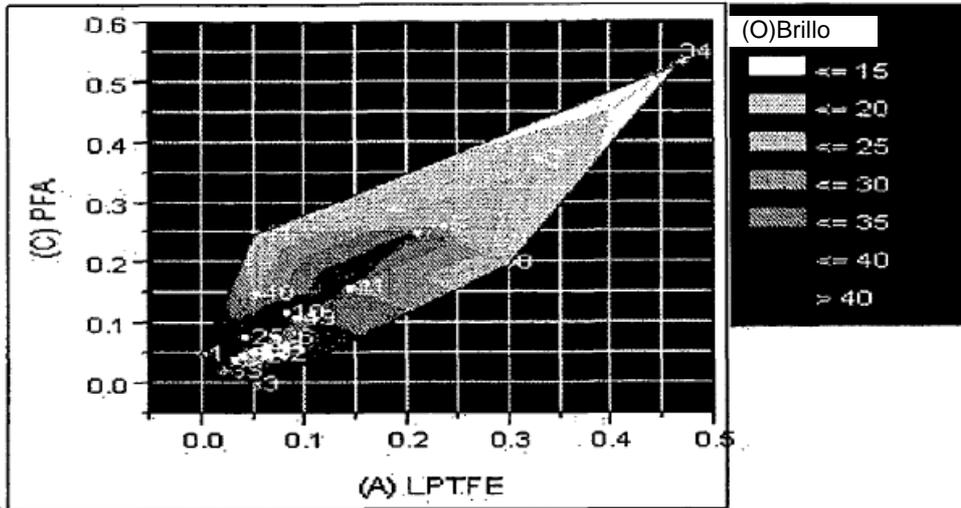


Fig. 26

Diagrama de Contorno para Ángulo de Contacto (P)

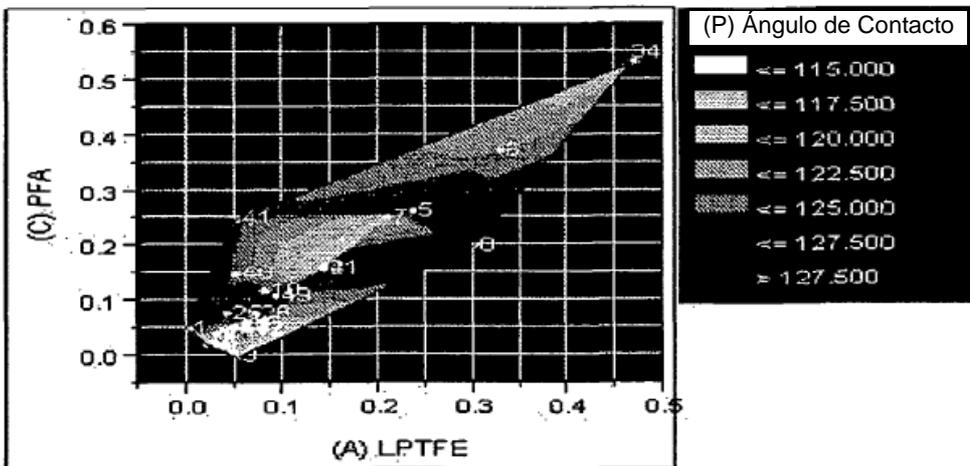


Fig. 27

Diagrama de Contorno para RAT Húmedo (Q) (Capa Base A)

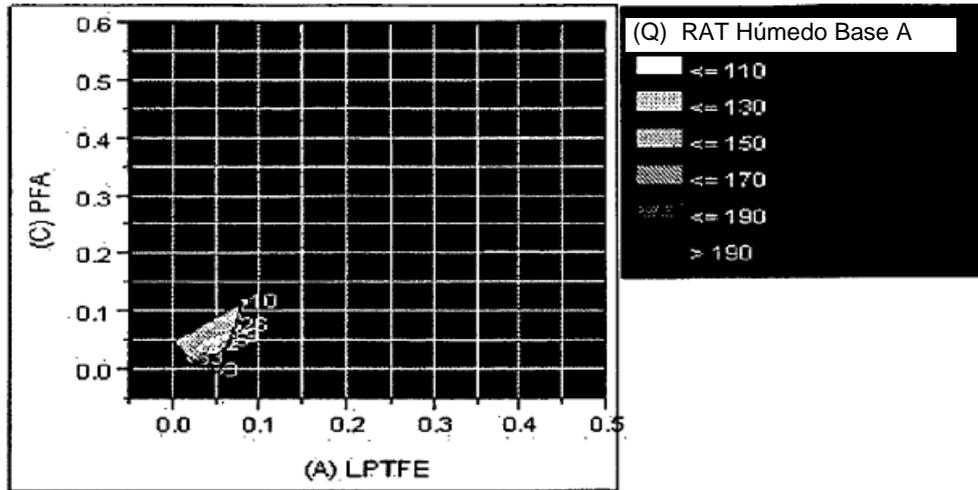


Fig. 28

Diagrama de Contorno para RAT Húmedo (R) (Capa Base B)

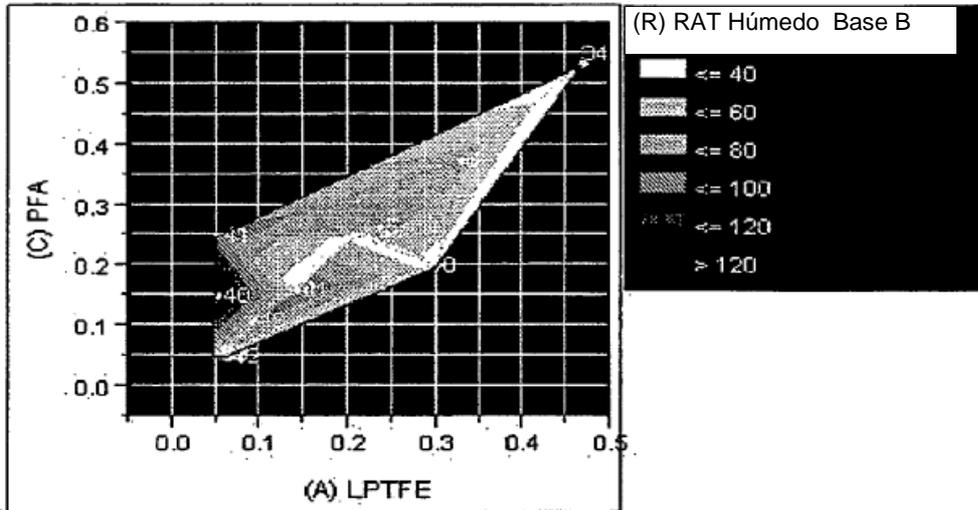


Fig. 29

Diagrama de Contorno para (S) MSAT (Capa Base A)

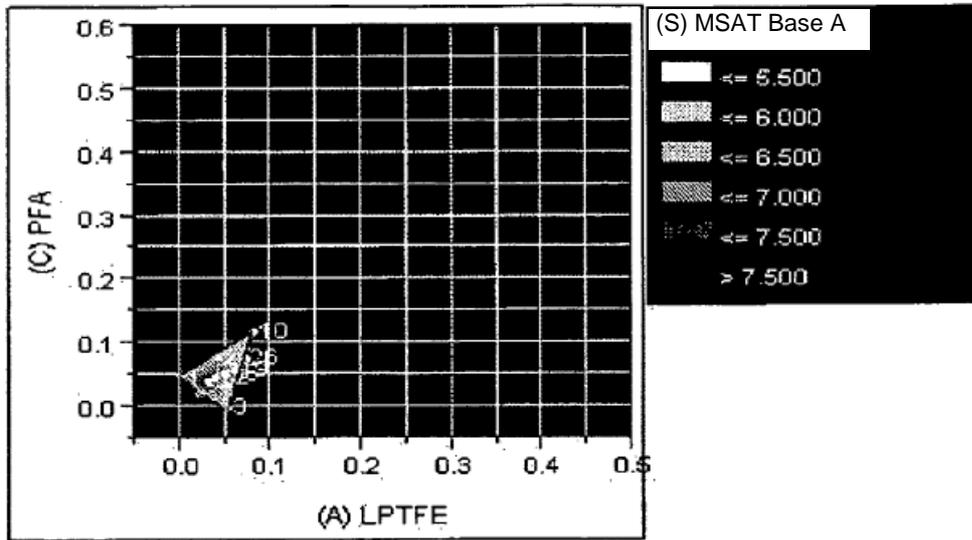


Fig. 30

Diagrama de Contorno para (T) MSAT (Capa Base B)

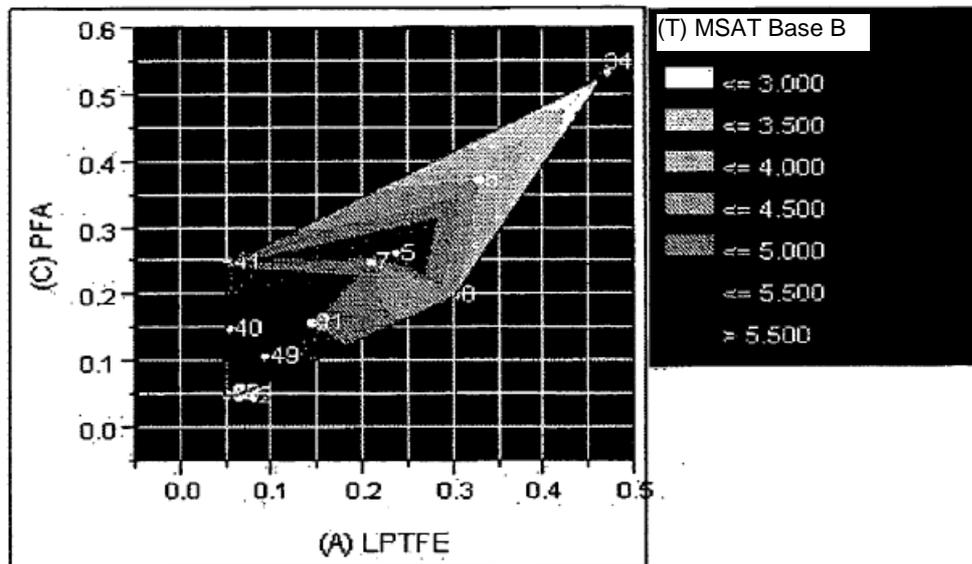


Fig. 31

Diagrama de Contorno para (U) tests normalizados de abrasión

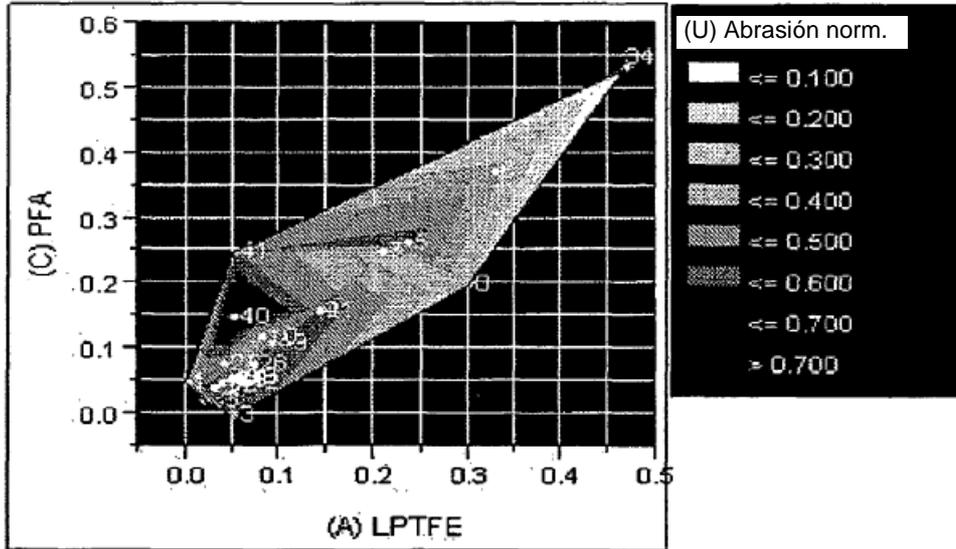


Fig. 32

Diagrama de Contorno para (V) tests normalizados de Desprendimiento

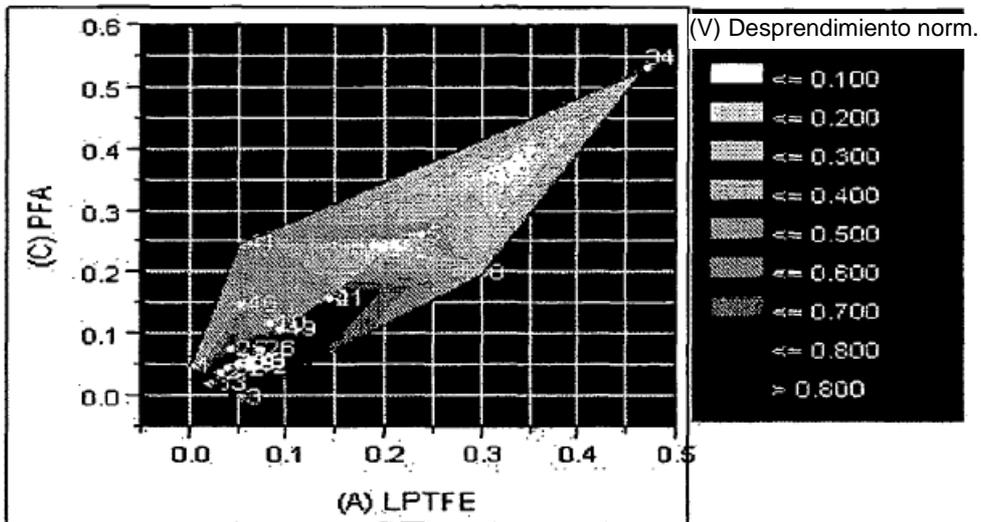


Fig. 33

Diagrama de Contorno para (W) propiedades de superficie normalizada

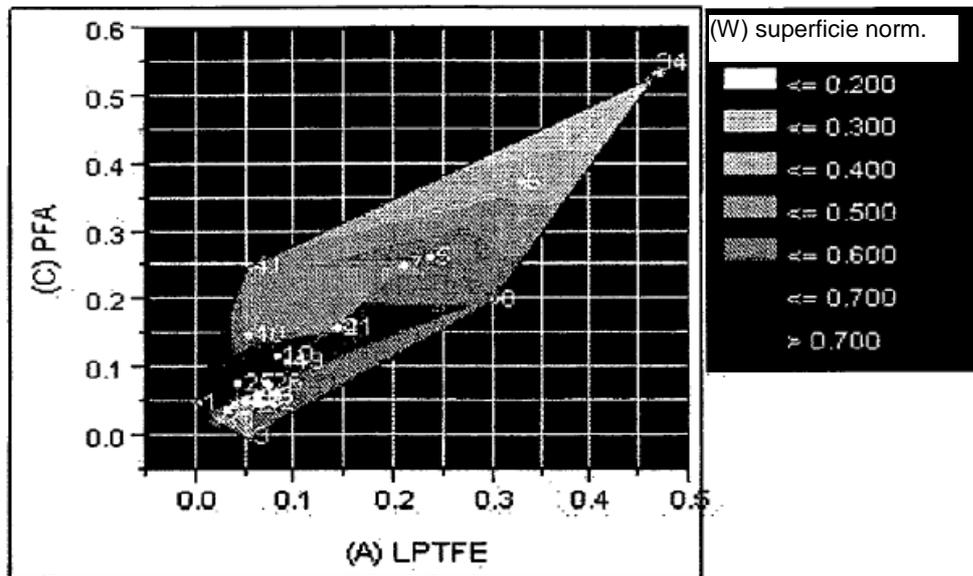


Fig. 34

Diagrama de Contorno para (X) datos normalizados de todos los tests

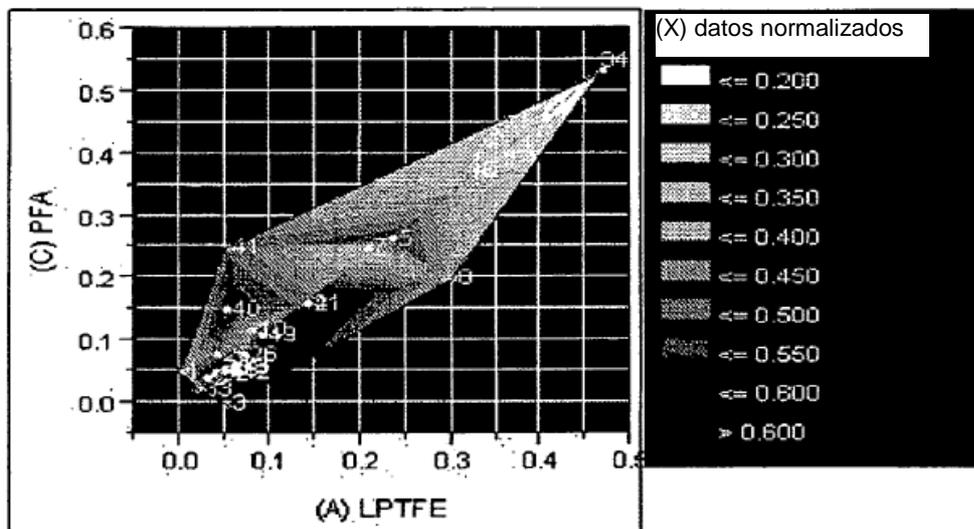


Fig. 35