

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 403**

51 Int. Cl.:

C01G 9/02 (2006.01)
C08C 1/04 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)
C09C 3/00 (2006.01)
C09C 3/12 (2006.01)
C09D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.04.2009 PCT/EP2009/002594**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.10.2009 WO09129932**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.04.2009 E 09734245 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017 EP 2268580**

54 Título: **Partículas modificadas en su superficie de forma reactiva**

30 Prioridad:

23.04.2008 DE 102008020440

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

13.10.2017

73 Titular/es:

**MERCK PATENT GMBH (100.0%)
Frankfurter Strasse 250
64293 Darmstadt, DE**

72 Inventor/es:

**KOCH, MATTHIAS y
PRADELLA, JENS**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 637 403 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

Partículas modificadas en su superficie de forma reactiva

La presente invención hace referencia a partículas que están funcionalizadas con un grupo reactivo inertizado, es decir, con grupos isocianato especiales bloqueados de forma reversible, cuya inertización puede suprimirse a través de una influencia externa.

Para proteger las superficies de corrosión, para reducir el desgaste y para evitar la corrosión por fricción en el caso de componentes de fricción altamente cargados de forma tribológica, se utilizan revestimientos poliméricos en forma de revestimientos de superficie y capas plásticas. Dependiendo de la aplicación, éstos contienen aditivos que reducen la fricción. La vida útil de los revestimientos de esa clase, en el caso de una carga tribológica, se encuentra limitada por la abrasión de la capa.

Por la patente europea EP-B-0 124 955 se conoce la utilización de mezclas de poliolefinas con politetrafluoroetileno para controlar las propiedades de fricción y desgaste de una matriz de polímeros. El coeficiente de fricción de la matriz de polímeros se reduce a través del aditivo. Sin embargo, se ha comprobado que la resistencia y la dureza y, con ello, la durabilidad bajo carga, de los compuestos de politetrafluoroetileno de esa clase, es marcadamente peor que aquella de los materiales sin carga.

En la solicitud DE 101 60 329 se describe el refuerzo de poliolefinas mediante partículas de sílice. Éstas se encuentran fijadas en la matriz de polímeros mediante entrelazamientos y pueden salirse del compuesto de la matriz a través de cargas de cizallamiento.

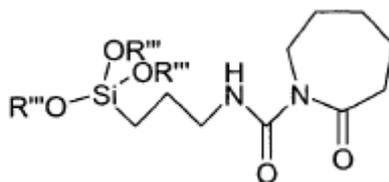
En la solicitud DE 10 2004 033 968 se describe el mezclado de materiales altamente particulados, en particular nanoparticulados, para formar polibenzofenileno y compuestos similares para mejorar la resistencia a la abrasión. En determinados campos de aplicación (por ejemplo en el caso de presiones de contacto elevadas), sin embargo, puede producirse un desprendimiento de las partículas desde la matriz, lo cual conduce a un desgaste elevado en comparación con materiales no cargados.

Se ha comprobado que en los sistemas cargados de forma tribológica es necesaria una fijación covalente de las partículas de refuerzo en la matriz. La estabilidad del material compuesto y el efecto reductor de la abrasión de las partículas pueden reforzarse aún más gracias a ello.

El objeto de la presente invención, por lo tanto, consiste en proporcionar partículas sin aglomerados, funcionalizadas en cuanto a la superficie, las cuales, mezcladas en una matriz de polímeros, favorecen un enlace covalente.

Dicho objeto se alcanzará a través de partículas de óxido metálico que presentan grupos isocianato especiales bloqueados de forma reversible.

Por lo tanto, un primer objeto de la invención consiste por tanto en partículas de óxido metálico que presentan grupos isocianato bloqueados de forma reversible en dispersión, las cuales se obtienen a través de la reacción de una dispersión de las partículas de óxido metálico con silanos de la fórmula



donde

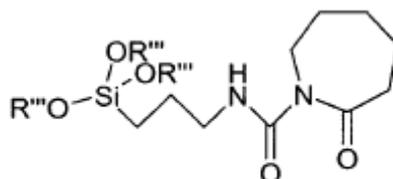
R''', respectivamente de forma independiente uno de otro, significa un grupo alquilo lineal o ramificado con 1-8 átomos de C.

Por la solicitud EP 0872500 se conocen silanos similares como modificadores de la superficie.

Las partículas de la presente invención poseen un diámetro medio de las partículas (d50) de hasta 500nm, preferentemente de 1 a 200nm, de forma especialmente preferente de 1 a 80nm.

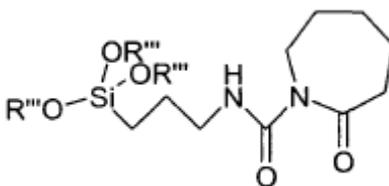
5 El bloqueo reversible de las partículas de óxido metálico es esencial para garantizar una estabilidad de almacenamiento y una capacidad de procesamiento en la matriz de polímeros deseada, es decir, en polímeros o agentes ligantes de revestimientos de superficies. El bloqueo, de acuerdo con la invención, se suprime a través de una influencia externa, preferentemente calor o radiación, después de la aplicación de la matriz de polímeros o de la composición total de revestimientos de superficies, la cual contiene las partículas de óxido metálico bloqueado de forma reversible. Esto permite la reacción de las partículas con el polímero de la matriz o con el agente ligante del sistema de revestimiento, debido a lo cual se produce una red con enlaces químicos covalentes.

De manera adicional con respecto a los silanos de la fórmula



10 se utilizan preferentemente silanos anfífilicos para la funcionalización de la superficie, del modo que se describirá a continuación.

Se considera preferente además un método para producir partículas de óxido metálico con grupos isocianato bloqueados de forma reversible, a través de la reacción de una dispersión de las partículas de óxido metálico con silanos de la fórmula



15 donde

R''', respectivamente de forma independiente uno de otro, significa un grupo alquilo lineal o ramificado con 1-8 átomos de C.

20 Un grupo alquilo lineal o ramificado con 1 a 8 átomos de C es por ejemplo metilo, etilo, isopropilo, terc-butilo, n-butilo, n-pentilo, n-hexilo, n-heptilo, n-octilo o etilhexilo. De manera especialmente preferente R''' es metilo o etilo.

De manera preferente, en el método de acuerdo con la invención se utiliza una dispersión alcohólica o acuosa de las partículas de óxido metálico. Se considera especialmente preferente una dispersión alcohólica que eventualmente también puede contener agua.

25 Se consideran alcoholes preferentes el metanol, etanol, propanol, isopropanol o n-butanol. De manera especialmente preferente se utiliza etanol.

Generalmente, las partículas de óxido metálico que presentan grupos isocianato bloqueados de forma reversible se producen según el método antes descrito. Para la incorporación en sistemas de revestimientos de superficies especiales o en su matriz de polímeros puede ser esencial la utilización de nanopartículas aisladas.

30 Las partículas de óxido metálico que presentan grupos isocianato bloqueados de forma reversible pueden obtenerse cuando en el método de acuerdo con la invención, del modo antes descrito o determinado en las reivindicaciones, el disolvente se retira para el secado.

35 Un objeto de la invención consiste por tanto también en partículas de óxido metálico aisladas con grupos isocianato bloqueados de forma reversible, del modo antes descrito, caracterizadas porque las mismas pueden obtenerse a través de la reacción indicada anteriormente, donde en el último paso el disolvente de la dispersión se retira para el secado.

Igualmente es posible también un intercambio del disolvente de la dispersión que contiene las partículas de óxido metálico de acuerdo con la invención. El procedimiento correspondiente es conocido por el experto. Una posibilidad se describe en el siguiente ejemplo 4a, donde en el ejemplo 4a el disolvente de la dispersión del ejemplo 3 se cambia por la N-metilpirrolidona (NMP). A través de esta posibilidad puede producirse una dispersión en cada disolvente deseado, la cual es necesaria o adecuada para el sistema de aplicación deseado o también para un sistema de revestimiento de superficie.

Disolventes de revestimientos de superficie típicos son por ejemplo alcoholes, como metanol o etanol, éteres, como dietil éter, tetrahidrofurano y/o dioxano, ésteres como acetato de butilo o hidrocarburos, como tolueno, petróleo ligero, hidrocarburos halogenados, como diclorometano, o productos que pueden adquirirse a través del comercio, como el solvente nafta o productos a base de Shellsol, un disolvente de hidrocarburo con alto punto de ebullición, por ejemplo Shellsol A, Shellsol T, Shellsol D40 o Shellsol D70. Para determinados sistemas de revestimiento de superficie son disolventes típicos la dimetilformamida (DMF) y/o la alquilpirrolidona, por ejemplo N-metilpirrolidona (NMP).

Las ventajas de las partículas de óxido metálico modificadas superficialmente de acuerdo con la invención, son

- a) las partículas pueden distribuirse de forma homogénea y sin aglomerados, es decir, en un polímero o, en el mismo sentido, en un ligante de un revestimiento de superficie,
- b) las partículas pueden almacenarse, ya que en el estado de funcionamiento el grupo isocianato se encuentra presente bloqueado de forma reversible y, durante el procesamiento, del modo deseado, puede activarse mediante una influencia externa,
- c) las partículas aumentan de modo significativo la resistencia a la abrasión,
- d) las partículas mejoran las propiedades mecánicas de las resinas que se endurecen térmicamente, los así llamados duroplastos, preferentemente de las resinas epoxi.

En particular en comparación con las partículas de óxido metálico que están funcionalizadas con los silanos para la modificación superficial, conocidos por la solicitud EP 0872500, las partículas de óxido metálico de acuerdo con la invención ofrecen en particular la ventaja de ser adecuadas para ser incorporadas en sistemas que en particular deben ser cargadas de forma térmica. El grupo isocianato bloqueado de manera reversible, utilizado de acuerdo con la invención, es estable a temperaturas de 20 a 180°C y puede desbloquearse de forma reversible a partir de temperaturas de 180°C. A través de la temperatura de desbloqueo más elevada se ofrecen ventajas en cuanto al procesamiento, en particular durante la síntesis de las partículas. De este modo, en el caso de una separación por destilación, existe un riesgo menor de que se produzca un desbloqueo no deseado antes de tiempo. El rango preferente para el endurecimiento térmico o el desbloqueo se ubica entre 190° y 240°C.

En el sentido de la presente invención, el término matriz de polímeros está definido como un compuesto polimérico o una mezcla de compuestos poliméricos que presentan grupos reactivos, los cuales pueden reaccionar con isocianatos. Los compuestos de polímeros adecuados portan por ejemplo por tanto los grupos reactivos seleccionados de -OH, -NHR (donde R= radical orgánico o H). Los compuestos de polímeros, por tanto, son preferentemente polioles de poliéster, polioles de poliácrlato, poliamidas, imidas de poliamida o resinas epoxi. De manera especialmente preferente se seleccionan poliamidas, poliamidimidias o resinas epoxi como matriz de polímeros.

Los compuestos de polímeros descritos como preferentes o especialmente preferentes son por ejemplo ligantes de revestimientos de superficie conocidos.

Los radicales orgánicos R son por ejemplo grupos alquilo lineales o ramificados con 1 a 20 átomos de C, grupos cicloalquilo con 3 a 10 átomos de C o grupos arilo.

Grupos alquilo lineales o ramificados considerados como preferentes son por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, terc.-butilo, n-pentilo o n- hexilo.

Grupos cicloalquilo preferentes son por ejemplo el ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo o ciclohexilo.

Grupos arilo considerados preferentes son el fenilo o naftilo.

El material de partículas, de forma especialmente preferente, se basa en óxidos o hidróxidos de silicio, titanio, cinc, aluminio, cerio, cobalto, cromo, níquel, hierro, itrio y/o circonio, los cuales opcionalmente pueden estar recubiertos de óxidos o hidróxidos de silicio o aluminio. Por lo tanto, de manera preferente, las partículas de óxido metálico de

acuerdo con la invención se componen de óxidos o hidróxidos de silicio, titanio, cinc, aluminio, cerio, cobalto, cromo, níquel, hierro, itrio y/o circonio, los cuales opcionalmente pueden estar recubiertos de óxidos o hidróxidos de silicio o aluminio. Las partículas de óxido metálico consideradas como preferentes se indican a continuación.

5 En las partículas de óxido metálico de acuerdo con la invención, metal significa cualquier elemento que, en comparación con los contraiones, puede presentarse como elemento asociado electropositivo, como los metales clásicos de los grupos secundarios, así como de los metales del grupo primario del primer y del segundo grupo principal, sin embargo, también todos los elementos del tercer grupo principal, así como silicio, germanio, estaño, plomo, fósforo, arsénico, antimonio y bismuto. Entre los óxidos de metales considerados preferentes se encuentran en particular el óxido de titanio, de cinc, de circonio, de cerio o de silicio. De manera especialmente preferente, como
10 partículas de óxido metálico se utilizan partículas de dióxido de silicio.

Las partículas de óxido metálico se agregan a la matriz de polímeros, del modo antes definido, por ejemplo en rangos de 0,1 – 25 % en peso, en particular de 0,5 - 15 % en peso y en particular preferentemente de 1 - 5 % en peso, referido al contenido de sólidos total de la matriz de polímeros.

15 Para la utilización de las partículas de óxido metálico en el sentido de la presente invención, en particular en cuanto a las propiedades de abrasión, se ha comprobado como ventajoso que las partículas sean circulares y que no presenten bordes; es decir, en el sentido de la presente invención, que las relaciones de los tres diámetros medios de las partículas, los cuales se encuentran de forma vertical unos sobre otros, se ubiquen en el rango de 1:2 a 2:1 y preferentemente en el rango de 1,5:1 - 1:1,5.

El diámetro y la forma son determinados mediante micrografías electrónicas (REM, TEM).

20 Asimismo, se considera ventajoso que las partículas no sean porosas; es decir que la superficie de las partículas esencialmente se forme desde su superficie externa.

Además, en el sentido de las propiedades de abrasión y de la capacidad de procesamiento, se considera ventajoso que las partículas de óxido metálico presenten una distribución del tamaño de las partículas en donde las partes de partículas con un diámetro medio de las partículas por encima de 500 nm se ubiquen por debajo de 0,5 % en peso, donde preferentemente las partes de partículas con un diámetro medio de las partículas por encima de 200 nm se ubiquen por debajo de 0,5 % en peso y de forma especialmente, la partes de partículas con un diámetro medio de las partículas por encima de 80 nm se ubiquen por debajo de 0,5 % en peso.
25

El diámetro medio de las partículas se determina mediante espectroscopia de correlación de partículas (PCS) o mediante microscopio electrónico por transmisión.

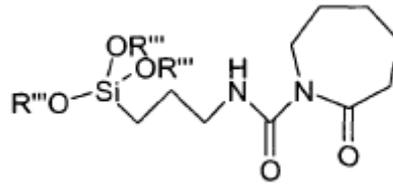
30 En el método PCS, el ensayo se realiza con un sistema Malvern Zetasizer según las instrucciones de uso. De este modo, el diámetro de las partículas se determina como valor d50. La denominación "diámetro medio de las partículas", en la presente descripción, se refiere a ese valor d50.

35 En una variante de la presente invención, de manera preferente, como partículas de óxido metálico se utilizan núcleos monodispersos de dióxido de silicio, los cuales por ejemplo pueden obtenerse según el método descrito en la solicitud US 4 911 903. Los núcleos son producidos a través de la policondensación hidrolítica de tetraalcoxisilanos en un medio amoniacal acuoso, donde primero se genera un sol de partículas primarias y a continuación, a través de un agregado controlado continuo de tetraalcoxisilano se lleva la partícula de SiO₂ obtenida al tamaño deseado de la partícula. Con este método pueden producirse núcleos de SiO₂ monodispersos con una desviación del estándar del diámetro medio de las partículas del 5 %.

40 Además, como material inicial se consideran preferentes los núcleos de SiO₂, los cuales están revestidos con metales u óxidos metálicos, como por ejemplo TiO₂, ZrO₂, ZnO₂, SnO₂ o Al₂O₃. La producción de núcleos de SiO₂ revestidos con óxidos metálicos se describe detalladamente por ejemplo en las solicitudes US 5 846 310, DE 198 42 134 y DE 199 29 109.

45 Como material inicial pueden utilizarse también núcleos monodispersos de óxidos metálicos como TiO₂, ZrO₂, ZnO₂, SnO₂ o Al₂O₃, o mezclas de óxidos metálicos. Su producción se describe por ejemplo en la solicitud EP 0 644 914. Además, el método según la solicitud EP 0 216 278 para la producción de núcleos de SiO₂ monodispersos puede traspasarse de forma sencilla y con el mismo resultado a otros óxidos. A una mezcla de alcohol, agua y amoníaco, cuya temperatura se regula con exactitud de 30 a 40°C con un termostato, en una colada se agregan mezclando con intensidad tetraetoxisilano, tetrabutoxititanio, tetrapropoxicirconio o sus mezclas y la mezcla obtenida se agita intensamente durante otros 20 segundos, donde se produce una suspensión de núcleos monodispersos en el rango nanométrico. Después de un tiempo posterior de reacción de 1 a 2 horas los núcleos se separan del modo habitual, por ejemplo a través de centrifugación, se lavan y se secan.
50

El grado de funcionalización de la superficie con silanos de la fórmula



es de 0,1 a 3 moléculas/nm², donde preferentemente se aplican de 0,2 a 2 moléculas/nm².

- 5 La funcionalización adicional de la superficie, junto con la funcionalización con grupos isocianato bloqueados de forma reversible, del modo antes descrito, se compone de 1-80%, preferentemente de 1-50%, de forma especialmente preferente de 2-20% de silanos anfífilos, tal como están descritos en la solicitud WO 2007/059842. Gracias a ello se impide la aglomeración de las partículas durante el proceso de funcionalización, durante su procesamiento y durante la aplicación de la capa.

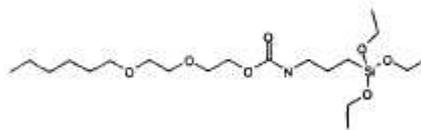
Preferentemente, los silanos mencionados consisten en compuestos de la fórmula general



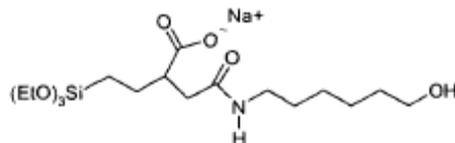
donde

- X representa un grupo orgánico disociable, preferentemente un radical alcoxi OR''' con un grupo alquilo lineal o ramificado R''' con 1- 8 átomos de C,
- 15 • S_p u O representan un alquilo de cadena recta o ramificado con 1-18 átomos de C, un alqueno de cadena recta o ramificado con 2-18 átomos de C y uno o varios enlaces dobles, un alquino de cadena recta o ramificado con 2-18 átomos de C y uno o varios enlaces triples, un cicloalquilo saturado, parcialmente o completamente insaturado con 3-7 átomos de C, que puede sustituirse por grupos alquilo con 1-6 átomos de C,
- A_{hp} representa un bloque hidrófilo, y
- B_{hb} representa un bloque hidrófobo, y
- 20 • donde al menos un grupo funcional reactivo se encuentra presente unido a A_{hp} y/o a B_{hb}.

Silanos considerados como preferentes para la funcionalización adicional de la superficie se describen en la solicitud WO 2007/059842, preferentemente silanos de las estructuras



ácido (3-trietoxisilil)-propil carbámico 2-(2-hexiloxi-ethoxi)-etil éster),



25

O

El desgaste entre los elementos asociados deslizantes puede alcanzarse a través de la utilización simultánea de las partículas de acuerdo con la invención, así como de lubricantes sólidos adecuados. La utilización de lubricantes sólidos corresponde al estado del arte, la selección puede ser realizada por el experto según las condiciones de contorno de la aplicación.

- 5 Por consiguiente, también es objeto de la invención la utilización de las partículas de acuerdo con la invención en pares deslizantes.

Preferentemente, en los pares deslizantes al menos una de las superficies es metálica.

Los siguientes ejemplos deben explicar la invención con mayor detalle, sin limitarla.

Ejemplos:

10 **Espectroscopia de correlación de partículas**

Las mediciones se realizan con un sistema Zetasizer Nano ZS de la empresa Malvern, a temperatura ambiente. Se mide con una longitud de onda del láser de 532 nm.

- 15 El volumen de la muestra, en todos los casos, asciende a 1 ml en el caso de una concentración de 0,5 por ciento en peso de partículas de óxido metálico en acetato de butilo. Antes de la medición, las soluciones son filtradas con un filtro de 0,45µm.

Microscopía electrónica por transmisión

Se utiliza un microscopio Tecnai 20F de la empresa Fei Company con cátodo de emisión de campo. Las imágenes microscópicas se realizan con un voltaje de aceleración de 200 kV. Adquisición de datos en una cámara 2k CCD de Gatan.

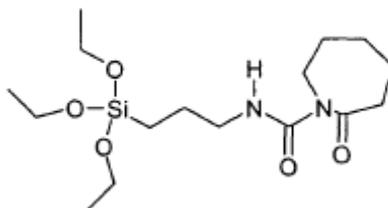
- 20 Preparación de las muestras de líquido con partículas de óxido metálico para la medición en el microscopio electrónico por transmisión:

- 25 Para preparar la muestra, la solución que contiene las partículas de óxido metálico se diluye a 1 % en peso y una gota de esa solución se coloca en una pequeña red de Cu e inmediatamente después se "succiona en seco" nuevamente con un papel de filtro. (blotting off excess solution - secado de la solución excedente). La medición de la muestra tuvo lugar después del secado a temperatura ambiente por un día.

Ejemplo 1: Producción del silano anfifílico como modificador de la superficie I

- 30 Bajo atmósfera de gas inerte, 4,00 ml de dietilenglicolmono-n-hexil éter y 4,90 ml de 3-isocianatopropiltrióxidosilano se colocan juntos en 6,00 ml de tolueno secado y se calienta por 7 horas a 90 °C. Se realiza el seguimiento del curso de la reacción con espectroscopia IR. Una vez finalizada la reacción el tolueno se extrae en el evaporador rotativo. ácido (3-trietoxisilil)-propil carbámico 2-(2-hexiloxi-ethoxi)-etil éster.

Ejemplo 2: Producción del modificador de la superficie II



- 35 Bajo atmósfera de gas inerte, 28,29 g de epsilon - caprolactama y 61,84 g de 3-isocianatopropiltrióxidosilano se colocan juntos en 113,00 ml de tolueno secado y se calienta por 20 horas a 90 °C. Se realiza el seguimiento del curso de la reacción con espectroscopia IR. Una vez finalizada la reacción el tolueno se extrae en el evaporador rotativo. Se obtiene el modificador de la superficie II = epsilon-caprolactama-carboxi-(3-trietoxisilil)propil-amida.

Ejemplo 3: Producción de la dispersión de partículas con un diámetro medio de las partículas de 20nm

5 Se preparan 1200ml de etanol, 612ml de agua y 167ml de TEOS (tetraetoxisilano) y se templan a 75°C. Se agregan rápido agitando enérgicamente 36ml de solución acuosa de amoníaco (concentración 25%). La mezcla se agita enérgicamente por 30s y sin agitar nuevamente se mantiene 1 hora a 75°C. A continuación, la mezcla se deja enfriar lentamente a temperatura ambiente. Para el procesamiento, la totalidad de la mezcla se concentra a una masa de 510 g en el evaporador rotativo. Se obtiene una dispersión al 10 % en peso de silicato con un diámetro medio de las partículas de 20nm.

Ejemplo 4a: Producción de partículas funcionalizadas con grupos reactivos bloqueados de forma reversible

10 A 200 g de la dispersión de partículas al 10 % en peso del ejemplo 3 se agregan 1 g del silano del ejemplo 1 y 4 g del silano del ejemplo 2. La mezcla se agita 24 horas a temperatura ambiente. A continuación se añaden 80 g de 1-metil-2- pirrolidona (NMP). A una temperatura de 30° C se extrae el agua en el evaporador rotativo. Se obtiene una dispersión homogénea de las partículas en NMP.

Ejemplo de comparación 4b:

15 Producción de partículas funcionalizadas sin grupos reactivos según el ejemplo 4a, donde se utilizan 5g del silano del ejemplo 1.

Ejemplo de comparación 4c:

20 A 200 g de la dispersión de partículas al 10 % en peso del ejemplo 3 se agregan 80 g de 1-metil-2-pirrolidona y el agua se extrae en el evaporador rotativo con una presión reducida y a una temperatura de 30°C. La dispersión obtenida, al principio clara, se oscurece en el transcurso de 8 días. Después de 12 días se ha formado un sedimento de partículas de sílice aglomeradas. Esa dispersión no puede utilizarse para formulaciones de revestimientos de superficie.

Ejemplo 5a: Formulación de revestimiento de superficie con nanopartículas con grupos reactivos bloqueados de forma reversible y aplicación

25 A 100g de Molykote® 7409 de la empresa Dow-Corning se agregan 28,5g de la dispersión de partículas en NMP del ejemplo 4a. La mezcla obtenida se pulveriza sobre cuerpos de acero fosfatados (100Cr6) y se cuece por 120min a 150°C, a continuación por 30min a 220°C.

Ejemplo de comparación 5b:

Formulación de revestimiento de superficie con nanopartículas sin grupos reactivos bloqueados y aplicación:

30 De forma análoga al ejemplo 5a; 28,5 g de la dispersión de partículas se incorporan en NMP del ejemplo 4b y el revestimiento de superficie se pulveriza.

Ejemplo de comparación 6:

Revestimiento de superficie sin nanopartículas A 100g de Molykote® 7409 de la empresa Dow-Corning se agregan 22,8g de 1-metil-2-pirrolidona. La mezcla obtenida se pulveriza sobre cuerpos de acero fosfatados (100Cr6) y se cuece por 120 min a 150°C, a continuación por 30 min a 220°C.

35 Prueba:

Los cuerpos de acero de los ejemplos 5a, 5b y 6 fueron sometidos a una prueba de desgaste según DIN 51834-8 (contacto de líneas, fuerza normal 20N).

Resultados:

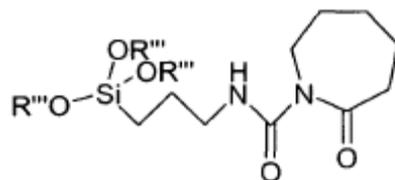
Muestra	Ejemplo 5a	Ejemplo 5b	Ejemplo 6
Profundidad del desgaste [µm] por abrasión	2,2	Rotura después de 18 min, debido al desgaste de la capa por abrasión	6,9

De este modo, el cuerpo de la muestra del ejemplo 5a, en comparación con el ejemplo 6, muestra un desgaste un 68 % más reducido. De ello resulta una vida útil correspondientemente más prolongada del revestimiento.

5 El ejemplo 5b comprueba que las partículas sin los grupos isocianato bloqueados de forma reversible no se fijan en la matriz del sistema del revestimiento de superficie, actuando por ello de forma abrasiva, donde el revestimiento de superficie es resistente por menos tiempo que sin partículas.

REIVINDICACIONES

1. Partículas de óxido metálico que presentan grupos isocianato bloqueados de forma reversible en dispersión, las cuales se obtienen a través de la reacción de una dispersión de las partículas de óxido metálico con silanos de la fórmula



5

donde

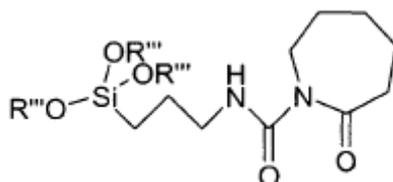
• R''', respectivamente de forma independiente uno de otro, significa un grupo alquilo lineal o ramificado con 1-8 átomos de C.

10 2. Partículas según la reivindicación 1, caracterizadas porque las partículas de óxido metálico se componen de óxidos o hidróxidos de silicio, titanio, cinc, aluminio, cerio, cobalto, cromo, níquel, hierro, itrio y/o circonio, las cuales opcionalmente pueden estar recubiertas de óxidos o hidróxidos de silicio o aluminio.

3. Partículas según la reivindicación 1 ó 2, caracterizadas porque adicionalmente con respecto a lo silanos de la reivindicación 1 se utilizan silanos anfifílicos para la funcionalización de la superficie.

15 4. Partícula aislada según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque para el secado se separa el disolvente de la dispersión.

5. Método para producir partículas de óxido metálico con grupos isocianato bloqueados de forma reversible según la reivindicación 1, a través de la reacción de una dispersión de las partículas de óxido metálico con silanos de la fórmula



20 donde

R''', respectivamente de forma independiente uno de otro, significa un grupo alquilo lineal o ramificado con 1-8 átomos de C.

6. Método según la reivindicación 5, caracterizado porque se utiliza una dispersión alcohólica o una dispersión acuosa de las partículas de óxido metálico.

25 7. Método para producir partículas según la reivindicación 3, caracterizado porque el método según la reivindicación 5 ó 6 es seguido por la reacción con un silano anfifílico.

8. Método para producir partículas según la reivindicación 4, caracterizado porque el método según la reivindicación 5 a 7 es seguido por la extracción del disolvente de la dispersión para el secado.

30 9. Composiciones que contienen partículas según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, y al menos un compuesto polimérico como matriz.

10. Composición según la reivindicación 9, caracterizada porque el compuesto polimérico de la matriz es una poliamida, una poliamidimida o un epóxido.

11. Composición según la reivindicación 9 ó 10, caracterizada porque la misma contiene adicionalmente lubricantes sólidos.
12. Utilización de las partículas según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4 en un revestimiento de superficie o una resina.
- 5 13. Utilización de la composición según la reivindicación 10 u 11 en pares deslizantes.
14. Utilización según la reivindicación 13, caracterizada porque en los pares deslizantes al menos una de las superficies es metálica.
15. Utilización según la reivindicación 13 ó 14, caracterizada porque los pares deslizantes, como forma de ejecución, son cojinetes deslizantes, rodamientos, rodamientos de bolas, cadenas de eslabones o piñones.
- 10 16. Revestimiento de superficie, resina o pares deslizantes que contienen partículas según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4.