

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 737**

51 Int. Cl.:

C09C 1/30 (2006.01)

B08B 17/06 (2006.01)

B05D 5/00 (2006.01)

C09D 1/00 (2006.01)

C09D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.10.2006 PCT/EP2006/067760**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.05.2007 WO07051747**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.10.2006 E 06807539 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2018 EP 1954766**

54 Título: **Composiciones de procesamiento mejoradas y métodos para formarlas**

30 Prioridad:

31.10.2005 US 263284

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

12.07.2019

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**DIETZ, THOMAS;
MUELLER, FELIX;
NARGIELLO, MARIA R.;
RUSSEL, JODI LYNN;
SEROBIAN, ASHOT K. y
WINTER, PATRICK**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 719 737 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

Composiciones de procesamiento mejoradas y métodos para formarlas

Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

Antecedentes de la invención

5 1. Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de procedimiento (formas concentradas y diluidas) y a un método (es decir, un procedimiento) para formarla. La composición de procedimiento inventiva (formas concentradas y diluidas) es útil para formar una composición de tratamiento que es capaz de formar revestimientos protectores esencialmente transparentes, despegables y renovables sobre una superficie receptora mediante el procedimiento de aplicar a la superficie receptora una composición de tratamiento que comprende una pluralidad de partículas hidrófobas dispersadas coloidalmente en un disolvente volátil; permitir que el disolvente volátil se evapore; y depositar de ese modo un revestimiento sobre la superficie receptora que proporciona propiedades repelentes de la suciedad y del agua, autolimpieza y beneficios de limpieza más fácil a la siguiente vez.

2. Descripción de la técnica relacionada

15 El principio de revestimientos autolimpiadores es bien conocido en la bibliografía. El efecto requiere generalmente dos características esenciales: una es una superficie hidrófoba o revestimiento hidrófobo sobre una superficie; y la segunda es cierto grado de rugosidad de la superficie, que se combinan para producir una superficie "superhidrófoba" estructurada, que exhibe ángulos de contacto con el agua elevados que actúan para repeler fácilmente el agua y desprender suciedades en partículas adherentes con cantidades incluso pequeñas de agua sola, sin requerir el uso de agentes de limpieza típicos.

Se conoce el uso de materiales hidrófobos, tales como polímeros perfluorados, para producir superficies hidrófobas. Un desarrollo adicional de estas superficies consiste en estructurar las superficies en el intervalo de μm a nm . La patente U.S. n° 5.599.489 describe un procedimiento en el que una superficie se puede hacer particularmente repelente mediante bombardeo con partículas de tamaño apropiado, seguido de perfluoración.

25 Una combinación adecuada de estructura y propiedades hidrófobas permite que cantidades incluso pequeñas de agua que se muevan en la superficie arrastren partículas de suciedad adherentes y limpien la superficie (véanse, por ejemplo, la patente U.S. n° 6.660.363; y la patente U.S. n° 3.354.022).

La técnica anterior del documento EP-B-0 933 388 requiere una relación de aspecto >1 y una energía de superficie menor que 20 mN/m para estas superficies autolimpiadoras; definiéndose aquí la relación de aspecto como el cociente que es la relación de la altura de la estructura a su anchura. Los criterios mencionados anteriormente se encuentran típicamente en la naturaleza, por ejemplo en la flor de loto. La superficie de la planta está compuesta de un material ceroso hidrófobo, y tiene elevaciones separadas por unos pocos μm . Las gotitas de agua entran en contacto sustancialmente solo con los picos de las elevaciones. Hay muchas descripciones en la bibliografía de superficies repelentes del agua de este tipo.

35 El documento EP-A-0 909 747 enseña un procedimiento para generar una superficie autolimpiadora. La superficie tiene elevaciones hidrófobas cuya altura es de 5 a $200 \mu\text{m}$. Una superficie de este tipo se produce aplicando una dispersión de partículas pulverulentas y de un material inerte en una disolución siloxánica, y curando entonces. Las partículas que forman la estructura se aseguran por lo tanto a la superficie a través de un medio auxiliar.

40 La publicación de patente U.S. n° 2005/0136217A1 concluye que es técnicamente posible hacer a las superficies de artículos artificialmente autolimpiadoras. Las estructuras de la superficie necesarias para este fin, que están compuestas de elevaciones y depresiones, tienen una separación en el intervalo de $0,1$ a $200 \mu\text{m}$ entre las elevaciones de las estructuras de la superficie, y tienen una altura de elevación en el intervalo de $0,1$ a $100 \mu\text{m}$. Los materiales usados para este fin están compuestos de polímeros hidrófobos o de material hidrofobizado de forma perdurable. Se ha de prevenir la liberación de las partículas desde la matriz portadora.

45 Este principio se ha tomado prestado de la naturaleza. Las superficies de contacto pequeñas disminuyen el nivel de interacción de van der Waals responsable de la adhesión a superficies planas con baja energía de superficie. Por ejemplo, las hojas de la planta de loto tienen elevaciones compuestas de una cera, y éstas reducen el área de contacto con el agua.

50 Igualmente se conocen procedimientos para producir estas superficies estructuradas. Aparte del uso de un molde maestro para moldear estas estructuras en detalle mediante procedimientos de moldeo por inyección o de estampado, también se conocen procedimientos que utilizan la aplicación de partículas a una superficie. Esto se describe, por ejemplo, en la patente U.S. n° 5.599.489.

Recientemente, se han hecho intentos de proporcionar superficies autolimpiadoras en materiales textiles. Se ha encontrado que las superficies autolimpiadoras se pueden generar aplicando a materiales textiles SiO₂ de partícula fina (AEROSIL®). En este procedimiento, los materiales de AEROSIL® están enlazados en la matriz polimérica de la fibra textil, usando un disolvente que disuelve parcialmente la fibra para efectuar la adhesión

5 La publicación de patente U.S. nº 2004/0154106A1 describe fibras poliméricas con superficies autolimpiadoras. En la descripción de la técnica anterior, la superficie autolimpiadora se obtiene mediante exposición a un disolvente, que comprende partículas formadoras de estructura, usando el disolvente para solvatar la superficie de las fibras poliméricas, mediante adhesión de las partículas formadoras de estructura a la superficie solvatada, y eliminando el disolvente. La desventaja de este procedimiento es que, durante el procesamiento de las fibras poliméricas (hilado, tricotado, etc.), las partículas formadoras de estructura, y por lo tanto la estructura que hace a la superficie autolimpiadora, se pueden dañar o algunas veces perder totalmente, siendo el resultado que también se pierde el efecto autolimpiador.

15 La publicación de patente U.S. nº 2005/0103457A1 describe láminas textiles con una superficie autolimpiadora y repelente del agua compuesta de al menos un material base textil sintético y/o natural A, y de una superficie artificial, al menos en cierto grado, hidrófoba, con elevaciones y depresiones compuestas de partículas que se han enlazado de forma segura al material base A, sin adhesivos, resinas o revestimientos. Las superficies hidrófobas se obtienen tratando el material base A con al menos un disolvente que comprende las partículas sin disolver, y eliminando el disolvente, con lo que al menos algunas de las partículas se enlazan de forma segura a la superficie del material base A. Sin embargo, la desventaja de este procedimiento de la técnica anterior es el acabado muy complicado de las superficies textiles. Además, este procedimiento de la técnica anterior requiere un emparejamiento preciso del disolvente con el material base de los textiles. Sin embargo, en la ropa generalmente están presentes tejidos mixtos, y este emparejamiento se hace por lo tanto más complicado. Si el emparejamiento de los disolventes no es preciso, el resultado puede ser un daño irreparable a las partes de la ropa. Por lo tanto, las superficies textiles se han de tratar antes de la confección.

25 La patente U.S. nº 6.800.354 describe sustratos con una superficie autolimpiadora, y un procedimiento para un revestimiento permanente de los sustratos que proporciona las propiedades autolimpiadoras. El procedimiento incluye las siguientes etapas: (1) revestir la superficie con una composición que contiene partículas formadoras de estructura y un material formador de capas; (2) formar una capa cohesiva que fija firmemente las partículas formadoras de estructura a la superficie; y después (3) hidrofobizar la superficie estructurada con un agente hidrofobizante que se adhiere firmemente a la superficie estructurada. Las partículas formadoras de estructura tienen preferiblemente un diámetro promedio menor que 100 nm, más preferiblemente en el intervalo entre 5 y 50 nm. En un ejemplo, un vidrio flotante con una superficie autolimpiadora transparente se produjo revistiendo el vidrio con una composición por medio de un procedimiento de impresión serigráfica usando una malla 100 T. La composición incluyó 0,5% en peso de ácido bórico y 4% en peso de sílice pirógena con un diámetro promedio de las partículas primarias de 12 nm en un medio afín al agua. Tras secar, el revestimiento se calentó a 660°C durante un tiempo de 4 min. La hidrofobización de la superficie estructurada se llevó a cabo introduciendo una disolución etanólica de tridecafluorooctiltrietoxisilano sobre la superficie, y curando a una temperatura elevada. Las desventajas del método descrito es su naturaleza de múltiples etapas, y el requisito de un procedimiento a temperatura elevada. Además, da como resultado un revestimiento permanente que no se puede despegar fácilmente mediante un simple procedimiento de limpieza.

40 Todos estos revestimientos se caracterizan por que están destinados a ser aplicados permanentemente a los artículos, y de este modo tienen la desventaja de que no se pueden retirar simplemente y volver a aplicar en el caso de un defecto mediante raspado, decoloración o cualquier otro daño al revestimiento, superficie o estructura de la superficie revestida. Si se produce este tipo de daño, el artículo se ha de liberar de la estructura de la superficie mediante un método complicado, y se ha de volver a tratar, o se ha de desechar, si su aspecto ya no es aceptable.

45 La publicación de patente U.S. nº 2005/0136217A1 describe un procedimiento para producir revestimientos despegables con propiedades repelentes de la suciedad y del agua. Estos revestimientos de la técnica anterior se producen mediante aplicación por pulverización de alcoholes hidrófobos, tal como nonacosan-10-ol, o de alcanodiolos, tales como nonacosan-5,10-diol, o de ceras. Los revestimientos de la publicación de patente U.S. nº 2005/0136217A1 se pueden eliminar de los artículos mediante grandes fuerzas mecánicas, por ejemplo raspado, cepillado, o tratamiento con agua a presión elevada, o mediante tratamiento con agua que comprende detergentes que dispersan algunos de los formadores de la estructura. Una desventaja de los revestimientos de la técnica anterior descritos en la publicación de patente U.S. nº 2005/0136217A1 es la gran fuerza necesaria para la eliminación mecánica del revestimiento. El uso de grandes fuerzas para la eliminación mecánica del revestimiento corre el riesgo de que, cuando se elimina el revestimiento, la propia superficie del artículo también se dañará. El tratamiento con agua que comprende detergentes puede conducir igualmente a daño al artículo, dependiendo de su naturaleza.

60 La publicación de patente U.S. nº 2004/0213904 describe un procedimiento para producir revestimientos de superficies despegables, repelentes de la suciedad y del agua, sobre artículos, en el que, durante el procedimiento de revestimiento, las partículas hidrófobas se aplican a la superficie de los artículos, generando así una estructura con elevaciones en la superficie de los artículos que tiene propiedades repelentes de la suciedad y del agua, que

comprende suspender las partículas hidrófobas en una disolución de una cera de silicona modificada con alquilo en un siloxano muy volátil, aplicar esta suspensión a al menos una superficie de un artículo, y eliminar entonces el siloxano muy volátil. En este documento de la técnica anterior, se dan ejemplos de composiciones para producir esos revestimientos de superficie, y también se proporcionan procedimientos de cómo se obtienen. Las composiciones son dispersiones de partículas de sílice pirolizada presentes en 1 a 2% en peso del peso total de la dispersión en una disolución de una cera de silicona modificada con alquilo presente en 0,5% en peso en decametilciclopentasiloxano. Estas composiciones se producen disolviendo la cera de silicona modificada con alquilo en decametilciclopentasiloxano, y dispersando entonces la sílice pirolizada en esta disolución con agitación vigorosa. Aunque el procedimiento para producir revestimientos de superficie despegables, repelentes de la suciedad y del agua, proporcionados en la solicitud mencionada anteriormente demostró proporcionar mejores resultados con respecto a un comportamiento de corrimiento de las gotitas de agua y valores de brillo sobre diversas superficies en comparación con procedimientos conocidos del estado de la técnica anterior, todavía tiene algunas desventajas. Especialmente en superficies de brillo elevado, tales como superficies de vidrio, de metal cepillado, y superficies barnizadas o pintadas, el revestimiento es fácilmente perceptible como una capa grisácea o turbia a simple vista, que no es aceptable para muchas aplicaciones.

H. Barthels, "Surface interactions of dimethylsiloxy group-modified fumed silica", Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 101, 1995, 217 - 226, describe los efectos de sílice modificada hidrófobamente sobre propiedades reológicas de líquidos. Las dispersiones de partículas de sílice que se han modificado hidrófobamente se preparan agitando en una disolución las partículas de sílice pirolizada modificada. Las dispersiones producidas contenían no más de 3 por ciento en peso de partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente. No son adecuadas para resolver el problema de la presente invención.

Los diversos enfoques empleados en la técnica anterior se refieren a la modificación de las superficies diana para que tengan una rugosidad suficiente para proporcionar un revestimiento capaz de exhibir el efecto de loto, y generalmente producir revestimientos y películas transparentes que sufren de un aspecto visual pobre, particularmente en superficies lustrosas, brillantes, y/o muy reflectantes. Además, los enfoques que proporcionan revestimientos protectores con aspectos visuales mejorados se basan en fijadores para unir firmemente y/o incrustar materiales sobre la superficie tratada, acompañados de procedimientos químicos, físicos y/o térmicos requeridos para producirlos, y que dan como resultado artículos tratados permanentes y no renovables.

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir composiciones de procedimiento (formas concentradas y diluidas) a usar en composiciones de tratamiento, que pueden producir revestimientos de superficie protectores esencialmente transparentes sobre una amplia variedad de materiales.

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir composiciones de procedimiento (formas concentradas y diluidas) a usar en composiciones de tratamiento que pueden producir revestimientos de superficie despegables y renovables, repelentes de la suciedad y del agua, sobre una superficie receptora, y que también pueden tratar artículos para dar un revestimiento relativamente duradero, que, sin embargo, se puede despegar usando medios simples, sin requerir ninguna modificación o cambio químico o físico en el sustrato subyacente, que entonces se puede restaurar a su estado inicial prístino cuando se desee.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir composiciones de procedimiento (formas concentradas y diluidas) a usar en composiciones de tratamiento que pueden proporcionar superficies receptoras con revestimientos de superficie protectores transparentes, despegables y renovables sobre una amplia variedad de materiales y sustratos.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir composiciones de procedimiento (formas concentradas y diluidas) a usar en composiciones de tratamiento que pueden proporcionar superficies receptoras con revestimientos de superficie protectores transparentes, despegables y renovables, que se pueden renovar fácilmente eliminando los revestimientos por medios simples y volviendo a aplicar los revestimientos, sobre una amplia variedad de materiales y sustratos.

Es todavía un objeto adicional de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir composiciones de procedimiento (en formas concentradas y diluidas) a usar en composiciones de tratamiento que pueden proporcionar superficies receptoras con revestimientos de superficie protectores transparentes, despegables y renovables sobre una amplia variedad de materiales que exhiben de ese modo repulsión de la suciedad y del agua, autolimpieza, y beneficios de limpieza más fácil la próxima vez.

Sumario de la invención

Se encontró sorprendentemente que se pueden aplicar revestimientos despegables y renovables, que son sustancialmente transparentes, a superficies receptoras mediante el uso de una composición de tratamiento que contiene partículas de sílice modificada hidrófobamente, con la condición de que dicha composición de tratamiento se ha obtenido según la reivindicación 1 diluyendo, opcionalmente mientras se añaden otros ingredientes funcionales, una composición de procedimiento inicial, que, a su vez, se ha producido a una concentración elevada de la sílice, en presencia de un derivado de disilazano opcional, aunque preferible, y en condiciones de cizallamiento

elevado. Se encontró además sorprendentemente que estos revestimientos protectores pueden exhibir una buena durabilidad, incluso en ausencia de agentes de durabilidad convencionales.

Según el hallazgo sorprendente mencionado anteriormente y los objetos anteriores y aquellos que se mencionarán y serán manifiestos más abajo, un aspecto de la presente invención es un procedimiento para producir una composición de procedimiento a usar en composiciones de tratamiento destinadas a aplicar un revestimiento protector transparente, despegable y renovable sobre una superficie receptora que proporciona repulsión de la suciedad y del agua, que comprende:

(a) proporcionar una predispersión de partículas de sílice que comprende partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente agitando dichas partículas en una disolución que comprende

(i) opcionalmente al menos un compuesto de fórmula general (I) o (II):



en las que R^1 , R^2 , y R^3 pueden ser iguales o diferentes, y se seleccionan independientemente de hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, o grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8,

(ii) un primer disolvente volátil o mezcla de disolventes seleccionado de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor o cloro, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, cetonas o aldehídos con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, en el que la concentración de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente en la predispersión da como resultado de 10 por ciento a alrededor de 30 por ciento en peso del peso total de la predispersión. La concentración de uno cualquiera de los compuestos (I) y/o (II), si está presente, está entre 0,1 y 10 por ciento en peso del peso total de la predispersión; y

(b) mezclar con un dispersante dicha predispersión para obtener una composición de procedimiento mientras se reducen dichas partículas de sílice a un tamaño mediano de partículas en el intervalo entre 100 y 4000 nm.

Según los objetos anteriores y aquellos que se mencionarán y serán manifiestos más abajo, un aspecto de la presente invención es un procedimiento para formar una composición de procedimiento en la que se omiten los compuestos de fórmula general (I) y (II).

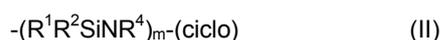
Según los objetos anteriores y aquellos que se mencionarán y serán manifiestos más abajo, un aspecto de la presente invención es un procedimiento para formar una composición de procedimiento diluida que es fluible y bombeable, que comprende una etapa (c) de dilución tras la etapa (b) de mezclamiento, en el que, como diluyente, se usa un segundo disolvente volátil o mezcla de disolventes, que es el mismo disolvente o mezcla de disolventes o diferente del primer disolvente volátil o mezcla de disolventes, para proporcionar una concentración final de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente de un mínimo de 5% en peso de la composición de procedimiento total. La dilución también se puede producir usando agentes de durabilidad, o una combinación de agentes de durabilidad y el segundo disolvente volátil o mezcla de disolventes.

Según los objetos anteriores y aquellos que se mencionarán y serán manifiestos más abajo, un aspecto de la presente invención es una composición de procedimiento que comprende:

5 a 30% en peso de partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente con un tamaño mediano de partículas en el intervalo entre 100 y 4000 nm;

50 a 95% en peso de un disolvente volátil o mezcla de disolventes seleccionado de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, cetonas o aldehídos con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi. Preferiblemente, comprende además

0,01 a 10% en peso de un compuesto de fórmulas generales (I) o (II)



en las que R^1 , R^2 , y R^3 pueden ser iguales o diferentes, y se seleccionan independientemente de hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, o grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8.

5 Según los objetos anteriores y aquellos que se mencionarán y se harán manifiestos más abajo, un aspecto de la presente invención es una composición de procedimiento en la que se omiten los compuestos de fórmula general (I) y (II). En algunos aspectos de la presente invención, también puede estar presente un agente de durabilidad en cualquiera o ambas formas diluida o concentrada de la composición de proceso inventiva.

10 Otras características y ventajas de la presente invención serán manifiestas para los expertos normales en la técnica a la vista de la descripción detallada de realizaciones preferidas más abajo, cuando se considera junto con los dibujos y reivindicaciones anejas.

Breve descripción de los dibujos

Los aspectos anteriores y otros se apreciarán fácilmente por el experto a partir de la siguiente descripción de realizaciones ilustrativas cuando se lee junto con los dibujos que se acompañan.

15 La Figura 1 es una imagen de micrografía electrónica de barrido (SEM) de una formulación de revestimiento con efecto de loto convencional obtenida según los métodos descritos en la publicación de patente U.S. nº 2004/0213904, que corresponde al ejemplo H de procedimiento comparativo, diluida hasta 0,75% en peso como sílice activa con fluido Dow Corning DC 245 (ejemplo 21 comparativo), y aplicada a un panel de ensayo de automoción usando un pulverizador PreVal Sprayer según los métodos de ensayo descritos aquí más abajo.

20 La Figura 2 es una imagen de SEM de una realización de una composición de tratamiento inventiva que contiene alrededor de 0,5% en peso de sílice activa procesada según los métodos de la presente invención según el ejemplo 15 de composición de tratamiento inventiva, aplicada a un panel de ensayo de automoción negro según los métodos de la presente invención como se describe aquí más abajo.

25 La Figura 3 es una imagen topográfica de microscopio de fuerza atómica (AFM) de un panel de pintura negra tratado que posee un revestimiento renovable aplicado según la presente invención.

La Figura 4 es una imagen topográfica de AFM del panel de pintura negra sin tratar antes del tratamiento, que muestra la superficie original no modificada.

30 La Figura 5 es una gráfica del perfil reológico de una dispersión con una realización representativa de las composiciones R y U de procedimiento inventivas, procesadas con y sin hexametildisilazano, respectivamente. G' y G'' se refieren a los componentes viscoso y elástico de las curvas de respuesta reológica complejas según se miden en unidades de Pascal (Pa) como una función de la frecuencia de oscilación en hercios (Hz), medida en las condiciones indicadas en la descripción del procedimiento para las composiciones ejemplares.

Descripción detallada

35 Antes de describir con detalle la presente invención, se ha de entender que esta invención no está limitada a sistemas o parámetros del procedimiento particularmente ejemplificados, que, por supuesto, pueden variar. También se ha de entender que la terminología usada aquí es para fines descriptivos de realizaciones particulares de la invención solamente, y no está destinada a limitar el alcance de la invención de ninguna manera.

40 Todas las publicaciones, patentes y solicitudes de patentes citadas aquí, ya sea más arriba o más abajo, se incorporan aquí como referencia en su totalidad en el mismo grado como si cada publicación, patente o solicitud de patente individual se indicase específica e individualmente a incorporar como referencia.

Se debe observar que, como se usa en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones anejas, las formas singulares "un", "una" y "el/la" incluyen referentes plurales salvo que el contenido dicte claramente otra cosa. De este modo, por ejemplo, la referencia a un "tensoactivo" incluye dos o más de tales tensoactivos.

45 Excepto que se defina de otro modo, todos los términos técnicos y científicos usados aquí tienen el mismo significado como es entendido normalmente por alguien de pericia normal en la técnica a la que pertenece la invención. Aunque en la práctica de la presente invención se puede usar un número de métodos y materiales similares o equivalentes a los descritos aquí, se describen aquí los materiales y métodos preferidos.

50 En la solicitud, las cantidades eficaces son generalmente aquellas cantidades dadas como los intervalos a niveles de ingredientes en las descripciones, que siguen a la presente. Excepto que se señale de otro modo, las cantidades dadas en porcentaje ("%") están en porcentaje en peso según se indica como "% en peso" (basado en 100% en peso de activo) de la composición o formulación total descrita.

Como se usa aquí, el término “partícula” pretende incluir cualquier partícula discreta, partícula primaria, agregado, y/o colección agregada de partículas primarias, aglomerado y/o colección aglomerada de agregados, y/o partículas coloidalmente dispersas, agregados, aglomerados y/o ensamblajes sueltos de materiales en partículas, y combinaciones de los mismos.

- 5 Se observa que la determinación de los tamaños de partículas proporciona un promedio de tamaños de partículas, calculado generalmente como un tamaño mediano de partículas, de una distribución seleccionada obtenida midiendo una muestra de material en forma de una alícuota de una composición líquida, y/o una muestra de material in situ según está presente como un revestimiento de superficie aplicado sobre una superficie. Las técnicas de medida para determinar el tamaño de partículas difieren en la naturaleza del material, proporcionando cierta variabilidad en las distribuciones medidas de los tamaños de partículas, parámetros de tamaños medios, medianos y promedios de partículas, y similares. Los tamaños de partículas medidos indican así típicamente un valor y distribución promedio de todas las diversas estructuras en partículas presentes en el sistema medido, proporcionando un tamaño promedio de partículas cuyo valor refleja cierta contribución proporcional de todas las estructuras en partículas primarias, agregadas y/o aglomeradas presentes.
- 10
- 15 El tamaño mediano de partículas (diámetro de partículas mediano másico), también denominado “D50”, es el diámetro de partículas que divide la distribución de frecuencias a la mitad; cincuenta por ciento de la masa tiene partículas con un mayor diámetro, y cincuenta por ciento de la masa tiene partículas con un diámetro más pequeño. Según esta definición, el tamaño mediano de partículas como tal no especifica si la curva de distribuciones de tamaños de partículas es monomodal, bimodal o multimodal.
- 20 “Área superficial específica” significa el área superficial por peso unitario de un sólido en partículas, por ejemplo según se determina mediante el método de B.E.T. (Brunauer, Emmett, y Teller).

Como se señala anteriormente, un aspecto de la presente invención se refiere a una composición de procedimiento y a un método (es decir, procedimiento) para formarla. La composición de procedimiento de la presente invención, que puede estar o no en forma diluida, se pueden formular en una composición de tratamiento que forma un revestimiento protector despegable y renovable sobre una superficie respectiva que proporciona repulsión al agua y a la suciedad. Según la presente invención, el revestimiento despegable es sustancialmente transparente y da como resultado un cambio de menos de 3,0 unidades Delta E a las superficies respectiva medido antes y después de depositar el revestimiento. Se observa que la composición de procedimiento diluida proporciona una dispersión que es fluible y bombeable, que es más deseable en algunas aplicaciones que la composición de procedimiento sin diluir de la presente invención.

25

30

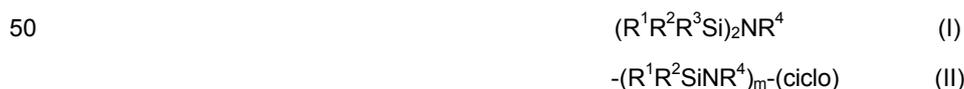
La composición de procedimiento de la presente invención incluye de 5 a 30%, preferiblemente 5 a 25%, incluso más preferiblemente 5 a 15%, y lo más preferible 5 a 10% en peso de partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente (a describir con mayor detalle más abajo) con un tamaño mediano de partículas en el intervalo entre 100 y 4000 nm, preferiblemente entre 100 y 3000 nm, e incluso más preferiblemente entre 100 y 1000 nm. La composición del procedimiento de la presente invención también incluye de 50 a 95%, preferiblemente de 75 a 95%, e incluso más preferiblemente de 90 a 95% en peso de un disolvente volátil o mezcla de disolventes (a describir con mayor detalle aquí más abajo). El disolvente volátil o mezcla de disolventes presente en la composición de procedimiento de la presente invención se ha añadido durante la formación de la predispersión (por ejemplo, un primer disolvente volátil o mezcla de disolventes) y se puede haber añadido parcialmente tras la formación de la composición de procedimiento como un diluyente (por ejemplo, un segundo disolvente volátil o mezcla de disolventes). De los diversos disolventes volátiles o mezclas de disolventes que se mencionan aquí más abajo, en una realización se prefiere que el disolvente volátil o mezcla de disolventes comprenda un polidimetilsiloxano lineal con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi. En todavía otra realización, se prefiere que el disolvente volátil o mezcla de disolventes en la composición de procedimiento inventiva comprenda un polidimetilsiloxano cíclico con 3 a 6 unidades dimetilsiloxi. Un disolvente volátil muy preferido que está presente en la composición de procedimiento inventiva es decametilciclopentasiloxano.

35

40

45

En algunas realizaciones de la presente invención, la composición de procedimiento puede incluir opcionalmente de 0,01 a 10%, preferiblemente de 0,01 a 5%, e incluso más preferiblemente de 0,01 a 1%, en peso de un compuesto de fórmulas generales (I) o (II)



en las que R^1 , R^2 , y R^3 pueden ser iguales o diferentes, y se seleccionan independientemente de hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, o grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8.

55

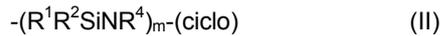
En realizaciones en las que están presentes los compuestos de fórmula (I) y (II), se prefiere que R^4 sea hidrógeno, R^1 y R^2 sean metilo, y R^3 sea hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de

5 carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, R⁴ sea hidrógeno o un grupo metilo, y m sea de 3 a 8. Más preferiblemente, y cuando están presentes los compuestos de fórmula (I) y (II) en la composición de procedimiento inventiva, R⁴ es hidrógeno, R¹ y R² son metilo, y R³ es independientemente hidrógeno o metilo. Incluso más preferiblemente, opcionalmente pueden estar presentes compuestos de fórmula (I) y (II) en las que R⁴ es hidrógeno, R¹, R², y R³ son metilo.

10 En todavía otra realización de la presente invención, también puede estar presente en la composición de procedimiento de la presente invención un agente de durabilidad opcional (a describir con mayor detalle aquí más abajo). Se observa que aunque la presente invención contempla el uso de un agente de durabilidad, los solicitantes de la presente solicitud han descubierto sorprendentemente que la durabilidad de los revestimientos protectores obtenidos usando composiciones de tratamiento derivadas de las composiciones de procedimiento inventivas (diluidas o no diluidas) que contienen un derivado de disilazano no es sustancialmente diferente de las composiciones de la técnica anterior que incluyen un agente de durabilidad. Se observa que cuando se usa un agente de durabilidad, se puede añadir durante la etapa inicial de proporcionar una predispersión o tras el mezclado. Cuando está presente, el agente de durabilidad está presente en la composición de procedimiento inventiva en una concentración de 0,01 a 10% en peso, más preferiblemente de 0,01 a 5% en peso, e incluso más preferiblemente de 0,01 a 1% en peso, basado en la composición de procedimiento total.

15 La composición de procedimiento inventiva descrita aquí anteriormente se forma proporcionando en primer lugar una predispersión de partículas de sílice, que comprenden partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente, agitando las partículas de sílice en una disolución que comprende

20 (i) opcionalmente al menos un compuesto de fórmula general (I) o (II):



en las que R¹, R², R³, R⁴ y m son como se definen aquí anteriormente, y

25 (ii) un primer disolvente volátil o mezcla de disolventes seleccionado de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor o de cloro, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, cetonas o aldehídos con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, en el que la concentración de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente en la predispersión da como resultado de 10 por ciento a alrededor de 30 por ciento en peso del peso total de la predispersión. Según la presente invención, y cuando se usan compuestos de fórmula (I) y (II), la concentración de uno cualquiera de los compuestos (I) y/o (II) está entre 0,1 y 10 por ciento, preferiblemente entre 0,1 y 5 por ciento, e incluso más preferiblemente entre 0,1 y alrededor de 3 por ciento, en peso del peso total de la predispersión. También se puede usar un agente de durabilidad opcional para proporcionar la predispersión. Las cantidades de las partículas de sílice, de derivados de disilazano opcionales, del primer disolvente volátil o mezcla de disolventes, y del agente de durabilidad opcional están dentro de intervalos que proporcionan las cantidades señaladas anteriormente de cada componente en la composición de procedimiento final. La agitación se logra en este punto de la presente invención usando un equipo de agitación convencional que es bien conocido en la técnica.

40 Tras proporcionar la predispersión, la predispersión se mezcla entonces con un dispersante para proporcionar la composición de procedimiento inventiva a la vez que reduce las partículas de sílice hasta un tamaño mediano de partículas en el intervalo entre 100 y 4000 nm, más preferiblemente entre 100 y 3000 nm, e incluso más preferiblemente entre 100 y 1000 nm. Las condiciones y el dispersante usados en esta etapa de la presente invención se describirán con mayor detalle aquí más abajo.

45 Las etapas mencionadas anteriormente proporcionan una composición de procedimiento de la presente invención que está concentrada, es decir, sin diluir. La dilución de la composición de procedimiento inventiva se puede llevar a cabo añadiendo, con agitación, un segundo disolvente volátil o mezcla de disolventes y/o un agente de durabilidad a aquella. El segundo disolvente volátil o mezcla de disolventes puede comprender el mismo disolvente volátil o mezcla de disolventes, o un disolvente volátil o mezcla de disolventes diferente, que el usado en la formación de la predispersión. Se observa que la sección que incluye la descripción del disolvente volátil proporcionada aquí más abajo pretende incluir tanto el primer como el segundo disolvente volátil. Se puede lograr una dilución de la composición de procedimiento que contiene partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente hasta una concentración final mínima de 5% en peso. Esto proporciona una composición de procedimiento que es generalmente más fluida y bombeable, es decir, de procesabilidad más fácil, que una forma concentrada de la composición de procedimiento inventiva.

55 Sílice modificada hidrófobamente

Las partículas adecuadas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente que se pueden usar en la presente invención incluyen partículas de sílice que se han hidrofobizado por cualquier medio conocido en la técnica. En

algunas realizaciones de la invención, el dióxido de silicio utilizado es dióxido de silicio coloidal. El dióxido de silicio coloidal es una sílice generalmente pirolizada preparada mediante un procedimiento adecuado para reducir el tamaño de partículas y modificar las propiedades de superficie. Un procedimiento habitual en la técnica para modificar las propiedades de superficie es producir sílice pirolizada, por ejemplo mediante producción del material de sílice en condiciones de una hidrólisis en fase de vapor a una temperatura elevada con un compuesto de silicio modificador de la superficie, tal como dicloruro de dimetilsilicio. Tales productos están comercialmente disponibles de un número de fuentes, incluyendo Cabot Corporation, Tuscola, IL (con el nombre comercial CAB-O-SIL) y Degussa, Inc., Piscataway, NJ (con el nombre comercial AEROSIL).

Las partículas adecuadas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente incluyen, pero no se limitan a: aquellas comercialmente disponibles de Degussa Corporation, Parsippany, NJ, como se designan con la Serie R de los nombres comerciales AEROSIL® y AEROXIDE® LE. Los diferentes tipos de AEROSIL® R y AEROXIDE® LE difieren en el tipo de revestimiento hidrófobo, la superficie específica de BET, el tamaño promedio de las partículas primarias, y el contenido de carbono. Las propiedades hidrófobas son un resultado de un tratamiento hidrofobizante adecuado, por ejemplo tratamiento con al menos un compuesto del grupo de los organosilanos, alquilsilanos, los silanos fluorados, y/o los disilazanos. Los ejemplos comercialmente disponibles incluyen AEROSIL® R 202, AEROSIL® R 805, AEROSIL® R 812, AEROSIL® R 812 S, AEROSIL® R 972, AEROSIL® R 974, AEROSIL® R 8200, AEROXIDE® LE-1 y AEROXIDE® LE-2.

Otros materiales de sílice también son adecuados cuando se modifican hidrófobamente mediante el uso de materiales hidrofobizantes capaces de hacer adecuadamente hidrófobas las superficies de las partículas de sílice. Los materiales hidrofobizantes adecuados incluyen todos aquellos habituales en la técnica que son compatibles para uso con los materiales de sílice para hacer adecuadamente hidrófobas sus superficies. Los ejemplos adecuados incluyen, pero no se limitan a: los organosilanos, alquilsilanos, los silanos fluorados, y/o los disilazanos. Los organosilanos adecuados incluyen, pero no se limitan a: alquilclorosilanos; alcoxisilanos, por ejemplo, metiltrimetoxisilano, metiltrietoxisilano, etiltrimetoxisilano, etiltrietoxisilano, n-propiltrimetoxisilano, n-propiltrietoxisilano, i-propiltrimetoxisilano, i-propiltrietoxisilano, butiltrimetoxisilano, butiltrietoxisilano, hexiltrimetoxisilano, octiltrimetoxisilano, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, n-octiltrietoxisilano, feniltrietoxisilano, polietoxisilano; trialcoxiarilsilanos; isooctiltrietoxi-silano; carbamato de N-(3-trietoxisililpropil)metoxietoxietoxietilo; carbamato de N-(3-trietoxisililpropil)metoxietoxietoxietilo; polidialquilsiloxanos, que incluyen, por ejemplo, polidimetilsiloxano; arilsilanos, que incluyen, por ejemplo, arilsilanos sustituidos y no sustituidos; alquilsilanos, que incluyen, por ejemplo, alquilsilanos sustituidos y no sustituidos, incluyendo, por ejemplo, alquilsilanos metoxi e hidroxil sustituidos; y combinaciones de los mismos. Algunos alquilclorosilanos adecuados incluyen, por ejemplo, metiltriclorosilano, dimetildiclorosilano, trimetilclorosilano, octilmetildiclorosilano, octiltriclorosilano, octadecilmetildiclorosilano y octadeciltriclorosilano. Otros materiales adecuados incluyen, por ejemplo, metilmetoxisilanos tales como metiltrimetoxisilano, dimetildimetoxisilano y trimetilmtoxisilano; metiletoxisilanos tales como metiltrietoxisilano, dimetildietoxisilano y trimetiletoxisilano; metilacetoxisilanos tales como metiltriacetoxisilano, dimetildiacetoxisilano y trimetilacetoxisilano; vinilsilanos tales como viniltriclorosilano, vinilmetildiclorosilano, vinildimetilclorosilano, viniltrimetoxisilano, vinilmetildimetoxisilano, vinildimetilmtoxisilano, viniltrietoxisilano, vinilmetildietoxisilano y vinildimetiletoxisilano.

Los disilazanos, que se pueden emplear en la presente invención como auxiliar del procesamiento, son bien conocidos en la técnica. Los disilazanos adecuados incluyen, por ejemplo, pero no se limitan a: hexametildisilazano, diviniltetrametildisilazano y bis(3,3-trifluoropropil)tetrametildisilazano. También son adecuados los ciclosilazanos, e incluyen, por ejemplo, octametilciclotetrasilazano. Se observa que los disilazanos y ciclosilazanos mencionados anteriormente tienen típicamente la fórmula básica (I) y (II) descrita anteriormente. De este modo, estos disilazanos y ciclosilazanos se pueden usar ya sea como material hidrofobizante para partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente o como un auxiliar del procesamiento, o se pueden usar de las dos maneras, en la formación de la predispersión mencionada más arriba.

Los silanos fluorados adecuados incluyen los alquil-, alcoxi-, aril- y/o alquilarilsilanos fluorados, y alquil-, alcoxi-, aril- y/o alquilarilsilanos totalmente perfluorados. Los ejemplos de fluoroalquilsilanos incluyen, pero no se limitan a: los comercializados por Degussa con el nombre comercial de Dynasylan. Un ejemplo de un alcoxisilano fluorado adecuado es perfluorooctiltrimetoxisilano.

Equipo de procedimiento

El equipo adecuado para dispersar eficazmente las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente de la presente invención incluye cualquier tipo de dispositivo que sea capaz de aplicar fuerzas de cizallamiento suficientemente elevadas a una suspensión en partículas concentrada, y de este modo que sea eficaz disminuyendo la distribución promedio de tamaños de partículas de las partículas en la suspensión hasta 100 a 4.000 nanómetros, en el que se puede emplear un intervalo de tamaños de partículas inicial de alrededor de 1000 a 1.000.000 nanómetros según los métodos de la presente invención. Los ejemplos adecuados incluyen, pero no se limitan a: mezcladoras y/o dispersadoras con base en el principio de rotor-estator, tal como el tipo L4RT disponible de Silverson Machines, Waterside at Chesham Bucks, Inglaterra. Ejemplos adecuados adicionales son mezcladoras que usan cuchillas que disuelven o que dispersan, tales como el tipo CV disponible de Dispermat (BYK-Gardner, Geretsried, Alemania), y/o el modelo H-Trieb 4REB/L disponible de Heynau Getriebe, Landshut, Alemania. La

dispersión eficaz también se puede lograr con un molino horizontal, siendo un ejemplo adecuado el tipo MH2P de OKK USA Company, Glendale Heights, IL.

Agente de durabilidad

- 5 Un agente de durabilidad se puede incluir opcionalmente en las composiciones de procedimiento y/o de tratamiento de la presente invención. Cuando se incluye, una posible realización es incluir el agente de durabilidad durante la etapa de procesamiento. Los agentes de durabilidad adecuados se pueden seleccionar del grupo de alcoxisilanos de la fórmula general (III)



- 10 en la que R^5 es un grupo de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 16 átomos de carbono, opcionalmente sustituido con átomos de flúor, grupos hidroxilo, amino, mercapto, o epoxi, R^6 es una cadena de alquilo de 1 a 2 átomos de carbono, a es 1 o 2; o se selecciona del grupo de polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos modificados con alquilo de las fórmulas generales (IV) y (V)



- 15 en la que R^7 es un grupo de cadena de alquilo de 6 a 24 átomos de carbono, n es de 1 a 100, o de 1 a 40, p de 0 a 7, q de 1 a 7, con la condición de que la suma (p + q) sea al menos 3.

Los agentes de durabilidad adicionales adecuados para uso aquí incluyen los descritos previamente en la publicación de patente U.S. nº 2004/0213904A1.

- 20 El nivel de agente durabilidad empleado aquí está típicamente entre 0,1 y 10 por ciento en peso del peso total de la composición.

Disolvente volátil

Un disolvente volátil se emplea en las composiciones de procedimiento y/o de tratamiento inventivas en la capacidad de un portador líquido para métodos de suministro y aplicación eficaz de las composiciones de tratamiento a una superficie receptora de una manera para formar un revestimiento protector funcional sobre la superficie.

- 25 Los disolventes volátiles adecuados se seleccionan del grupo de hidrocarburos aromáticos, ramificados, cíclicos, y/o lineales con 2 a 14 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor o cloro, alcoholes monovalentes lineales o ramificados, aldehídos o cetonas con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, o mezclas de los mismos. Los ejemplos de disolventes volátiles adecuados incluyen, pero no se limitan a: n-propano, n-butano, n-pentano, ciclo-pentano, n-hexano, ciclo-hexano, n-heptano, isododecano, queroseno, metanol, etanol, 1-propanol, isopropanol, 1-butanol, éter dimetílico, éter dietílico, éter de petróleo y acetato de etilo, octametiltrisiloxano, comercializado con el nombre comercial Dow Coming 200 Fluid 1cst, decametilciclopentasiloxano, comercializado con el nombre comercial Dow Coming 245 (disponible de Dow Chemical), TEGO® Polish Additiv 5 (disponible de Degussa), disolventes perfluorados, y otros materiales halogenados, tales como disolventes clorados, también se emplean adecuadamente cuando su uso es apropiado.
- 30
- 35

- Los disolventes adicionales que se pueden emplear incluyen aquellos disolventes orgánicos que tienen cierta solubilidad en agua y/o miscibilidad con agua, y al menos cierta capacidad para acoplarse con el agua o la humedad que puede estar presente o que se incorpore en las composiciones de tratamiento inventivas a través del procesamiento, envasado, y durante la aplicación. Éstos se añaden generalmente además del disolvente más volátil, aunque se pueden emplear solos así como en cualquier combinación o mezcla adecuada capaz de estabilizar la dispersión de las partículas de sílice modificada hidrófobamente durante el procesamiento, envasado, almacenamiento y uso.
- 40

- Los disolventes orgánicos adecuados incluyen, pero no se limitan a: alcanos de C_{1-6} , dioles de C_{1-6} , éteres de alquilo de C_{1-10} de alquilenglicoles, éteres de alquilenglicoles de C_{3-24} , polialquilenglicoles, ácidos carboxílicos de cadena corta, ésteres de cadena corta, hidrocarburos isoparafínicos, alcoholes minerales, sustancias alquilaromáticas, terpenos, derivados terpénicos, terpenoides, derivados terpenoides, formaldehído, y pirrolidonas. Los alcanos incluyen, pero no se limitan a: metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, butanol, pentanol, y hexanol, e isómeros de los mismos. Los dioles incluyen, pero no se limitan a: metilen, etilen, propilen y butilenglicoles. Los éteres de alquilenglicoles incluyen, pero no se limitan a: éter monopropílico de etilenglicol, éter monobutílico de etilenglicol, éter monohexílico de etilenglicol, éter monopropílico de dietilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, éter monohexílico de dietilenglicol, éter metílico de propilenglicol, éter etílico de propilenglicol, éter n-propílico de propilenglicol, éter monobutílico de propilenglicol, éter t-butílico de propilenglicol, éter metílico o etílico o propílico o butílico de di- o tripolipropilenglicol, ésteres de acetato y propionato de éteres de glicol. Los ácidos carboxílicos de
- 45
- 50

cadena corta incluyen, pero no se limitan a: ácido acético, ácido glicólico, ácido láctico y ácido propiónico. Los ésteres de cadena corta incluyen, pero no se limitan a: acetato de glicol, y metilsiloxanos volátiles cíclicos o lineales.

Los disolventes orgánicos que son menos volátiles se pueden incluir opcionalmente en combinación con el disolvente más volátil con el fin de modificar las velocidades de evaporación. Los ejemplos adecuados de disolventes orgánicos menos volátiles son aquellos con menores presiones de vapor, por ejemplo aquellos que tienen una presión de vapor menor que 0,1 mm Hg (20°C), que incluyen, pero no se limitan a: éter n-propílico de dipropilenglicol, éter t-butílico de dipropilenglicol, éter n-butílico de dipropilenglicol, éter metílico de tripropilenglicol, éter n-butílico de tripropilenglicol, éter propílico de dietilenglicol, éter butílico de dietilenglicol, acetato de éter metílico de dipropilenglicol, acetato de éter etílico de dietilenglicol, y acetato de éter butílico de dietilenglicol (todos disponibles de ARCO Chemical Company).

El disolvente volátil está presente típicamente en un nivel entre 50 y 90 por ciento en peso en la composición de procedimiento inventiva.

Como se señala anteriormente, la composición de procedimiento de la presente invención se puede formular en una composición de tratamiento que puede comprender, además de la composición de procedimiento inventiva, aditivos adicionales que incluyen un agente de suspensión, auxiliar funcional, y propelente, que se describen con mayor detalle aquí más abajo.

Propelente

Los propelentes que se pueden usar opcionalmente junto con las composiciones de tratamiento inventivas son aquellos bien conocidos y convencionales en la técnica, e incluyen, por ejemplo, un hidrocarburo de 1 a 10 átomos de carbono, tal como n-propano, n-butano, isobutano, n-pentano, isopentano, y mezclas de los mismos; éter dimetílico y mezclas de los mismos, así como cloro-, clorofluoro- y/o fluorohidrocarbonos y/o hidroclorofluorocarbonos (HCFCs) individuales o mezclas de ellos. Las composiciones comercialmente disponibles útiles incluyen A-70 (composiciones de Aerosol® con una presión de vapor de 70 p.s.i.g., disponible de compañías tales como Diversified y Aeropress) y Dymel® 152a (1,1-difluoroetano, de DuPont). También son adecuados como propelentes los gases comprimidos tales como dióxido de carbono, aire comprimido, nitrógeno, y también se pueden usar posiblemente fluidos densos o supercríticos, ya sea solos o en combinación, y como alternativa, en combinación con otros tipos de propelentes.

En aplicaciones dispensadoras que emplean un propelente, la composición de tratamiento inventiva se dispensa activando la boquilla del accionador de un recipiente de tipo aerosol sobre el área que necesita tratamiento, y según la manera de aplicación como se describe aquí, el área se trata cuando la composición de tratamiento inventiva se deposita sobre la superficie, disipándose normalmente el propelente durante la etapa de dispensación de manera que queda un residuo mínimo del propelente asociado con la composición de tratamiento inventiva a medida que impacta en la superficie a tratar. Se cree que la naturaleza de la atomización mediante disipación extremadamente rápida del propelente produce gotitas extremadamente finas de las composiciones de tratamiento inventivas para ayudar a producir un patrón de pulverización uniforme, y permite la deposición de una película uniforme y consistente de la composición de tratamiento inventiva líquida sobre la superficie, aunque también se pueden emplear adecuadamente medios de suministro alternativos no asistidos por propelentes.

Si se usa un propelente, generalmente será en una cantidad de alrededor de 1% en peso a alrededor de 75% en peso de la formulación de aerosol. Generalmente, la cantidad de un propelente particular empleada debería proporcionar una presión interna de alrededor de 20 a alrededor de 150 p.s.i.g. a 70°F, a fin de proporcionar una buena atomización y suministro de las composiciones de tratamiento inventivas.

Agente de suspensión

Los agentes de suspensión se pueden incluir opcionalmente en las composiciones de tratamiento inventivas para mejorar las propiedades de suspensión y/o de dispersión de las composiciones inventivas. Cuando se emplean, los agentes de suspensión pueden funcionar para mejorar las propiedades de suspensión y de dispersión de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente, de otros derivados en partículas sólidos, y de otros agentes opcionales y adyuvantes funcionales incluidos en la composición de tratamiento. Generalmente se emplean en niveles suficientes para la estabilización y así, cuando están presentes, el nivel de uso no afecta negativamente a las propiedades transparentes beneficiosas de las películas proporcionadas por el uso de las composiciones de tratamiento inventivas que los contienen.

Los agentes de suspensión adecuados incluyen polímeros y tensioactivos, y combinaciones de los mismos.

Los agentes de suspensión de tipo polimérico incluyen polímeros aniónicos, catiónicos, y no iónicos. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a: polímeros vinílicos tales como polímeros de ácido acrílico reticulados, con el nombre CTFA Carbomer, derivados de celulosa y polímeros de celulosa modificada, tales como metilcelulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, nitrocelulosa, sulfato de celulosa sódico, carboximetilcelulosa sódica, celulosa cristalina, polvo de celulosa, polivinilpirrolidona, polialcohol vínfico, goma guar, goma guar hidroxipropílica, goma de xantana, goma arábica, tragacanto, galactano, goma de algarrobo, goma guar, goma de karaya,

carrageenano, pectina, agar, semilla de membrillo (*Cydonia oblonga* Mill), almidón (de arroz, de maíz, de patata, de trigo), coloides de algas (extracto de algas), polímeros microbiológicos tales como dextrano, succinoglucano, pulerano, polímeros a base de almidón tales como carboximetilalmidón, metilhidroxipropilalmidón, polímeros a base de ácido algínico tales como alginato de sodio, ésteres propilenglicólicos de ácido algínico, polímeros de acrilato tales como poliacrilato sódico, poliacrilato de etilo, poliacrilamida, y polietilenimina.

Otros agentes de suspensión opcionales incluyen tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros, y bipolares. Los ejemplos de tensioactivos que son útiles como agentes de suspensión de partículas, que se pueden categorizar como derivados de acilo, incluyen óxidos de amina de cadena larga, y mezclas de los mismos. Los agentes de suspensión ejemplares de este tipo se describen en la patente U.S. nº 4.741.855. Los agentes de suspensión adecuados adicionales incluyen ésteres etilenglicólicos de ácidos grasos, que tienen preferiblemente de alrededor de 16 a alrededor de 22 átomos de carbono. También son adecuados los estearatos de etilenglicol, tanto mono- como diestearato; alcanolamidas de ácidos grasos, por ejemplo monoetanolamida esteárica, dietanolamida esteárica, monoisopropanolamida esteárica, y estearato de monoetanolamida esteárica; derivados de acilo de cadena larga, incluyendo ésteres de cadena larga de ácidos grasos de cadena larga, por ejemplo estearato de estearilo y palmitato de cetilo; ésteres de cadena larga de alcanolamidas de cadena larga, por ejemplo diestearato de dietanolamida de estearamida, estearato de monoetanolamida de estearamida; y ésteres de glicerilo, por ejemplo diestearato de glicerilo, trihidroxiestearina, cuyo ejemplo comercial es Thixin® disponible de Rheox, Inc. También son adecuados los derivados de acilo de cadena larga, ésteres etilenglicólicos de ácidos carboxílicos de cadena larga, óxidos de amina de cadena larga, y alcanolamidas de ácidos carboxílicos de cadena larga.

Otros derivados de acilo de cadena larga adecuados para uso como agentes de suspensión incluyen ácido N,N-dihidrocarbamilamidobenzoico y sus sales solubles, incluyendo, por ejemplo, las sales de sodio y potasio; especies de ácido N,N-di(hidrogenado) C₁₆, C₁₈ y sebo amidobenzoico de esta familia, que están comercialmente disponibles de Stepan Company (Northfield, Ill., USA).

Los ejemplos de óxidos de amina de cadena larga adecuados, para uso como agentes de suspensión, incluyen óxidos de alquildimetilamina de cadena larga, por ejemplo óxido de estearildimetilamina.

Otros agentes de suspensión adecuados incluyen aminas primarias que tienen un resto alquílico graso que tiene alrededor de 12 o más átomos de carbono, cuyos ejemplos incluyen palmitamina o estearamina; y aminas secundarias que tienen dos restos alquílicos grasos que tienen cada uno al menos alrededor de 12 átomos de carbono, cuyos ejemplos incluyen dipalmitoilamina o di(sebo hidrogenado)amina. Todavía otros agentes de suspensión adecuados incluyen amida de ácido di(sebo hidrogenado)ftálico, y copolímero reticulado de anhídrido maleico-metil vinil éter.

Además, también se pueden emplear adecuadamente en las composiciones de tratamiento inventivas otros materiales poliméricos y tensioactivos conocidos en la técnica, con la condición de que no afecten negativamente al comportamiento de las películas protectoras cuando se aplican a una superficie receptora.

Cuando se incluye, el agente de suspensión se emplea típicamente en un nivel de alrededor de 0,001 a 5% en peso de la composición de tratamiento acabada, o en un nivel que no afecte a las propiedades ópticas beneficiosas deseables de las películas proporcionadas por el uso de la presente invención.

Auxiliar funcional

Las composiciones de tratamiento, los métodos y los kits de tratamiento de la presente invención pueden incluir opcionalmente además uno o más auxiliares funcionales. Los auxiliares funcionales se pueden combinar con las composiciones de tratamiento inventivas, se pueden combinar durante el procesamiento de los materiales de procedimiento o composiciones de procedimientos concentrados, o como alternativa se pueden añadir o suministrar simultáneamente durante la dispensación y aplicación de las composiciones de tratamiento inventivas según los métodos y kits de tratamiento descritos aquí.

Los auxiliares funcionales se incluyen opcionalmente para proporcionar al menos una propiedad beneficiosa adicional, un beneficio funcional y/o corolario, o mejora estética a las composiciones de tratamiento, o a los revestimientos protectores resultantes, proporcionados por el uso de las composiciones de tratamiento y/o kits que los emplean. La propiedad funcional puede ser aquella que proporciona propiedades mejoradas del producto debido a una estabilidad mejorada durante el almacenamiento, y de este modo, que incorporan, por ejemplo, pero no se limitan a: estabilizantes de la fase, agentes de protección frente a la corrosión, dispersantes, y similares, incluyendo combinaciones de los mismos para mejorar las propiedades de almacenamiento de la composición de tratamiento cuando se envasa. Adicionalmente, los auxiliares funcionales que proporcionan propiedades mejoradas de dispensación, incluyendo, por ejemplo, agentes de fluidez, auxiliares de la atomización, agentes humectantes, agentes extendedores, modificadores de la evaporación, acopladores de disolventes, auxiliares del secado, codisolventes azeotrópicos, modificadores del tamaño de las gotitas, y similares, incluyendo combinaciones de los mismos, para mejorar la etapa de aplicación en la que las composiciones de tratamiento se dispensan y aplican a la superficie diana para proporcionar las propiedades protectoras inventivas descritas aquí.

Se pueden incluir otros auxiliares funcionales que proporcionan beneficios protectores mejorados y/o beneficios corolarios a las películas protectoras presentes en superficies receptoras tratadas mediante uso de las composiciones de tratamiento inventivas. Los auxiliares funcionales adecuados que proporcionan tales beneficios protectores mejorados y/o beneficios corolarios se pueden seleccionar de absorbentes de la luz ultravioleta, bloqueantes de la luz ultravioleta, depuradores de radicales libres, agentes blanqueantes fluorescentes, colorantes, tintes, pigmentos, partículas fotoactivas, tintes que cambian de color, tintes que apagan el color, agentes blanqueantes, fijadores, perfume, fragancia, agentes de control del olor, agentes antiestáticos, y combinaciones de los mismos.

Cuando se incluye, el auxiliar funcional se emplea típicamente en un nivel de alrededor de 0,001 a 5% en peso de la composición de tratamiento acabada, o en un nivel que no afecta a las propiedades ópticas beneficiosas deseables de las películas proporcionadas mediante el uso de la presente invención.

Agua

Puesto que las composiciones de tratamiento inventivas descritas aquí son generalmente no acuosas, generalmente se excluye el agua de la composición, y se seleccionan materiales empleados, incluyendo auxiliares funcionales opcionales, que están libres de agua en exceso y/o humedad. Las composiciones de tratamiento inventivas y los métodos de aplicación descritos aquí pueden tolerar cierta cantidad de agua, particularmente si se emplea un disolvente de acoplamiento, seleccionado de un disolvente miscible con el agua, soluble en agua, y/o parcialmente soluble en agua, o una combinación del mismo, como auxiliar funcional opcional en la composición de tratamiento. Si está presente el agua, puede ser agua desionizada, blanda industrial, o cualquier grado adecuado de agua para la aplicación particular.

Para las composiciones de tratamiento no acuosas, el agua está limitada preferiblemente a niveles menores que 5% en peso o volumen, más preferiblemente menores que 2% en peso o volumen, y lo más preferible menores que 1% en peso o volumen. Cuando se emplean disolventes de acoplamiento, el agua puede estar presente en niveles significativamente mayores, siendo adecuado cualquier nivel con la condición de que el nivel de agua y cualquier agente de acoplamiento necesario no interfiera con la capacidad de las composiciones de tratamiento inventivas para formar revestimientos protectores de la superficie transparentes, renovables y duraderos sobre las superficies receptoras a las que se aplican.

Áreas de uso

Los métodos, composiciones de tratamiento y kits de tratamiento que emplean las composiciones de tratamiento inventivas y los métodos según la presente invención se pueden usar para tratar una superficie receptora de un sustrato, material, artículo, y/u objeto, en el que las superficies respectivas son receptoras del tratamiento y capaces de alojar la película duradera y depositada de forma no permanente que comprende las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente en forma de aglomerados de partículas de sílice sobre la superficie.

Las composiciones de tratamiento de la presente invención se pueden usar para tratar una variedad de superficies receptoras de artículos inanimados, incluyendo superficies no porosas y porosas que comprenden materiales de automoción y del hogar, y sus superficies respectivas. Los ejemplos de superficies y artículos de automoción adecuados incluyen, pero no se limitan a: neumáticos, llantas, tapacubos, tapacubos retirables, guardabarros, paneles de coches y superficies pintadas, superficies de coches revestidas de forma transparente, metal, elementos fijos metálicos pintados, artículos cromados, parachoques, pegatinas de parachoques, deflectores de insectos, deflectores de la lluvia, materiales vinílicos, incluyendo maleteros del coche, tapacubos, capotas, marquesinas de autocaravanas, parasoles, cubiertas de vehículos, matrículas, artículos plásticos, cubiertas de lentes, cubiertas de lentes de intermitentes, cubiertas de lentes de luces de freno, cubiertas de lentes de faros y de luz antiniebla, y similares. Los ejemplos de superficies de automoción interiores adecuadas incluyen, pero no se limitan a: superficies vinílicas y de tapicería, salpicadero, cubierta de lentes de instrumentos del salpicadero, asientos, moquetas, pasillos de suelos, cubiertas de altavoces, y similares.

Las composiciones de tratamiento de la presente invención se pueden usar en artículos y superficies encontrados dentro y fuera de la casa, incluyendo, por ejemplo, áreas de la cocina y del baño, áreas de estar, superficies interiores y exteriores. Las superficies adecuadas incluyen tanto superficies, materiales y sustratos porosos y no porosos. Los ejemplos no limitantes de superficies no porosas incluyen metales, óxidos de metales, aluminio, aluminio anodizado, sustratos pintados, acero inoxidable, cromo, superficies de automoción revestidas de forma transparente, elastómeros, vinilo, plásticos, polímeros, madera sellada, laminados, materiales compuestos, y similares. Los ejemplos no limitantes de superficies porosas incluyen fibras, materiales textiles, materiales no tejidos, materiales tejidos, sustratos de espuma, tela, ropa, cuero, tapicería, alfombras, cortinas, mármol, granito, lechada, argamasa, hormigón, masilla, yeso, adobe, estuco, ladrillo, teja, azulejo, porcelana no vidriada, porcelana, arcilla, papel para empapelar, cartón, papel, madera, y similares.

Los ejemplos de superficies y artículos adecuados encontrados en y alrededor de una residencia doméstica incluyen, pero no se limitan a: techos, paredes, papel para empapelar, suelos, encimeras, fregaderos, protectores contra salpicaduras, armarios, paneles de madera, laminados, piedra, granito, mármol, caliza, azulejo, porcelana,

plástico, polímeros, materiales revestidos, calafateo, lechada, masilla, paredes de ducha, cerramientos de ducha, cortinas de ducha, incluyendo tela, plástico y laminado, váteres, bidets, y similares. Los artículos y materiales adecuados que se pueden tratar según la presente invención incluyen además alfombra, mobiliario, cortinas, cortinas, persianas, persianas de vinilo, estores, alfombras, artículos tapizados, y similares.

5 Las superficies y materiales exteriores a la casa en los que se pueden usar la presente invención incluyen paredes exteriores, tapices, puertas, canaletas, ventanas, mosquiteras y cubiertas de ventanas, y similares. Los materiales de construcción adecuados para el tratamiento incluyen madera, superficies pintadas, superficies metálicas, vinilo, vidrio receptivo, sustratos poliméricos, incluyendo materiales plásticos, y materiales porosos tales como adobe, arcilla, hormigón, piedra, ladrillo, mortero, estuco, enlucidos, y similares, que están situados en un entorno exterior.

10 Sustratos poliméricos

Los artículos tratados según los métodos y composiciones inventivos como se describen aquí se pueden seleccionar de aquellos artículos de construcción que comprenden sustratos poliméricos que normalmente exhiben propiedades superficiales hidrófobas, por cuanto exhiben la tendencia a recoger suciedad y/o agua en perlas cuando se aplica agua a sus superficies no tratadas. Los artículos incluyen aquellos construidos totalmente de, laminados con, y/o

15 revestidos con un sustrato, película, o revestimiento poliméricos.

Los sustratos poliméricos incluyen polímeros condensados que se convierten en materiales de construcción que tienen al menos una superficie tratable o receptora. Estos sustratos poliméricos pueden estar en cualquier forma física, por ejemplo, pero sin limitarse a: paneles, formas moldeadas, espumas, láminas, superficies sólidas, películas laminadas y revestimientos sobre un sustrato secundario, y similares. Los sustratos poliméricos pueden tener cualesquiera propiedades físicas deseadas, por ejemplo, pero sin limitarse a: formas que son sustancialmente

20 elásticas, no elásticas, flexibles, compresibles, o esencialmente rígidas, y sus combinaciones.

Los artículos adecuados de la presente invención incluyen aquellos constructos y artículos de construcción encontrados típicamente en y alrededor de la casa y entornos comerciales que poseen al menos una superficie tratable que comprenden un sustrato polimérico hidrófobo, incluyendo, por ejemplo, pero sin limitarse a: plásticos, elastómeros y laminados usados en la construcción de suelos, azulejos, paneles, paredes, puertas, techos, bañeras, cabinas de ducha, fregaderos, armarios, encimeras, muebles amurados, y similares.

25

Los sustratos y artículos poliméricos adecuados construidos de los mismos incluyen, pero no se limitan a: politereftalato de etileno, poliamida, poliuretano, poliéster, polietileno, policloruro de vinilo (PVC), policloruro de vinilideno clorado, poliacrilamida, poliestireno, polipropileno, policarbonato, poliariletercetona, poli(ciclohexanodicarboxilato de ciclohexileno y dimetileno), poli(tereftalato de ciclohexileno y dimetileno), poli(tereftalato de ciclohexileno y dimetileno), glicol, polieterimida, polietersulfona, poli(tereftalato de etileno) glicol, policetona, poli(oximetileno), poliformaldehído, poli(éter de fenileno), poli(sulfuro de fenileno), poli(fenilensulfona), poliestireno, polisulfona, politetrafluoroetileno, poliuretano, poli(fluoruro de vinilideno), poliamida, elastómero termoplástico de poliamida, polibutileno, politereftalato de butileno, politereftalato de propileno, polinaftalato de etileno, polihidroxialcanoato, poliacrilato, poli(metil)metacrilato (PMMA), politereftalato de trimetileno, policloruro de vinilideno, y combinaciones de los mismos.

30

Los sustratos y artículos poliméricos adecuados construidos de los mismos incluyen además materiales copoliméricos obtenidos de uno o más monómeros seleccionados de acrilato, acrilonitrilo, butadieno, etileno, formaldehído, anhídrido maleico, melamina, metacrilato, metacrilato de metilo, fenol, propileno, estireno, uretano, y acetato de vinilo. Los ejemplos específicos de estos materiales copoliméricos (y sus acrónimos industriales comunes) incluyen acrilonitrilo:butadieno:estireno (ABS), acrilonitrilo:estireno:acrilato (ASA), etileno:propileno (E/P), etileno:acetato de vinilo (EVAC), metacrilato de metilo:acrilonitrilo:butadieno:estireno (MABS), metacrilato:butadieno:estireno (MBS), melamina:formaldehído (MF), melamina:fenol:formaldehído (MPF), fenol:formaldehído (PF), estireno:butadieno (SB), estireno:anhídrido maleico (SMAH), estireno:acrilonitrilo (SAN), estireno:butadieno (SBC), copolímero de acetato de vinilo: etileno (VAE), y combinaciones de los mismos.

35

También son adecuados sustratos y artículos poliméricos construidos de elastómeros termoplásticos, incluyendo, pero sin limitarse a, elastómero termoplástico de copoliéster (TPC), elastómero termoplástico olefínico (TPO), elastómero termoplástico de estireno (TPS), elastómero termoplástico de uretano (TPU), vulcanizado de caucho termoplástico (TPV), neopreno, vinilo, elastómero de silicona, y combinaciones de los mismos.

40

50 Métodos de uso

Las composiciones de tratamiento de la presente invención se aplican generalmente de una manera tal para depositar gotitas finas de la composición líquida que comprende las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente dispersas coloidalmente en un disolvente volátil como un revestimiento continuo sobre una superficie receptora de manera que las gotitas cubren completamente la superficie para unirse eficazmente para formar una película líquida continua delgada con el depósito inicial. Esta primera manera de aplicación se prefiere generalmente para una única aplicación de tratamiento. Como alternativa, las composiciones de tratamiento líquidas se pueden aplicar para revestir uniformemente el área de la superficie hasta casi su totalidad como un conjunto de gotitas finas dispuestas en una densidad elevada, pero separadas finamente para no formar una película líquida

55

continua. En este último método de aplicación, dependiendo del grado de protección de la superficie deseado, se puede aplicar una única aplicación, o múltiples aplicaciones repetidas, de las composiciones de tratamiento inventivas, para producir el nivel deseado de cobertura de la superficie.

5 Tras esta etapa de aplicación de aplicar la composición de tratamiento líquida a la superficie, el disolvente volátil se deja evaporar en la segunda etapa del procedimiento, dejando efectivamente una película depositada de partículas en forma de aglomerados de partículas de sílice que es esencialmente transparente. La evaporación del disolvente volátil da como resultado una película delgada, macroscópicamente uniforme y esencialmente transparente sobre la superficie receptora, que es despegable y renovable, y exhibe una excelente repulsión de la suciedad, y también repulsión del agua, debido a ángulos de contacto del agua elevados suficientes para afectar a la incidencia del agua en perlas sobre la superficie de manera que la película depositada exhibe repulsión de la suciedad y del agua, y la capacidad de la superficie sucia para autolimpiarse, y es fácilmente limpiable con solamente la aplicación de agua.

10 Sin estar atados por la teoría, se cree que la evaporación del disolvente volátil de la presente invención proporciona cierto orden relativo y separación de las partículas a lo largo del área de la superficie tratada tras la aplicación, sin la aglomeración o asociación significativa entre las partículas y/o aglomerados, que probablemente da como resultado una monocapa de partículas depositadas que tienen propiedades ópticas favorables debido a la ausencia de centros de dispersión significativos debido al agrupamiento de otro modo desfavorable de los aglomerados. De este modo, las composiciones de tratamiento de la presente invención tienden a formar películas esencialmente transparentes en las superficies tratadas que son casi invisibles al ojo humano, incluso cuando se aplican a superficies particularmente brillantes o altamente reflectantes en las que los defectos superficiales u otros revestimientos en la técnica son fácilmente discernibles. Sin estar atados por la teoría, se cree además que el disolvente volátil sirve para efectuar la unión reversible de las partículas a las superficies receptoras mediante fuerzas de unión no covalentes más débiles, permitiendo que las partículas durante la etapa de evaporación sedimenten sobre las superficies en sus estados de unión energéticamente favorables más bajos con un contacto máximo de superficie. Debido a los tamaños extremadamente pequeños de las partículas, y a la capacidad de los aglomerados de las partículas a adoptar las posiciones más favorables durante la evaporación del disolvente, las fuerzas de unión, debido a interacciones hidrófobas-hidrófobas y a fuerzas de van der Waals, son suficientes para permitir que las partículas de sílice modificada hidrófobamente se unan de forma suficientemente fuerte a superficies adecuadamente receptoras para resistir eficazmente el desplazamiento incluso bajo agua en circulación y/o aire, pero que se puedan eliminar fácilmente cuando se desee por medios moderados.

15 De este modo, las películas producidas mediante las composiciones de tratamiento y métodos de la presente invención son despegables y se pueden eliminar fácilmente por medios físicos, tal como mediante abrasión, frotamiento o limpieza usando alguna herramienta física apropiada o artículo de limpieza, y/o por medios químicos, tal como mediante el uso de un agente tensoactivo, dispersante y/o disolvente, o alguna combinación adecuada de éstos para superar las energías de unión relativamente débiles de las partículas y desplazarlas de la superficie. Se señala que el agua sola a temperaturas y presiones típicas, tal como agua de lluvia, agua de salpicadura y una pulverización moderada de agua usando una manguera de jardín doméstica, y además, incluso agua con una carga de suciedad significativa y contaminantes presentes, no es eficaz desplazando las películas de la presente invención, permitiéndolas actuar así como revestimientos protectores despegables pero duraderos sobre sustratos receptores que repelen favorablemente la suciedad, y debido a su naturaleza hidrófoba y a ángulos de contacto del agua elevados, son repelentes del agua y son capaces de ser limpiadas de cualquier mancha o suciedad que se adhiera usando agua sola. Las superficies tratadas también exhiben una capacidad sorprendente de repeler y resistir la adhesión de suciedades secas y materia en partículas, tal como polvo de frenos y polvo doméstico, y las superficies que poseen las películas protectoras según la presente invención se pueden limpiar usando una corriente suave de aire solo, o si es una superficie vertical, el uso de un movimiento suave de golpeteo, agitación o ligera percusión para desplazar las suciedades en partículas. De este modo, los materiales receptores tratados según los métodos y composiciones de tratamiento de la presente invención exhiben repulsión de la suciedad, son autolimpiables, y sus propiedades de repulsión favorables proporcionan una limpieza fácil usando agua sola. Además, los materiales tratados exhiben una limpieza más fácil y una limpieza más fácil a la siguiente vez, por cuanto la carga de suciedad no eliminable y/o excesiva que se pueda adherir a la película se puede evitar que se asocie con la superficie subyacente, y de este modo se eliminan más fácilmente de la superficie durante una etapa de limpieza empleando un agente limpiador, tal como una disolución de tensoactivo, debido a que las películas son despegables por naturaleza y actúan así como una barrera de sacrificio eliminable a la hora de proteger la superficie tratada de la adhesión y acumulación de suciedad, mientras que todavía proporcionan características de autolimpieza a la superficie. Las superficies limpiadas de esta manera para eliminar una película protectora previamente aplicada se pueden volver a proteger entonces mediante una aplicación reciente de las presentes composiciones de tratamiento inventivas para restaurar los beneficios de autolimpieza y de limpieza más fácil la próxima vez. De este modo, el tratamiento de la superficie y el beneficio protector resultante es infinitamente renovable por cuanto la superficie se puede volver a tratar periódicamente de forma subsiguiente, o en cualquier intervalo deseado sin ningún daño o degradación de la superficie original.

20 Además, un revestimiento protector inventivo sobre una superficie tratada previamente se puede renovar mediante aplicación repetida de las composiciones de tratamiento inventivas, sin eliminación previa del revestimiento protector, incluso si el revestimiento está parcialmente desgastado o dañado. En general, es deseable eliminar un revestimiento previo, particularmente si la superficie se daña y/o se ensucia excesivamente entre tratamientos, pero

esto no es un requisito. Sin estar atados por la teoría, se cree que la reaplicación de las composiciones de tratamiento inventivas a una superficie previamente tratada, debido a la reintroducción del portador disolvente y una alícuota reciente adicional de los aglomerados de sílice hidrófoba, da como resultado una resuspensión y redistribución suficientes de los materiales inventivos a lo largo de la superficie de manera que renueva esencialmente el revestimiento protector a la vez que previene la acumulación excesiva que de otro modo disminuiría las propiedades ópticas superiores exhibidas por las composiciones de tratamiento inventivas.

Medios de aplicación

La aplicación de las composiciones de tratamiento inventivas a una superficie receptora se puede lograr mediante uso de un dispositivo de aplicación que emplea cualquier medio adecuado conocido en la técnica capaz de producir una distribución fina de las gotitas de líquido finas, y dirigir las a la superficie a tratar. El dispositivo de aplicación puede ser un aerosol o un dispositivo no de aerosol. Las composiciones de tratamiento se pueden pulverizar usando cualquier tipo adecuado de pulverizador. Un tipo adecuado de pulverizador es un envase a presión de aerosol que usa un propelente. Si se usa un pulverizador de aerosol, puede usar cualquier tipo adecuado de propelente. El propelente puede incluir propelentes de hidrocarburos, o propelentes no de hidrocarburos. Un propelente no de hidrocarburos puede incluir, pero no se limita a: un gas comprimido y/o licuado. Los gases comprimidos adecuados incluyen, pero no se limitan a: aire comprimido, nitrógeno, gases inertes, dióxido de carbono, etc., y los materiales volátiles licuables adecuados incluyen, pero no se limitan a: propano, butano, pentano, y materiales seleccionados de hidrocarburos, clorocarbonos, perfluorocarbonos, clorofluorocarbonos, y mezclas de los mismos.

En una realización, se emplea un envase de aerosol a presión, que usa las composiciones de tratamiento líquidas de la presente invención, opcionalmente presurizado mediante uso de un gas a presión adecuado, líquido compresible y/o propelente líquido, y/o propelente gaseoso, o una combinación de los mismos, en combinación con una válvula dispensadora capaz de dispensar adecuadamente la composición de tratamiento líquida en forma de una pluralidad de gotitas finas.

El suministro de aerosol adecuado incluye el sistema Truspray® (disponible de Boehringer Ingelheim-Steag microParts, Dortmund, Alemania) que emplea tecnología de atomización capilar para suministrar una atomización fina con niveles reducidos de propelente y de disolvente, que permite que se dispensen de forma adecuada dispersiones coloidales más concentradas y/o composiciones de tratamiento más espesas según la presente invención.

También son adecuados los dispositivos de aplicación y/o dispositivos dispensadores que no requieren el uso de un medio de presurización y/o un medio propelente.

Un ejemplo adecuado descrito en la patente U.S. 6.708.852 describe un sistema dispensador presurizado mecánicamente que ofrece una alternativa a dispensadores de aerosol presurizados químicamente. El sistema se ajusta sobre un recipiente estándar que contiene un producto líquido, e incluye un montaje de tubo de inmersión para extraer el líquido en el montaje de cabeza dispensadora, en el que los contenidos son liberados a través del montaje de cabeza dispensadora, vía la boquilla y la válvula. Un giro de la tapa roscada eleva un pistón, abriendo de ese modo una cámara de carga en el montaje de cabeza dispensador. Esto crea un vacío, haciendo que la succión resultante succione el producto ascendentemente a través del tubo de inmersión para llenar la cámara de carga. El giro de la tapa en la dirección opuesta disminuye el pistón en una carrera descendente, que cierra la cámara de carga, forzando el producto al interior del depósito elástico expandible, en el que entonces se descarga a través de la boquilla.

También son adecuados los dispositivos aplicadores en los que el recipiente encierra a la composición de tratamiento líquida presente en un saquito separado, ya sea en una bolsa de papel de aluminio o sin papel de aluminio, que está rodeado del propelente en el recipiente y que rodea al saquito cerrado herméticamente interior. Los ejemplos incluyen los descritos en la patente U.S. 6.196.275, patente U.S. 4.308.973, y patente U.S. 5.730.326, que describen un recipiente recargable. La solicitud de patente U.S. 2003/0102328 describe un recipiente de aerosol que carece de un muelle de retorno y un tubo de inmersión de producto. Para algunas aplicaciones, todavía será apropiado un tubo de inmersión. La válvula puede tener múltiples aberturas de suministro de producto. El recipiente puede usar un pistón accionado por propelente, para dispensar el producto, o el producto puede estar en una bolsa flexible colapsable.

La patente U.S. 5.111.971 describe un montaje a presión de forro-manguito, que se puede ajustar con una válvula de aerosol, y no requiere ningún propelente.

La eliminación del propelente químico puede reducir o eliminar el contenido orgánico volátil (VOC) para permitir el cumplimiento de diversas normativas estatales y federales diseñadas para reducir las emisiones de gases de efecto invernadero. Las alternativas a dispensadores presurizados químicamente incluyen diversos modelos presurizados mecánicamente que obtienen un tiempo prolongado de pulverización al almacenar una carga sin el uso de propelentes químicos. Tales dispensadores de "carga almacenada" incluyen tipos que están presurizados mecánicamente en el punto de ensamblaje, así como tipos que se pueden presurizar mecánicamente por un operador en el momento del uso. Los dispensadores de carga almacenada que se presurizan en el punto de

ensamblaje incluyen a menudo una cuchilla que es bombeada con el producto. Los ejemplos incluyen los descritos en las patentes U.S. 4.387.833 y 4.423.829.

Los dispensadores de carga almacenada que se presurizan mediante un operador en el momento del uso incluyen típicamente cámaras de carga que se cargan por medio de roscas de tornillo, levas, palancas, carracas, engranajes, y otras construcciones que proporcionan una ventaja mecánica para presurizar un producto contenido en una cámara. Este tipo de dispensador se denomina generalmente como un "dispensador de cámara de carga". Se han producido muchos dispensadores de carga ingeniosos. Los ejemplos incluyen los descritos en la patente U.S. 4.872.595, patente U.S. 4.222.500, patente U.S. 4.174.052, patente U.S. 4.167.941, y patente U.S. 5.183.185, que se incorporan expresamente como referencia aquí.

La solicitud de patente U.S. 2005/0035213 describe un sistema de revestimiento mediante pulverización ultrasónica, que comprende un transductor ultrasónico con una cabeza formadora de pulverización, dispositivo de suministro de fluido integrado con vías de paso de suministro de aire y líquido, soportes y un generador de energía ultrasónica. El transductor ultrasónico consiste en un convertor ultrasónico que convierte la energía eléctrica de alta frecuencia en energía mecánica de alta frecuencia. El convertor tiene una frecuencia resonante. Una cabeza formadora de pulverización se acopla al convertor y resuena a la misma frecuencia resonante del convertor. La cabeza formadora de pulverización tiene una punta formadora de pulverización, y concentra las vibraciones del convertor en la punta formadora de pulverización. Las vías de paso separadas para el suministro de aire y de líquido permiten que las composiciones de tratamiento permanezcan separadas de contaminantes potenciales hasta que se usan. El transductor ultrasónico puede producir una niebla fina o una pulverización a medida que se ajusta el transductor. En la solicitud de patente U.S. 2004/0256482 y en la patente U.S. 6.651.650 se describen dispositivos de pulverización ultrasónicos adicionales, que describen un atomizador ultrasónico para bombear un líquido desde una vasija de líquido mediante una bomba ultrasónica y atomizar el líquido haciéndolo pasar a través de una placa de malla formada para que tenga una multiplicidad de orificios minúsculos. El dispositivo se puede controlar para la operación automática, manual, o intermitente.

Otro ejemplo no limitante son los dispositivos de atomización TrueSpray™ (TTP Group, The Technology Partnership) y TouchSpray™ (ODEM filial de TTP, Bepak PLC and PARI GmbH, Alemania), los cuales emplean un sistema generador de microgotitas basado en una membrana perforada que vibra a frecuencias seleccionadas para convertir un flujo continuo de una composición líquida atomizable en un lado de la membrana en una pulverización fina de gotitas líquidas que emanan del lado opuesto. El sistema emplea un medio eléctrico que usa una batería u otro suministro de energía electrónica y un circuito para controlar las frecuencias vibracionales, amplitudes y duración de la oscilación de la membrana a fin de controlar el caudal de líquido y las velocidades de dispensación, así como el tamaño de gotitas, la distribución, la velocidad, y la cantidad de atomización. Una propiedad favorable de este medio de aplicación es la tendencia del sistema a producir tamaños más pequeños de gotitas de líquido del orden de 10 a 100 micrómetros de diámetro, con una mayoría de las gotitas de líquido de un tamaño dentro de varias desviaciones estándar del tamaño medio de las gotitas de líquido, produciendo así una distribución homogénea de las gotitas de líquido de tamaño uniforme, que sería capaz de formar una película superficial más uniforme de material aplicado cuando se usa para depositar las composiciones de tratamiento inventivas sobre una superficie receptora.

También son adecuados los aplicadores electrostáticos, que se pueden emplear como un medio de suministro que combina cualquier medio de atomización adecuado con un dispensador capaz de impartir una carga unipolar a las gotitas de líquido dispensadas, que se puede seleccionar para que sea neta positiva o neta negativa dependiendo de las condiciones deseadas y del sustrato diana. La provisión de una carga unipolar a las gotitas dispensadas actúa para dispersarlas durante la atomización, ya que las gotitas similarmente cargadas tienden a repelerse entre sí de manera que se mantiene la coherencia del patrón de pulverización de la pluralidad de gotitas mientras las gotitas están en vuelo. La carga unipolar, seleccionada de forma adecuada, también puede actuar para acelerar, atraer y/o adherir las gotitas cargadas sobre una superficie cargada de forma neutra, polarizable, o cargada de forma opuesta, para incrementar de forma eficaz la eficiencia de depósito y disminuir adicionalmente la sobrepulverización y el rebote de las gotitas desde la superficie diana, así como producir películas más uniformes sobre la superficie.

Kits de tratamiento

Las composiciones de tratamiento inventivas, envasadas adecuadamente en un medio dispensador y/o aplicador para la aplicación directa a una superficie receptora, se pueden combinar en forma de un kit de tratamiento. El kit de tratamiento puede contener además instrucciones para uso de las composiciones de tratamiento inventivas, incluyendo una lista de superficies adecuadas y sustratos que se pueden tratar, técnicas de aplicación e instrucciones de aplicación que ilustran el uso y los medios más adecuados de aplicar las composiciones a superficies, instrucciones de limpieza previa, instrucciones de secado, instrucciones de limpieza tras el tratamiento, y similares.

En general, es deseable tratar una superficie que se ha limpiado previamente para formar un primer revestimiento protector sobre una superficie receptora limpia. Esto se hace típicamente para la mayoría de las superficies lavando con un detergente, limpiador de superficies duras, jabón, o algún agente de limpieza similar, seguido del aclarado con agua, y permitiendo secar, o secando por frotamiento directamente, o secando por frotamiento tras aclarar con

agua. En general, es deseable eliminar todo residuo en trazas de agua, agente de limpieza y otros materiales adherentes antes del tratamiento. Las composiciones de tratamiento inventivas se pueden aplicar a superficies húmedas o ligeramente humedecidas, pero generalmente a una superficie sustancialmente seca, tal como aquella libre de gotitas de agua adherentes, a la que se aplican las composiciones de tratamiento inventivas proporcionadas para la mayoría de los tratamientos de superficie estéticos atractivos. De este modo, los kits de tratamiento según la presente invención pueden incluir opcionalmente un artículo secante, tal como, por ejemplo, pero sin limitarse a: un material absorbente, un auxiliar del secado, y/o combinaciones de los mismos. Los ejemplos de materiales absorbentes adecuados que se pueden usar como artículo secante incluyen, pero no se limitan a: un tejido, un no tejido, una esponja, una espuma polimérica, una microfibra, toallita de papel, almohadilla de papel, pañuelo u otro artículo absorbente similar o artículo de limpieza capaz de absorber y/o eliminar eficazmente agua de una superficie humedecida antes de la aplicación de las composiciones de tratamiento inventivas. Otros artículos secantes alternativos incluyen auxiliares del secado. Los ejemplos de auxiliares del secado adecuados incluyen, por ejemplo, pero no se limitan a: una fuente de gas comprimido, un dispositivo generador de calor por infrarrojos, un dispositivo de aire forzado, tal como un ventilador, combinaciones de los mismos, y similares.

15 Preparación de composiciones de tratamiento

Las composiciones de tratamiento según la presente invención se pueden preparar mediante una variedad de métodos bien conocidos en la técnica, dependiendo de la cantidad y escala deseadas. Con fines de consistencia a la hora de preparar pequeños lotes para el ensayo y evaluación, las composiciones de tratamiento inventivas se prepararon usando composiciones de procedimiento, es decir, dispersiones concentradas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente según se ha indicado, producidas según el procedimiento inventivo descrito aquí, y entonces se procesan adicionalmente de la siguiente manera descrita más abajo adecuada para obtener cantidades de 100 a 5.000 gramos de una composición de tratamiento acabada o lista para uso. En primer lugar, se pesa en una vasija de plástico una alícuota principal, o nivel deseado total, del disolvente volátil, opcionalmente con una alícuota minoritaria remanente del disolvente volátil retenido a fin de enjuagar más tarde las paredes de la vasija de mezclamiento, si se desea. Entonces se comienza la agitación usando una mezcladora a motor convencional usando una varilla de agitación mecánica de tamaño adecuado, que funciona a una velocidad de alrededor de 300 a 400 rpm, suficiente para crear un remolino suave sin salpicar el disolvente volátil. La adición del agente dispersante opcional, y/o la adición del agente de durabilidad opcional, si lo hay, se lleva a cabo añadiendo lentamente cada uno de forma separada por turnos, y mezclando suficientemente para lograr una disolución y/o suspensión uniforme de los agentes en el disolvente volátil, generalmente siguiendo una duración de mezclamiento de alrededor de 5 a 10 minutos. Entonces se añade lentamente la composición de procedimiento a la disolución, y tras la adición completa, se añade cualquier alícuota restante del disolvente volátil, a fin de enjuagar cualesquiera partículas adherentes en la varilla de agitación mecánica y/o en los lados de la vasija de mezclamiento en el líquido a granel. La velocidad de mezclamiento se mantiene generalmente a 400 r.p.m., pero opcionalmente se puede incrementar hasta alrededor de 1000 r.p.m., si se desea, y la agitación se continúa durante un tiempo suficiente para producir una dispersión homogénea de las partículas, que puede ser tan corto como un minuto más o menos, o más prolongado si se han de añadir materiales adicionales. Como alternativa, el agente dispersante opcional y/o el agente de durabilidad opcional se pueden añadir en esta etapa del mezclamiento para producir una composición de tratamiento final.

Este enfoque produce composiciones de tratamiento de dispersiones coloidales de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente según la presente invención en un disolvente volátil, que entonces se pueden combinar con un medio adecuado de aplicación para proporcionar una dispensación adecuada sobre una superficie diana. En una realización, por ejemplo, las composiciones de tratamiento se pueden envasar en un recipiente de aerosol adecuado (es decir, un bote de pulverización a presión convencional con boquilla de agujeros de alfiler) como medio de aplicación combinados en forma de un kit de tratamiento, y opcionalmente combinados con un propelente o gas compresible para proporcionar una dispensación adecuada mediante atomización.

En otra realización, las composiciones de tratamiento se pueden procesar posteriormente con adición de, y/o dilución con disolvente volátil adicional, y/o agente o agentes de suspensión opcionales adicionales, y/o auxiliares funcionales opcionales adicionales, y/o propelente opcional, antes del envasado o uso. En todavía otra realización alternativa, la dispersión coloidal de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente se puede envasar o asociar con un aplicador no de aerosol para la dispensación por medios adecuados que no requieren la presurización directa y/o uso de un propelente.

Para los fines de ensayo, las composiciones de tratamiento preparadas a partir de las composiciones de procedimiento descritas aquí que comprenden dispersiones de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente en el disolvente volátil se aplicaron usando el sistema PreVal™ comercialmente disponible de Precision Valve (Nueva York, NY).

Preparación de muestras para el análisis de los tamaños de partículas

El análisis de los tamaños de partículas de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente se llevó a cabo tras la aplicación a una superficie tratada mediante uso de microscopía electrónica de barrido (SEM) para formar imágenes y evaluar el tamaño de partículas, la distribución y la cobertura de las partículas presentes in situ en la superficie. Los sustratos representativos se evaluaron, incluyendo superficies plásticas y metálicas, empleando

paneles de ensayo plásticos y de aluminio planos, respectivamente, de aproximadamente 1" x 1" de tamaño que se limpiaron cuidadosamente con isopropanol anhidro y se secaron antes del uso. Los paneles de ensayo revestidos se prepararon cubriendo en primer lugar la mitad del panel (una porción de aproximadamente 1/2" x 1") con papel grueso o una barrera adecuada que no se mojará o se sobrepulverizará durante la aplicación de las formulaciones de ensayo, que entonces se pulverizan manualmente esencialmente de la misma manera como se usa en la aplicación de una pintura de pulverización a una superficie, o pulverizando uniformemente la composición de tratamiento sobre la superficie del panel de ensayo usando un movimiento lineal suave sin interrupciones durante la pulverización, estando la boquilla localizada aproximadamente 6" de la superficie, con una acción pulverizadora que comienza poco tiempo antes de alcanzar el primer borde del panel de ensayo y que continúa durante poco tiempo después de pasar el segundo borde del panel de ensayo a fin de producir un revestimiento uniforme. El panel tratado se deja secar con un papel de recubrimiento parcial unido, y entonces se monta sobre una lámina portadora, por ejemplo un trozo de papel más grueso usando una cinta pegajosa doble, y la muestra se almacena bajo una cubierta de polvo antes de la formación de imágenes, para preservar la superficie tratada.

La morfología de la superficie de los paneles de ensayo revestidos con las composiciones de tratamiento inventivas se examinaron usando un Hitachi S-4300SE SEM (Hitachi USA) que funciona a un voltaje acelerador de 2 kilovoltios (KV). Los paneles de ensayo se secaron a temperatura ambiente, y no se llevó a cabo ningún revestimiento adicional antes del examen.

Los resultados de la formación de imágenes mediante SEM se muestran en las Figs. 1 y 2 que se acompañan. En la Fig. 1, un panel de ensayo negro se trató con una formulación convencional de revestimiento con efecto loto preparada según los métodos descritos en la publicación de patente U.S. nº 2004/0213904, que corresponde al Ejemplo 21 Comparativo como se cita aquí. A simple vista, el panel tratado con el material comparativo pareció visualmente turbio, y la imagen de SEM muestra una superficie generalmente no uniforme (no homogénea) cubierta de pequeñas partículas que se supone que son aglomerados más grandes de sílice y/o agrupamientos de material aglomerado. En la Fig. 2, un panel de ensayo negro se trató con la composición de tratamiento inventiva (Ejemplo 15) que emplea medios de aplicación según los métodos de la presente invención, pero que se prepara, trata y evalúa de otro modo de manera idéntica al primer panel de ensayo. A simple vista, el panel fue extremadamente brillante y reflectante, no siendo apreciable ninguna película o turbidez sobre la superficie en condiciones de luz normales. La imagen de SEM en la Fig. 2 revela una película extremadamente lisa y uniforme de materiales en partículas sobre la superficie del panel, prueba de una morfología superficial muy isotrópica y homogénea. La escala de ambas imágenes de SEM es alrededor de 200 µm, que corresponde a un aumento efectivo de alrededor de 250x.

Microscopía de fuerza atómica

Se usó microscopía de fuerza atómica (AFM) para determinar el grado y naturaleza de los efectos de la modificación de la superficie renovable de acuerdo con los materiales, composiciones de tratamiento y métodos de aplicación de la presente invención. La técnica de AFM permite la formación virtual de imágenes de la superficie a una escala más o menos comparable con la de los materiales depositados aplicados, de manera que la topografía superficial se puede averiguar con un alto grado de precisión. Las imágenes de AFM se obtuvieron usando un Digital Instruments Nanoscope III en un modo de falta de contacto, con puntas sensoras Olympus Tapping Etched Silicon Problem Aluminum-coated (OTESPA). Las imágenes se adquirieron del centro de cada segmento de un cuadrado de una pulgada del panel. Aunque los datos de fase se adquirieron simultáneamente, no se detectaron diferencias de fase significativas en la topografía, de manera que las imágenes se generaron sin incluir este factor. Las fotomicrografías de las imágenes generadas a partir de los datos de AFM se presentan aquí con escalas de altura vertical apropiadas indicadas por la intensidad relativa de la imagen en las coordenadas indicadas, en una escala desde negro (0) a blanco (1) sobre una base relativa con respecto al intervalo de altura vertical relativa indicado en el inserto clave que acompaña a la fotomicrografía, y la longitud de la escala de longitud horizontal se indica en los bordes en unidades de micrómetros (µm). La Fig. 3 muestra imágenes topográficas típicas obtenidas sobre un panel de pintura negra tratado tras el tratamiento con una composición de tratamiento aplicada según la presente invención, comparado con la Fig. 4 de un panel de pintura negra sin tratar.

Preparación de paneles de pintura revestidos

Las composiciones de tratamiento de la presente invención se aplicaron a una variedad de superficies para ensayo y evaluación, usando materiales representativos seleccionados por conveniencia de ensayo en condiciones controladas que incluyen un panel de ensayo rectangular metálico pintado en negro revestido transparente obtenido de ACT Laboratories Co., Hillsdale, Michigan, designado APR41841, Lote 50505412, que tiene una superficie excepcionalmente muy brillante debido al acabado con el revestimiento transparente R10CG060Z UreClear. Los paneles de ensayo se limpiaron en primer lugar a conciencia con alcohol isopropílico (IPA), se lavaron con una disolución de agua y jabón, y finalmente se aclararon con IPA, se aclararon con agua desionizada, se secaron por frotamiento con una toallita de papel seca libre de pelusas. Se llevó a cabo la inspección visual de cada panel para asegurar la limpieza, y los paneles se manipularon por los bordes para evitar que las huellas dañen la superficie. Porciones seleccionadas del panel se enmascararon para producir áreas de control y de tratamiento, enmascarándose la sección de área de apenas 1/3 media mediante el uso de un papel plegado que cubre el centro del panel de ensayo o mediante uso de una barrera temporal cuando se pulveriza para evitar la sobrepulverización. Las muestras se colocaron en un soporte de manera que se pudieran pulverizar mientras estaban en una orientación

5 vertical. Tras el enmascaramiento, las secciones expuestas del lado derecho e izquierdo se trataron pulverizando las fórmulas de ensayo usando el sistema pulverizador PreVal™, mantenido alrededor de 8 a 10 pulgadas por encima de la superficie del panel, con tiempos de pulverización de alrededor de 3 segundos, en un patrón de pulverización solapante consistente con un movimiento de arriba a abajo del panel, repetido consistentemente para cada panel en el conjunto, que habitualmente incluyó tres conjuntos de paneles y cuatro réplicas por conjunto por composición de tratamiento bajo evaluación. Tras la pulverización, los paneles de ensayo se secan a 80°C durante 15 minutos (secado acelerado), seguido de al menos 5 minutos de tiempo de enfriamiento, o se dejan secar a temperatura ambiente o a alrededor de 70°F toda la noche o hasta que tienen un aspecto seco (típicamente 5-30 minutos, dependiendo de la superficie, y hasta una a dos horas para aplicaciones intensas en algunas superficies no porosas).

10 El primer conjunto de paneles se usó para evaluar la modificación de la superficie hidrófoba con respecto a la repulsión del agua (“Ensayo de Rodamiento”), evaluación del aspecto con un instrumento medidor de la turbidez (“Ensayo de Cromo”), y un instrumento medidor del brillo, y el ensayo de durabilidad en condiciones de aclarado repetido con agua (“Ensayo de Durabilidad”). El segundo conjunto de paneles se usó para evaluar las características de repulsión de la suciedad autolimpiadoras, medidas tanto cualitativamente mediante clasificaciones visuales usando evaluadores entrenados y/o cuantitativamente usando un instrumento medidor del brillo y un colorímetro combinados.

Ensayo de rodamiento

20 Para medir la capacidad de las superficies tratadas para repeler el agua, se llevaron a cabo las medidas del ángulo de contacto y la evaluación visual del comportamiento de una gotita de agua. Se aplicó una única gota de agua del grifo (más o menos 0,05 ml) a la superficie del panel de ensayo mantenida en posición horizontal. Los ángulos de contacto se midieron usando un goniómetro N.R.L. Modelo C.A. 100-00 (Rame-Hart, Mountain Lake, NJ).

25 Se observó el comportamiento superficial de la gotita de agua mientras el panel se movía y mecía suavemente mientras se mantenía manualmente en una posición generalmente horizontal, y se asignó una puntuación clasificadora al panel tratado en base al comportamiento de la gotita de agua como se describe a continuación:

Clasificación	Descripción del comportamiento visual
1	“Mármol sobre una superficie” – la gotita de agua rueda fácilmente
2	Rueda fácilmente, pero ocasionalmente se pega
3	Rueda libremente, pero algunas veces se pega
4	Rueda libremente, pero se pega más a menudo
5	Permanece mayoritariamente en el sitio con apenas ningún movimiento
6	La gotita de agua permanece fija en el lugar (superficie no tratada)

Ensayo de altura de rodamiento

30 Además de evaluar visualmente el comportamiento de rodamiento, se llevó a cabo una medida de la “altura de rodamiento”, para determinar la altura de la inclinación requerida para que el agua ruede desde un panel tras un tratamiento de superficie a evaluar. Los paneles se prepararon usando el mismo enfoque como se describe en el Ensayo de Rodamiento anterior aquí.

35 Los paneles a evaluar se colocan entonces en una posición horizontal sobre una superficie plana o plana elevada, con un lado del panel, y si tiene forma rectangular, siendo éste uno de los lados cortos del panel rectangular, colocado muy próximamente a una regla con escala situada verticalmente colocada perpendicular a la superficie plana o elevada, de manera que la altura del borde seleccionado, a medida que se desplaza desde la posición horizontal, se pueda medir fácilmente al comparar el borde con las marcas en la escala.

40 Con el panel en la posición horizontal inicial, se pipetea suavemente de alrededor de tres a cinco gotas independientes de agua (alrededor de 0,1 ml cada una) sobre el panel en una línea aproximadamente recta situada aproximadamente paralela al borde seleccionado y localizada aproximadamente 1 pulgada desde el borde seleccionado. El panel se eleva entonces para elevar el borde seleccionado del panel lenta y suavemente en una dirección vertical ascendente para evitar cualesquiera movimientos indeseables, hasta que todas las gotitas de agua “se liberan de la superficie” y/o comienzan a moverse o a rodar hacia abajo de la superficie inclinada del panel. La altura a la que la gota comienza a rodar se obtiene de la escala, siendo la “Altura de Rodamiento”, y se expresa generalmente en centímetros (cm).

45 Se anota cualquier líquido residual (en forma de manchas o de rastro) después de que las gotas hayan rodado. Las réplicas o medidas adicionales de la Altura de Rodamiento se obtienen haciendo girar 180° el panel de ensayo, y repitiendo nuevamente el ensayo.

Ensayo de cromo

Todas las medidas de aspecto en condiciones idénticas se tomaron antes y después del tratamiento, o se tomaron a partir de secciones tratadas y no tratadas (enmascaradas) del panel de ensayo, calculándose la diferencia entre estas medidas para determinar los cambios como resultado del ensayo de tratamiento o de ensuciamiento empleado. Se pueden emplear instrumentación y técnicas de medida colorimétricas, de brillo y de turbidez para demostrar la naturaleza sorprendentemente transparente de las películas y revestimientos protectores de la superficie formados sobre superficies receptoras por medio del empleo de las composiciones de tratamiento inventivas.

Las medidas colorimétricas se llevaron a cabo usando un espectrofotómetro de Minolta, Modelo CM-508D, Serie nº 15711032, con una geometría iluminadora/visora seleccionada para compensar la reflexión especular, SCE (componente especular excluido), obtenido de Konica Minolta Photo Imaging Inc. Instruments Systems Division, Mahwah, NJ.

Las medidas antes y después del tratamiento o del ensuciamiento se tomaron como se describió anteriormente, aunque por conveniencia se pueden realizar ensayos en diferente orden para permitir el ensayo secuencial frente a los diversos métodos de ensayo. Todas las medidas son generalmente réplicas de ensayos duplicados o adicionales, que entonces se promedian, dándose a conocer las diferencias antes y después del tratamiento en Delta E, que es la diferencia de color total entre la muestra y una muestra de referencia, o como alternativa, la muestra inicial no tratada y final post-tratada después de que se aplicó el tratamiento. Para determinar la contribución principal al valor de Delta E, se examinó Delta L y los parámetros colorimétricos "a" y "b", y se encontró que Delta L es el que mejor representa, y es el más sensible, a cambios en el aspecto visual de materiales tratados, debido probablemente a que el parámetro colorimétrico "L" es el parámetro que monitoriza los valores de tono neutro total desde negro puro (L = 0) a blanco puro (L = 100) en ausencia de cualesquiera contribuciones de color. También se emplearon medidas similares para medir la influencia relativa sobre Delta E y Delta L, tras la aplicación y eliminación de la suciedad, para proporcionar un enfoque para medir la eliminación de la suciedad comparativa. También se llevó a cabo la evaluación visual de las superficies mantenidas a un ángulo reflectante con respecto a una fuente de luz (siendo un ejemplo adecuado la luz de la habitación fluorescente de techo normal, lámpara incandescente, y luz solar exterior), para juzgar las características estéticas de las superficies tratadas, en particular el aspecto asociado con descriptores visuales comunes que incluyen: "no uniforme" y/o "veteado", "turbio", "nublado" y/o "mate", "nacarado" y/o "efecto arco iris", y "transparente" y/o "brillante". Aquí, tanto "nacarado" como "efecto arco iris" se refieren a la tendencia de las películas transparentes delgadas, dependiendo de su grosor, regularidad de grosor, y el sustrato al que se aplica, a producir efectos de interferencia y de difracción con la reflexión de la luz blanca incidente que se perciben como una pluralidad de patrones coloreados y bandas coloreadas, respectivamente.

Las medidas de turbidez se llevaron a cabo usando un brillómetro de turbidez, modelo nº 4606, disponible de BYK Gardner, Silver Spring, MD, U.S.A, calibrado con un patrón de turbidez-brillo de referencia nº 195829312 que proporciona un valor de punto de ajuste de la turbidez que corresponde a $H'(20^\circ) = 463$. Las medidas de la unidad de turbidez obtenidas eran valores sin compensar (indicados como "nc") determinados tras la calibración. Las unidades de turbidez Delta correspondieron a la diferencia en la turbidez medida obtenida restando los valores de turbidez obtenidos antes y después del tratamiento de un panel cromado, o entre un panel de control sin tratar y un panel tratado, o entre una porción sin tratar y tratada del mismo panel, como se indica. Generalmente se prefieren para una exactitud mejorada las medidas de las unidades de turbidez Delta que usan el mismo panel antes y después del tratamiento y otros procedimientos de ensayo como se describen aquí, tomándose un número múltiple de lecturas de réplicas a lo largo de la superficie para permitir que se calcule un valor promedio.

Las medidas de la unidad de turbidez Delta se obtuvieron sobre las superficies tratadas para correlacionar el nivel de turbidez asociado con la capacidad típica del ojo humano para discernir el cambio visual visiblemente perceptible en el aspecto de la superficie de sustratos tratados vistos bajo luz ambiente normal. Como superficie preferida, se seleccionó un panel de ensayo cromado reflectante acabado especular muy pulido, con el fin de ensayar y demostrar las propiedades ópticas ventajosas de las películas protectoras de las superficies proporcionadas mediante uso de las presentes composiciones de tratamiento, puesto que la superficie de cromo mostró una elevada sensibilidad a cambios en el aspecto de la superficie y parámetros de turbidez medidos. Los paneles de ensayo de cromo, de 4" x 8" de tamaño, se designan SAE-1010 CR con un orificio de 1/8" para la suspensión, Acero Cromado, disponible de Metaspec, Inc., San Antonio, TX. De este modo, el Ensayo de Cromo, realizado para proporcionar una medida de la unidad de turbidez Delta sobre el cromo tratado, proporciona un medio conveniente para medir las películas protectoras transparentes sorprendentemente mejoradas producidas por las composiciones de tratamiento inventivas.

Generalmente, las composiciones de tratamiento inventivas, cuando se aplican a los paneles de ensayo de cromo pulidos, produjeron revestimientos superficiales transparentes y casi invisibles que demostraron las propiedades protectoras beneficiosas como se describen aquí. Las medidas de turbidez confirmaron que los valores de las unidades de turbidez Delta por debajo de alrededor de 250, según se miden de acuerdo con las metodologías del Ensayo de Cromo descritas aquí anteriormente, son fácilmente logrables mediante el uso de las composiciones

inventivas, correspondiendo estos valores de unidades de turbidez Delta a un cambio en el valor de turbidez medida en el que el nivel de turbidez producido en la superficie es apenas perceptible, si es que lo es, al ojo humano.

Ensayo de sustentividad y durabilidad

5 También se llevó a cabo el ensayo de sustentividad para determinar la capacidad de las superficies tratadas para mantener sus propiedades beneficiosas tras el tratamiento, y la durabilidad de las propiedades beneficiosas tras la exposición a manchas, suciedad, agua, abrasión mecánica y acción de disoluciones limpiadoras. Estos ensayos de sustentividad y durabilidad proporcionan una medida de la utilidad de las composiciones de tratamiento inventivas para superficies interiores y exteriores tratadas, y materiales que probablemente se expongan a una variedad de retos medioambientales típicos.

10 Se pueden emplear paneles previamente usados para el Ensayo de Rodamiento, o paneles recientemente preparados, colocados y mantenidos en una posición aproximadamente vertical. Para el ensayo de sustentividad, los paneles se pulverizan sobre un área de aproximadamente 3" x 6", usando un electropulverizador cargado con agua del grifo normal (Febreze Power Sprayer, cuidadosamente limpiado y aclarado con agua antes del uso, distribuido por la Procter and Gamble Company, Cincinnati, Ohio) durante 15 segundos de pulverización continua, medidos usando un cronómetro.

15 Tras la pulverización, la superficie del panel se evalúa visualmente para determinar la tendencia de cualesquiera gotitas de agua a permanecer en la superficie, lo que sería indicativo de una pérdida de beneficio protector, en comparación con un panel de control sin tratar. Al número de gotas y al aspecto superficial de los paneles tras el aclarado se les asigna colectivamente una puntuación de grado de sustentividad visual, que es un número entero de 0 a 10, usando como guía la siguiente escala, siendo posibles asignaciones intermedias:

Clasificación	Descripción del comportamiento visual (adhesión del agua)
10	Ninguna gotita de agua observada
7	Número pequeño de gotitas de agua
5	Algunas gotitas de agua
3	Numerosas gotitas de agua
1	Aspecto similar al control no tratado
0	Aspecto peor que el control no tratado

Ensayo de durabilidad

25 El ensayo de durabilidad se lleva a cabo de manera similar al ensayo de sustentividad descrito aquí anteriormente, con el procedimiento de ensayo de sustentividad repetido múltiples números de veces (ciclos) hasta que se observa una puntuación de graduación visual de aproximadamente 5, en cuyo momento se registra el número de ciclos como la Puntuación del Ensayo de Durabilidad. Esta Puntuación del Ensayo de Durabilidad representa esencialmente el número de aclarados de agua sobre los que se puede observar el beneficio protector, representando un número mayor de ciclos tanto una mayor sustentividad (el efecto) como una persistencia del efecto (duración) del beneficio protector de la superficie a un nivel aceptable de comportamiento (alrededor de 5 en la escala de graduación visual de la sustentividad). Las Puntuaciones del Ensayo de Durabilidad de al menos 1 son adecuadas para revestimientos protectores superficiales sacrificiales que proporcionarán durabilidad tras al menos un suceso de aclarado usando agua para eliminar las manchas, suciedad y mugre casuales de una superficie protegida a la que se aplican las composiciones de tratamiento inventivas. Las puntuaciones de durabilidad mayores son más adecuadas para revestimientos superficiales despegables, aunque más duraderos, que pueden proporcionar múltiples ciclos de limpieza mediante aclarado usando agua. También se puede calcular un valor de Duración de la Durabilidad (en unidades de segundos) multiplicando el número total de ciclos determinado según el ensayo de durabilidad (Puntuación del Ensayo de Durabilidad) por el tiempo de pulverización individual usado (15 segundos por pulverización en el método de ensayo) para determinar un tiempo de Duración de la Durabilidad para las películas inventivas presentes en una superficie tratada según los métodos descritos aquí.

Ensayo de autolimpieza (cualitativo)

40 El ensayo de comportamiento de autolimpieza (denominado "Ensayo SCL") se realiza para determinar la capacidad de los paneles tratados para ser limpiados de manchas, polvo, mugre, y similares que se adhieren, tras el golpeteo mecánico simple o el aclarado mediante agua sola (comportamiento de repulsión de la suciedad y comportamiento de autolimpieza, y comportamiento de limpieza más fácil). Los paneles tratados se exponen en primer lugar a un entorno cargado de suciedad, o se pueden ensuciar artificialmente para imitar tal exposición de la siguiente manera:

45 los paneles tratados y los paneles de control se sitúan sobre una superficie plana o inclinada, dependiendo de la superficie a modelar o, para el peor caso, a ensayar situada en una orientación horizontal. La suciedad de elección en polvo se agita sobre los paneles para producir un revestimiento uniforme delgado, el panel se reorienta en una

posición vertical de manera que se caiga el exceso de suciedad (no adherente). Para simular polvo de frenos como suciedad de ensayo, se combinaron finos de frenos obtenidos de la sustitución de pastillas de freno como se describe más abajo para obtener un polvo finamente espolvoreado seco que fluye libremente. El polvo de frenos así obtenido se colocó en un gran bote agitador de queso con orificios finos en la parte superior, se invirtió y se aplicó uniformemente de forma manual a lo largo de las superficies de los paneles de ensayo.

La suciedad de ensayo de polvo de frenos se preparó moliendo finamente la parte superior de tres marcas compradas de pastillas de frenos obtenidas de Grand Auto, un minorista nacional con filiales a lo largo de los Estados Unidos de América, que corresponden a pastillas de freno nuevas delanteras de Honda Accord #45022-S84-A02, pastillas de freno nuevas traseras de Honda Accord #43022-SY8-A01, pastillas de freno nuevas delanteras de VW Jetta #1SATZ 1-J0698 151 J, pastillas de freno nuevas traseras de VW Jetta #1 SATZ 1J0698 451 D, pastillas de freno nuevas delanteras de Ford Taurus # 2F1Z-2001-AA, y pastillas de freno nuevas traseras de Ford Taurus # F8DZ-2200-AA. Todas las pastillas de freno se trituraron individualmente hasta un polvo fino, que entonces se tamizó a través de un tamiz de malla 325 en una máquina convencional Rotap™ para recoger solamente los finos por debajo del tamaño de malla. Para una porción de aproximadamente 30 gramos de suciedad de ensayo de polvo de frenos acabada, se combinaron alrededor de 3 gramos de cada uno de los finos de pastillas de freno posteriores y alrededor de 7 gramos de cada uno de los finos de las pastillas de freno delanteras (desgastándose las pastillas de freno delanteras de forma más rápida durante el uso típico) para producir una suciedad de ensayo representativa que se pareció mucho a la observada en ruedas de vehículos reales producida durante la operación normal.

Una vez que se preparó el panel ensuciado, se evaluó usando la descripción de la escala de comportamiento visual presentada aquí más abajo, y entonces se montó en una posición inclinada o vertical. En el ensayo de resistencia de la suciedad seca, el panel se golpeó ligeramente una vez, y el aspecto se evaluó para determinar la repulsión/resistencia de la suciedad seca. En un ensayo de resistencia de la suciedad húmeda, el panel se pulveriza con agua de la manera descrita anteriormente en el Método de Ensayo de Sustantividad, usando agua del grifo en el pulverizador electrónico que funciona durante alrededor de 15 segundos sobre toda la superficie. Para cualquiera de los ensayos, un panel de réplica duplicado se trata de manera idéntica y se reserva como control para comparaciones subsiguientes. Después de que se tratan los paneles de ensayo, al aspecto superficial visual de los paneles se le asigna una puntuación de Comportamiento de Autolimpieza, usando como guía la siguiente escala, ya sea en referencia a un panel tratado pero sin ensuciar (control no ensuciado) que se aclara según el procedimiento anterior, o en referencia a un panel no tratado pero ensuciado. La escala visual empleada es como sigue:

Clasificación	Descripción del comportamiento visual (ensayo de aclarado seco o con agua)
-3	la mayoría/toda la suciedad se elimina (se asemeja a un control no ensuciado)
-1	ligeramente menos suciedad se pega o permanece
0	ningún cambio (control de panel no tratado ensuciado)
+1	queda ligeramente más suciedad
+3	queda la mayoría/toda la suciedad

30 Ensayo de autolimpieza (cuantitativo)

Las medidas cuantitativas del comportamiento de autolimpieza se pueden llevar a cabo realizando las medidas de ensayo de turbidez en paneles empleados como se describe anteriormente en el procedimiento del “Ensayo SCL”. Las medidas de turbidez de los paneles no tratados, de los paneles tratados, de los paneles tratados contra la suciedad y golpeados tras el ensayo, y de los paneles aclarados tratados contra la suciedad y de los paneles tratados aclarados, se obtienen midiendo la turbidez a 20° usando un instrumento Haze-Gloss BYK Gardner Modelo 4606, y promediando cuatro lecturas por panel de ensayo o lecturas duplicadas en al menos tres paneles replicados.

Clasificación del aspecto de uniformidad (cualitativa)

Se lleva a cabo una clasificación de la uniformidad del aspecto de la superficie (denominada “Ensayo de Cromo”) midiendo los tratamientos aplicados a una superficie brillante y reflectante, tal como un espejo o sustrato metálico cromado con brillo elevado. Después de los tiempos de tratamiento y de secado como se describe aquí anteriormente, los sustratos muy reflectantes se observan a simple vista, y se asigna una puntuación visual cualitativa en base al aspecto general y uniformidad de la superficie a lo largo de un área de tratamiento de alrededor de 3,5” x 4” de tamaño.

Clasificación	Descripción del comportamiento visual
6	turbidez blanca – aspecto nebuloso y/o mate significativo
5	cierto aspecto turbio

Clasificación	Descripción del comportamiento visual
4	aspecto no uniforme y/o estrellas observadas
3	cierta distorsión pero mayoritariamente transparente, con aspecto muy brillante
2	ligera dispersión, con aspecto global transparente y brillante
1	sin distorsión o cambio visual (se asemeja a una superficie no tratada)

Las clasificaciones se asignan según la escala anterior y se anota el aspecto más próximo a la descripción del comportamiento visual, usando estas descripciones textuales reales para la consideración de los jueces cuando se visualicen y clasifiquen los paneles.

Componentes generales de las composiciones de procedimiento inventivas

5 Los solicitantes han determinado la viscosidad, dependiente de la velocidad de cizallamiento, de las composiciones de procedimiento inventivas (a diversos intervalos de contenido de sílice y disilazano), así como de composiciones de la técnica anterior. A partir de este estudio, fue manifiesto que la cantidad de disilazano no tuvo ninguna influencia sobre el comportamiento de fluidez en un intervalo de concentraciones entre 0,5-3,0%. Esto apoya el hallazgo en la Tabla 1, presentada aquí más abajo, de que la cantidad de disilazano tiene solamente un pequeño impacto sobre el tamaño mediano de partículas logrado.

10 Los solicitantes observaron además que el incremento de la cantidad de sílice (5-15%) tuvo un impacto drástico sobre la viscosidad. La duplicación de la concentración de 5% a 10% eleva la viscosidad en aproximadamente un orden de magnitud. El incremento de la concentración hasta 15% de sílice eleva la viscosidad en una mitad adicional de orden de magnitud.

15 Adicionalmente, el comportamiento de fluidez general está influido drásticamente por la cantidad de sílice. Una carga de partículas de 5% se puede considerar como una concentración muy baja, puesto que el comportamiento de fluidez es el de un líquido ideal (es decir, newtoniano). Sin embargo, a una concentración de 15% de sílice, se puede observar una disminución de la viscosidad con un aumento de la velocidad de cizallamiento, que aumenta nuevamente a velocidades elevadas de cizallamiento (pico dilatante). Estos resultados apoyan el hallazgo en la Tabla 1 presentada aquí más abajo de que la cantidad de sílice tiene un impacto drástico sobre el tamaño mediano de partículas logrado.

Ejemplos

Composiciones de procedimiento

25 Los ejemplos A a OO en la Tabla 1 son realizaciones representativas de materiales preparados en forma de composiciones de procedimiento según los procedimientos de la presente invención. El ejemplo H es un ejemplo comparativo preparado de una manera fuera del alcance de la presente invención.

Ejemplo A

30 Se disolvió una cantidad de 10,0 g de hexametildisilazano (DYNASYLAN® HMDS) en 140 g de decametilciclopentasiloxano (TEGO® Polish Additiv 5, también denominado como siloxano "D 5"). 50,0 g de una sílice pirolizada hidrofobizada, comercialmente disponible, con una superficie específica de BET de 220 m²/g (AEROSIL® R 812 S), se dispersaron lentamente en esta disolución con agitación suave a 2.000 r.p.m. Después de que se hubo añadido toda la sílice pirolizada, la velocidad de mezclamiento del Dispermat (eje rotatorio único, equipado con una cuchilla de dientes de sierra proporcional a la vasija de mezclamiento en la que la cuchilla tiene la mitad del diámetro de la vasija) se incrementó hasta 10.000 r.p.m., y se mantuvo funcionando a esta velocidad durante 15 min.

Ejemplos B-OO

La preparación de los ejemplos B a OO sigue el mismo procedimiento que para el ejemplo A, excepto que se usan los parámetros especificados de otro modo como se muestran en la Tabla 1 a continuación.

Ejemplo de composición de procedimiento	AEROSIL® R 812 S	DYNASYLAN® HMDS	TEGO® Polish Additiv 5	Velocidad del agitador	Tiempo	Distribución de tamaños de partículas ⁽¹⁾ (mediana)
	% en peso	% en peso	% en peso	r.p.m.	min.	nanómetro
Inventiva						
A	25,0	5,0	70,0	10.000	15	304
B	25,0	0,5	74,5	10.000	5	283
c	25,0	5,0	70,0	5.000	5	1.925
D	25,0	0,5	74,5	5.000	15	2.115
E	25,0	0,5	74,5	5.000	5	2.106
F	10,0	5,0	85,0	5.000 ⁽²⁾	15	3.328
G	10,0	0,5	89,5	5.000 ⁽²⁾	5	3.771
OO	17,5	2,75	79,75	7.500 ⁽²⁾	10	2.851
Comparativa						
H	5,0	-	93,0 ⁽³⁾	5.000 ⁽²⁾	15	41.265

(1) El análisis de la distribución de tamaños de partículas se llevó a cabo con un Horiba LA 910 (uso de dispersión de poliestireno de 1,0 micrómetros como patrón de calibración, medida de las dispersiones de las muestras diluidas con alcohol isopropílico y con un Índice de Refracción Relativo = 1,10). Este instrumento mide el tamaño y la distribución de las partículas suspendidas en líquido usando difracción de láser.

(2) Los ejemplos F, G, H y OO no se pudieron procesar a 10.000 r.p.m.

(3) El ejemplo H contiene adicionalmente, como agente de durabilidad, 2% en peso de TEGOPREN® 6814, un polidimetilsiloxano modificado con alquilo, y de este modo es un ejemplo representativo de las composiciones de procedimiento obtenidas siguiendo el procedimiento descrito en la publicación de patente U.S. n° 2004/0213904A1.

Los ejemplos I a PP son ejemplos de composiciones de procedimiento obtenidas diluyendo adicionalmente algunas de las composiciones de procedimiento en la Tabla 1 con TEGO® Polish Additiv 5.

	Ejemplo de composición de procedimiento (diluida) ⁽¹⁾						
	I	J	K	L	M	N	PP
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Composición A de procedimiento	20,0	-	-	-	-	-	-
Composición B de procedimiento	-	20,0	-	-	-	-	-
Composición C de procedimiento	-	-	20,0	-	-	-	-
Composición D de	-	-	-	20,0	-	-	-

procedimiento							
Composición F de procedimiento	-	-	-	-	50,0	-	-
Composición G de procedimiento	-	-	-	-		50,0	-
Composición OO de procedimiento							28,57
TEGO® Polish Additiv 5	80,0	80,0	80,0	80,0	50,0	50,0	71,43
(1) Todas las composiciones de procedimiento diluidas tienen un nivel de sílice activa de 5% en peso.							

5 Comparando los valores de Turbidez Delta en la Tabla 14 con los tamaños de partículas de las composiciones de procedimiento correspondientes, se puede concluir que es necesario un tamaño de partículas de aproximadamente 4.000 nm o menos para lograr valores de Turbidez Delta de 250 o menos, que se encontró que es el valor de Turbidez a partir del cual los revestimientos de la presente invención comienzan a percibirse como una película visible a simple vista en un sustrato de ensayo de cromo muy barnizado, según los métodos descritos aquí anteriormente. La Tabla 1 muestra que varios parámetros de diferente peso desempeñan un papel a fin de lograr un tamaño de partículas diana de 4000 nm o menos. A partir de la Tabla 1 se puede concluir que la concentración de sílice (AEROSIL®) en las composiciones de procedimiento es con creces el factor más importante, y que una concentración de 10% en peso parece ser un límite práctico inferior. Por ejemplo con 5% en peso (ejemplo H comparativo), se obtiene un tamaño mediano de partículas diez veces más grande. También se hizo obvio que la viscosidad de la composición de procedimiento durante el mezclado es crítica, y debe estar en un intervalo definido (véase también el capítulo aquí anteriormente sobre “Componentes Generales de Composiciones de Procedimiento Inventivas”). Por otro lado, el líquido de procedimiento necesita tener una viscosidad suficientemente elevada para la transmisión adecuada de energía a lo largo de la disolución a granel para producir las fuerzas de cizallamiento requeridas necesarias para reducir eficazmente el tamaño de partículas al intervalo mediano diana. Por otro lado, el líquido de procedimiento no debe ser demasiado viscoso, a fin de que todavía sea procesable en el equipo de mezclado.

20 Se encontró sorprendentemente que estos efectos neutralizantes durante el procedimiento se pueden equilibrar mediante el uso de un derivado de disilazano. En la Fig. 5 se muestra el impacto de hexametildisilazano, como una realización representativa según la presente invención, sobre el comportamiento reológico de dispersiones de sílice muy concentradas. La Fig. 5 muestra que una dispersión de sílice al 25% en peso y sin hexametildisilazano (Composición U de Procedimiento) exhibe un límite elástico indicado mediante $G' > G''$, lo que significa que muestra un comportamiento similar a un sólido, mientras que una dispersión con 25% en peso de sílice y con 5% en peso de hexametildisilazano (Composición R de Procedimiento) no tiene ningún límite elástico. La composición U de procedimiento demuestra que fue posible básicamente procesar una dispersión de sílice al 25% en peso sin un derivado de disilazano, pero que se requirió mucho más esfuerzo para incorporar esta cantidad de sílice en el disolvente, y la viscosidad fue demasiado elevada para el procesamiento apropiado. El derivado de disilazano no solo ayuda a mantener la viscosidad del procedimiento en un nivel práctico para el procesamiento conveniente, sino también ayuda a humedecer y dispersar más fácilmente la sílice en el disolvente. Además de la concentración de sílice, los parámetros de mezclado del procedimiento, tal como la velocidad del agitador y la duración del mezclado, tienen igualmente un impacto significativo sobre los resultados de los tamaños de partículas, incluso aunque no son tan importantes como la concentración de sílice. Obviamente marca una gran diferencia si está presente un derivado de sílice o no con respecto a la facilidad de procesamiento, pero la cantidad absoluta presente parece tener mucha menos importancia. Además, se observó que las muestras procesadas con un derivado de disilazano muestran una sedimentación retardada de partículas de sílice en comparación con aquellas muestras procesadas sin los derivados de disilazano. En resumen, se encontró sorprendentemente que la combinación de una concentración elevada de sílice con una velocidad de mezclado suficientemente elevada o con polvo de mezclado es crítica para lograr la reducción deseada hasta el intervalo deseable de tamaños medianos de partículas de la presente invención, y que la presencia de un derivado de disilazano como auxiliar del procesamiento facilita drásticamente el procedimiento.

Los siguientes ejemplos O y P son realizaciones representativas adicionales de materiales preparados en forma de composiciones de procedimiento según los procedimientos de la presente invención.

Ejemplo O

45 Se disolvió una cantidad de 5 kg de hexametildisilazano (DYNASYLAN® HMDS) en 70 kg de dexametilciclopentasiloxano (TEGO® Polish Additiv 5, D 5). Se añadieron 25 kg de una sílice pirolizada hidrofobizada comercialmente disponible, con una superficie específica de BET de 220 m²/g (AEROSIL® R 812 S), y

se hicieron pasar repetidamente a través de un molino horizontal hasta que se hubo logrado el tamaño deseado de partículas.

La preparación del ejemplo P sigue el mismo procedimiento que para el ejemplo O, excepto que se usan los parámetros de otro modo especificados como se muestra en la Tabla 3 a continuación.

Ejemplo de composición de procedimiento	AEROSIL® R 812 S	DYNASYLAN® HMDS	TEGO® Polish Additiv 5	Distribución de tamaños de partículas ⁽¹⁾ (mediana)
	% en peso	% en peso	% en peso	nanómetro
O	15,0	3,0	82,0	174
P	15,0	1,5	83,5	296

(1) El análisis de la distribución de tamaños de partículas se llevó a cabo con un Horiba LA 910 (uso de dispersión de poliestireno de 1,0 micrómetros como patrón de calibración, medida de las dispersiones de las muestras diluidas con alcohol isopropílico y con un Índice de Refracción Relativo = 1,10). Este instrumento mide el tamaño y la distribución de las partículas suspendidas en líquido usando difracción de láser.

5

El ejemplo Q es un ejemplo de una composición de procedimiento diluida obtenida diluyendo adicionalmente la composición O de procedimiento con TEGO® Polish Additiv 5.

Ejemplo de composición de procedimiento (diluida) ⁽¹⁾	
	Q
Componente	% en peso
Composición O de procedimiento	33,3
TEGO® Polish Additiv 5	66,6

(1) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 5 % en peso.

10

Los siguientes ejemplos R a V son realizaciones representativas de composiciones de procedimiento preparadas según los métodos de la presente invención. La preparación de los ejemplos R a V sigue el mismo procedimiento que para el ejemplo A, excepto por los parámetros de otro modo especificados en la tabla a continuación. Los ejemplos A y R demuestran la varianza en el tamaño mediano de partículas logable bajo parámetros de procedimiento idénticos.

Ejemplo de composición de procedimiento	AEROSIL® R 812 S	DYNASYLAN® AN® HMDS	TEGO® Polish Additiv 5	Velocidad del agitador	Tiempo	Distribución de tamaños de partículas ⁽¹⁾ (mediana)
	% en peso	% en peso	% en peso	r.p.m.	min.	nanómetro
R	25,0	5,0	70,0	10.000	15	186
S	25,0	2,5	72,5	10.000	15	209
T	25,0	0,5	74,5	10.000	15	225
U	25,0	-	75,0 ⁽²⁾	10.000	15	317
V	25,0	5,0	70 ⁽³⁾	10.000	15	271

(1) El análisis de la distribución de tamaños de partículas se llevó a cabo con un Horiba LA 910 (uso de dispersión de poliestireno de 1,0 micrómetros como patrón de calibración, medida de las dispersiones de las muestras diluidas

con alcohol isopropílico y con un Índice de Refracción Relativo = 1,10). Este instrumento mide el tamaño y la distribución de las partículas suspendidas en líquido usando difracción de láser.

(2) Fue extremadamente difícil agitar el AEROSIL® en TEGO® Polish Additiv 5.

(3) En el ejemplo V, se usó isododecano como disolvente, en lugar de decametilciclopentasiloxano.

Los ejemplos W a BB son ejemplos de una composición de procedimiento diluida obtenida diluyendo adicionalmente algunas composiciones de procedimiento en la Tabla 5 con TEGO® Polish Additiv 5.

Tabla 6						
	Ejemplo de composición de procedimiento (diluida) ⁽¹⁾					
	W	X	Y	Z	AA	BB
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Composición R de procedimiento	20,0	-	-	-	20,0	-
Composición S de procedimiento	-	20,0	-	-	-	-
Composición T de procedimiento	-	-	20,0	-	-	20,0
Composición V de procedimiento	-	-	-	20,0	-	-
ABIL® Wax 9814	-	-	-	-	2,0	-
DYNASYLAN® OCTEO ⁽²⁾	-	-	-	-	-	4,0
TEGO® Polish Additiv 5	80,0	80,0	80,0	80,0	78,0	76,0

(1) Todas las composiciones de procedimiento diluidas tienen un nivel de sílice activa de 5% en peso.
 (2) Trietoxioctilsilano

- 5 Los ejemplos CC a HH son realizaciones representativas adicionales de materiales preparados en forma de composiciones de procedimiento según los procedimientos de la presente invención. Se prepararon siguiendo el mismo procedimiento que para el ejemplo A.

Tabla 7					
Ejemplo de composición de procedimiento	AEROSIL® R 812 S	DYNASYLAN® HMDS	TEGO® Polish Additiv 5	TEGOPREN® 6814	DYNASYLAN® OCTEO
	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
cc	25,0	5,0	60,0	10,0	-
DD	25,0	5,0	60,0	-	10,0
EE	25,0	5,0	50,0	10,0	10,0
FF	25,0	-	65,0	-	10,0
GG	25,0	-	65,0	10,0	-
HH	25,0	-	55,0	10,0	10,0

- 10 Los ejemplos II a NN son ejemplos de composiciones de procedimiento diluidas obtenidas diluyendo adicionalmente las composiciones de procedimiento en la Tabla 7.

Tabla 8						
	Ejemplo de composición de procedimiento (diluida) ⁽¹⁾					
	II	JJ	KK	LL	MM	NN
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Composición CC de procedimiento	30,0	-	-	-	-	-
Composición DD de procedimiento	-	30,0	-	-	-	-
Composición EE de procedimiento	-	-	30,0	-	-	-
Composición FF de procedimiento	-	-	-	20,0	-	-
Composición GG de procedimiento	-	-	-	-	20,0	-
Composición HH de procedimiento	-	-	-	-	-	20,0
TEGO Polish Additiv 5	70,0	70,0	70,0	80,0	80,0	80,0

(1) Las composiciones de procedimiento II - KK tienen un nivel de sílice activa de 7,5% en peso, LL - NN un nivel de sílice activa de 5% en peso.

Composiciones de tratamiento

Modificación de superficies no porosas

- 5 En la Tabla 9 se proporcionan ejemplos de realizaciones de las composiciones de tratamiento inventivas adecuadas para uso en la modificación de superficies receptoras, incluyendo superficies y sustratos no porosos. Las composiciones de tratamiento en estos ejemplos se preparan en forma de dispersiones de sílice diluidas, para uso con un medio de suministro adecuado capaz de aplicar las composiciones de tratamiento para la modificación de las superficies de una variedad de sustratos y uso general en superficies de automoción, domésticas y textiles.

Tabla 9					
	Ejemplo de composiciones de tratamiento				
	1	2	3	4	5
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Composición I de procedimiento	1,0 ⁽¹⁾	10,0 ⁽²⁾	20,0 ⁽³⁾	60,0 ⁽⁴⁾	99,0 ⁽⁵⁾
Dow Corning DC 245	99,0	90,0	79,0	40,0	-
DYNASYLANE® OCTEO ⁽⁶⁾	-	-	1,0	-	1,0

(1) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 0,05 % en peso en la Composición 1 de Tratamiento
(2) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 0,5 % en peso en la Composición 2 de Tratamiento
(3) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 1,0 % en peso en la Composición 3 de Tratamiento
(4) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 3,0 % en peso en la Composición 4 de Tratamiento
(4) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 4,95 % en peso en la Composición 5 de Tratamiento

- 10 En la Tabla 10 se proporcionan realizaciones adicionales de ejemplos de composiciones de tratamiento inventivas adecuadas para la modificación de superficies, tabla la cual incluye además algunos auxiliares funcionales opcionales para proporcionar beneficios adicionales a las composiciones de tratamiento y métodos mejorados de

aplicación sobre superficies diana. Los ejemplos 9 y 10 son realizaciones representativas formuladas como composiciones de tratamiento de aerosol a base de propelente listas para el uso.

Tabla 10					
	Ejemplo de composiciones de tratamiento				
	6	7	8	9	10
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Composición J de procedimiento	10,0 ⁽¹⁾	10,0 ⁽²⁾	50,0 ⁽³⁾	10,0 ⁽⁴⁾	20,0 ⁽⁵⁾
Dow Corning DC 245	88,5	90,0	49,0	39,0	18,8
DYNASYLANE® OCTEO	-	-	-	1,0	-
TEGOPREN® 6814	-	-	-	-	0,2
Promotor de la adhesión ⁽⁶⁾	0,5	-	1,0	-	1,0
Disolvente parafínico ⁽⁷⁾	1,0	-	-	-	-
Propelente ⁽⁸⁾	-	-	-	50,0	60,0

(1) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 0,5 % en peso en la Composición 6 de Tratamiento

(2) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 0,5 % en peso en la Composición 7 de Tratamiento

(3) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 2,5 % en peso en la Composición 8 de Tratamiento

(4) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 0,5 % en peso en la Composición 9 de Tratamiento

(5) Que corresponde a un nivel de sílice activa de 1,0 % en peso en la Composición 10 de Tratamiento

(6) Partículas poliméricas derivadas de metaloceno Licocene Polypropylene 1302, con un MW promedio de 3000, tamaño de partículas de 100-275 nm, disponible de Clariant Corporation, Charlotte, NC.

(7) Trementinas minerales inodoras, disponibles de Ashland Corporation, Dublin, OH.

(8) Mezcla de propelentes patentada, obtenida de (ATI Corporation), capaz de producir alrededor de 50 p.s.i.g. en condiciones y temperatura estándar cuando se packaged in an aerosol container.

5 Se exploraron otras realizaciones de las composiciones de tratamiento inventivas preparadas para determinar la dependencia de las propiedades del revestimiento protector sobre variaciones de composición usando un modelo de diseño de experimentos para variar los niveles de los componentes de los ingredientes funcionales y opcionales como se muestra en la Tabla 11. Todas las composiciones de tratamiento fueron estables durante la aplicación de la pulverización, y se aplicaron usando un pulverizador PreVal.

Tabla 11												
	Ejemplo de composiciones de tratamiento ⁽¹⁾											
	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Composición W de procedimiento	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Composición X de procedimiento	-	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Composición Y de procedimiento	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Composición Z de procedimiento	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-	-
Composición Q de procedimiento	-	-	-	-	10	10	-	-	-	-	-	-
Composición L de procedimiento	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-
Composición K de procedimiento	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-
Composición M de procedimiento	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-
Composición N de procedimiento	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-
Composición PP de procedimiento	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10
Composición H de procedimiento (Comparativa)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-
DYNASYLANE® OCTEO	-	-	-	-	-	4	-	-	-	-	-	-
Dow Corning 245	90	90	90	90	90	86	90	90	90	90	85	90
(1) Todas las composiciones de tratamiento tienen un nivel de sílice activa de 0,5% en peso, excepto la composición 21 comparativa, que contiene 0,75% en peso de sílice activa.												

- 5 Se realizaron medidas de las realizaciones ejemplares según los procedimientos de ensayo descritos aquí anteriormente sobre paneles de ensayo de automoción revestidos de forma transparente negros de brillo elevado, con los datos de ensayo presentados en la Tabla 12, y sobre paneles de cromo especulares de brillo elevado. Los resultados muestran que un panel negro limpio sin tratar es más o menos higroscópico debido a la naturaleza del acabado de revestimiento transparente, y exhibe un ángulo de contacto de las gotitas de agua de alrededor de 79,6°.
- 10 La pulverización de los paneles según los métodos descritos anteriormente con las composiciones de tratamiento ejemplares 2, 7, 11-14, 17, 18 y 22 proporcionó paneles de ensayo tratados que muestran todos ellos ángulos de contacto del agua elevados, suficientes para repeler el agua. Tras la aplicación de las composiciones de tratamiento inventivas 2, 7, 17, 18 y 22 a los paneles de cromo, se encontró que las secciones tratadas de los paneles son casi idénticas en aspecto a las secciones no tratadas o de control de los paneles previamente enmascarados antes del tratamiento de pulverización para evitar el depósito de las composiciones de tratamiento inventivas. Un grupo de seis personas evaluó visualmente los paneles (que corresponden al tratamiento con las composiciones 2, 7, 17, 18 y 22) según la clasificación del aspecto del "Ensayo de Cromo", y asignó puntuaciones en secciones del panel bienmascaradas para evitar sesgos, presentándose en la Tabla 12 las puntuaciones promediadas obtenidas.
- 15 Los resultados muestran que el tratamiento según los métodos de la presente invención proporcionaron revestimientos superficiales esencialmente transparentes que no quitaron valor al brillo observado de los paneles, y que no eran fácilmente discernibles a simple vista, produciendo una ligera distorsión o, en el peor de los casos, cierta distorsión, a la vez que mantienen un aspecto global transparente y brillante.
- 20 La capacidad de los paneles negros tratados para desprender agua se midió usando el ensayo de altura de rodamiento, la altura del panel inclinado desde una posición horizontal plana en centímetros a la que las gotas de agua comienzan a moverse como se muestra en la Tabla 12. Los resultados muestran una tendencia del panel no tratado, a pesar de sus propiedades hidrófobas moderadas, a "fijar" en el sitio a la gotita de agua, requiriendo un ángulo de inclinación bastante grande (aquí, en exceso de 45°) y una Altura de Rodamiento mayor que 20 cm para que se muevan las gotitas de agua. Por el contrario, los paneles tratados exhibieron la capacidad para perlar las gotitas de agua, y permitir esencialmente que las gotitas de agua se desprendan completamente de la superficie con solamente un ligero ángulo a medida que los paneles se inclinaron hasta una altura de menos de 1 cm hasta alrededor de 1,5 cm, que correspondió a un ángulo de inclinación de menos de 10° desde la horizontal.
- 25 En la Tabla 12 también se muestra la medida del ensayo colorimétrico de los paneles tratados como las contribuciones Delta E y Delta L de los componentes que ilustran diferencias antes y después del tratamiento con las composiciones de tratamiento inventivas. Los cambios en el valor medido (A) de los paneles de control meramente reflejan la incertidumbre instrumental y repetibilidad del ensayo. Como se explica anteriormente, la medida de Delta
- 30

5 E refleja la diferencia de color total entre paneles antes y después del tratamiento, mientras que las medidas de Delta L representan mejor los cambios en la escala de color de blanco a negro, la “blancura” de los paneles, una
 10 indicación de cualquier película blanquecina atribuible a la turbidez observada en los paneles tras el tratamiento. Un mayor valor de Delta L, o valor positivo, corresponde entonces a una mayor turbidez visual observada en la superficie del panel, y por el contrario, un número más bajo o negativo de Delta L indica que una muestra es más oscura que el control no tratado. Se observa que los tratamientos inventivos afectan mínimamente al color medido, como se espera de la naturaleza muy transparente y la falta de indicación visual de la película presente en las superficies de los paneles tratadas. Las medidas de ensayos colorimétricos que emplean tanto los componentes Delta E como Delta L muestran que los tratamientos inventivos, que tienen un impacto mínimo sobre el aspecto visual, exhiben correspondientemente cambios muy pequeños en estos dos parámetros, mostrando un efecto mínimo sobre el color (energía total de reflectancia, E) y una contribución insignificante a la turbidez (componente blanco de la reflectancia, L).

Tabla 12

Composición de tratamiento	Resultados de los ensayos				
	Ángulo de contacto del agua	Aspecto del “Ensayo de Cromo” (2)	Altura de Rodamiento (cm)	Delta E del panel negro	Delta L del panel negro
2	154,8°	1,8	<1	0,85	0,55
7	153,4°	2,8	<1	1,19	0,92
12	153,5°	-	1,5 ⁽³⁾	2,68	-2,49
13	153,5°	-	2,5 ⁽³⁾	1,89	-0,55
14	151,2° ⁽³⁾	-	6	-	-
17	152,6°	3,0	<1	1,10	0,87
18	154,2°	3,8	1	0,92	0,52
22	152,4°	3,7	1,5	1,06	0,86
Control ⁽¹⁾	79,6°	1,2	>20	0,19	-0,02

(1) El control es un panel de pintura negra sin tratar de Ford

(2) Promedio de las clasificaciones del aspecto por seis personas usando como referencia el panel A de control de cromo.

(3) Promedio de dos ensayos.

(4) El control es un panel de pintura negra sin tratar de Ford.

15 La durabilidad y la capacidad de autolimpieza de las superficies tratadas usando varias realizaciones ejemplares se evaluaron usando paneles de automoción negros tratados expuestos al agua y/o a polvo de frenos, cuyos resultados se presentan en la Tabla 13.

20 En un ensayo, los paneles tratados con las composiciones de tratamiento inventivas se ensayaron en primer lugar para determinar la repulsión de la suciedad seca. En un segundo ensayo, los paneles se expusieron entonces a una pulverización continua de agua, y el tiempo en el que los paneles mostraron primero una indicación de la formación de gotitas adherentes y retención de perlas de agua sobre la superficie se anotó hasta el intervalo de 15 segundos más próximo, para determinar la durabilidad del revestimiento frente a una pulverización de agua. Como alternativa, los paneles se trataron con una pulverización de agua durante 15 segundos, y el aspecto superficial se clasificó mediante inspección visual según la escala de clasificación visual descrita aquí anteriormente para medir el especto con respecto a cualesquiera gotitas de agua adherentes. Todos los ejemplos de tratamiento proporcionaron un beneficio inicial de desprendimiento fácilmente del agua de la superficie, en comparación con un panel de control sin tratar. Es necesario enfatizar que todas las composiciones de tratamiento en la Tabla 13 no contienen un agente de durabilidad y sin embargo proporcionan una durabilidad buena a excelente del revestimiento protector. Los resultados del ensayo de Polvo de Frenos de SCL demuestran la capacidad de la superficie tratada seca para resistir la adhesión de polvo de frenos seco sin usar ningún agua o ninguna acción limpiadora. Aquí, tras la
 25 30 exposición a la suciedad del ensayo de polvo de frenos seco según los métodos descritos aquí anteriormente, fue

- 5 suficiente un único golpecito para eliminar la mayoría de, si no todo, el polvo de frenos presente en la superficie de ensayo negra tratada con las composiciones de tratamiento inventivas indicadas en la Tabla 13. Estos resultados de ensayo demuestran que una película depositada de sílice pirolizada modificada hidrófobamente, suministrada vía uso de una composición de tratamiento según la presente invención, es capaz de proporcionar beneficios protectores de la superficie tanto seca como húmeda, produciendo un artículo tratado con la película protectora depositada en él, que exhibe autolimpieza y beneficios de una mayor facilidad de limpieza.

Tabla 13			
Resultados de los ensayos			
Composición de tratamiento	Durabilidad ⁽¹⁾ Duración (s)	Clasificación del aspecto visual ⁽²⁾	Polvo de frenos de SCL ⁽³⁾
2	90	-	-2
7	60	-	-2
11	15	10	-3
12	15	8,5	-3
13	15	9	-3
14	-	-	-2
15	30	9	-3
17	45	-	-2
18	135	-	-2
19	30	-	-1
20	15	-	-1
22	60	-	-2
Control	0	0	0

(1) Tiempo (en segundos) antes de que se observen perlas de agua adherentes sobre la superficie durante la pulverización. Promedio de dos ensayos

(2) Clasificación del Aspecto Visual para la adhesión de agua usando la escala de aspecto indicada aquí anteriormente frente al panel de control

(3) Ensayo de polvo de frenos seco, clasificado en la escala de aspecto (ensayo Seco) usando la escala de aspecto indicada aquí anteriormente frente al panel de control

Resultados del ensayo de turbidez

- 10 Se tomaron medidas de las realizaciones ejemplares según los procedimientos del Ensayo de Cromo descritos aquí anteriormente en los paneles de ensayo de cromo de brillo elevado, cuyos resultados se presentan en la Tabla 14. Los paneles del ensayo de cromo tienen acabados similares a espejos, y cualquier distorsión o residuo superficial es fácilmente perceptible por el ojo, así como instrumentalmente, en los que la técnica de medida de la Turbidez parece ser la más adecuada para cuantificar cambios muy ligeros del aspecto. El peso del tratamiento registrado en la Tabla
- 15 14 refleja la cantidad de composición de tratamiento aplicada, obtenida pesando el bote de aerosol que contiene el tratamiento respectivo antes y después de la dispensación controlada sobre el panel de ensayo. Las composiciones tuvieron un nivel comparable del ingrediente activo de sílice, de manera que fuese comparable la cantidad de materiales de sílice depositados. La aplicación del ejemplo 21 comparativo produjo un revestimiento visualmente turbio y no uniforme en el panel de ensayo de cromo que no fue aceptable, y tuvo un valor de Unidad de Turbidez Delta muy grande de 288. En comparación, las composiciones de tratamiento inventivas, Ejemplos 16, 20 y 22,
- 20 cuando se aplicaron dieron como resultado revestimientos transparentes y apenas perceptibles sobre la superficie de cromo, todos ellos con valores de la Unidad de Turbidez Delta muy bajos. El ejemplo 16 produjo un revestimiento invisible que no se pudo discernir por el ojo, aunque exhibió el intervalo completo de beneficios de comportamiento

protector demostrado por el uso de la presente invención. Una variedad de ensayos sobre el cromo pulido reveló que se pudieron obtener revestimientos de superficie transparentes preferidos a partir de composiciones de tratamiento inventivas que proporcionan un valor medido de Unidad de Turbidez Delta igual o menor que alrededor de 250, según se determina mediante el siguiente procedimiento de Ensayo de Cromo como se describe aquí anteriormente.

5

Tabla 14				
Composición de tratamiento	Medida de la turbidez ⁽¹⁾			Tamaño mediano de partículas de la composición de procedimiento base (nanómetros)
	Turbidez Delta ⁽²⁾	Desviación Estándar	Peso del tratamiento ⁽³⁾	
21	288,4	13,8	1,25	41.265
20	78,4	15,6	1,16	3.771
22	28,2	4,19	1,16	2.851
16	9,1	6,1	1,27	174

(1) Siguiendo la metodología descrita aquí anteriormente.

(2) Para lecturas de exactitud mejoradas tomadas antes y después del tratamiento en cada panel de ensayo. Para comparación, los valores de Turbidez iniciales de un panel cromado sin tratar fue alrededor de 100 unidades.

(3) Peso de la composición de aerosol aplicada (gramos).

De este modo, mediante las composiciones de tratamiento inventivas se demuestran Unidades de Turbidez Delta sorprendentemente bajas, por debajo de alrededor de 250, antes y después del tratamiento, incluso sobre cromo muy pulido, que corresponde a un tratamiento protector de superficie que es transparente y casi invisible al ojo, y que aún mantiene los beneficios protectores de la superficie deseables en una película protectora que todavía retiene eficacia resistiendo y repeliendo la suciedad, el agua y las manchas, pero que se puede eliminar fácilmente de las superficies tratadas. La disminución señalada en la turbidez observable corresponde al tamaño reducido de partículas, sugiriendo que valores de Turbidez Delta por debajo de 25, que es esencialmente invisible, son posibles cuando el tamaño mediano de partículas se reduce hasta por debajo de 1000 nanómetros. Además, usando medidas colorimétricas, valores muy bajos de Delta E por debajo de alrededor de 3,0, según se miden en paneles de ensayo metálicos negros brillantes, demuestran la capacidad de los métodos inventivos y de las composiciones de tratamiento para exhibir una capacidad autolimpiadora y la habilidad para mantener el aspecto visual próximo al de la superficie tratada antes del ensuciamiento y de la aplicación de los tratamientos inventivos, proporcionando así un medio para proteger superficies de forma casi invisible aplicable a una amplia variedad de superficies, incluyendo superficies brillantes y reflectantes.

10

15

20

Tratamiento de paneles de madera

Se ensayó la capacidad de una realización ejemplar de la composición de tratamiento inventiva en una forma de aerosol conveniente (usando el ejemplo 23 más abajo) para proporcionar propiedades de rodamiento del agua a un panel de madera barnizado comercialmente disponible.

25

Composición de tratamiento del ejemplo 23

Ingrediente	% en peso
Composición I de procedimiento	5,0
DYNASILAN® OCTEO	2,0
DC 245	43,0
Propelente ATI	50,0

El sustrato de madera acabado tenía una sección de suelo de madera machihembrado de 3" x 6" adquirido de Home Depot, con un revestimiento aplicado de factoría de un acabado de poliuretano OEM, que siendo de naturaleza

hidrófoba proporciona a la madera una elevada resistencia al agua. La mitad de la superficie de la muestra se trató pulverizando con la composición de tratamiento de aerosol desde una distancia de 6", descansando horizontalmente la muestra, enmascarándose la segunda mitad para prevenir la sobrepulverización. La muestra se dejó entonces secar toda la noche en condiciones ambientales.

- 5 Se ensayó el comportamiento de rodamiento de varias gotas de agua colocadas sobre la superficie en una posición horizontal, comparando las regiones tratadas y no tratadas de las superficies. Se observó el comportamiento superficial de las múltiples gotitas de agua sobre la superficie, y se encontró que proporcionan una clasificación del ensayo de rodamiento de 2 en el lado tratado, y una clasificación de 6 en el lado no tratado. La comparación visual de las áreas tratadas y no tratadas proporcionó una clasificación del aspecto de uniformidad de 2 para el lado tratado con las composiciones de tratamiento inventivas, que proporcionaron un revestimiento protector nítido y transparente en la superficie de madera acabada.

- 10 En una demostración de la facilidad de eliminación del tratamiento, la superficie tratada se frotó tres veces con una toallita de papel seca. Este frotamiento seco fue eficaz eliminando las composiciones de tratamiento inventivas, como se evidencia mediante un ensayo de rodamiento repetido llevado a cabo después que proporcionó clasificaciones equivalentes de 6, respectivamente tanto en el lado previamente tratado, aunque limpio, como el lado de control no tratado original del panel de madera.

De este modo, se demuestra la utilidad de las composiciones de tratamiento inventivas para proporcionar protección de superficies de la casa decorativas barnizadas contra salpicaduras accidentales de agua. Además, también se demuestra aquí la eliminación fácil del tratamiento sin medios químicos especiales.

20 Tratamiento de superficies plásticas

- Entonces se ensayó la capacidad de la composición de tratamiento inventiva ejemplificada anteriormente para proporcionar propiedades de rodamiento del agua a plásticos comercialmente disponibles. Materiales de láminas de plástico, obtenidos de McMaster - Carr, se cortaron en secciones de 4" x 4". Se investigaron dos tipos de materiales: un plástico "acrílico" negro, y un plástico gris de "PVC" (policloruro de vinilo). Cada tratamiento de ensayo se llevó a cabo sobre al menos muestras duplicadas.

Los paneles de plástico se cortaron y se limpiaron brevemente frotando con una toallita de papel humedecida con isopropanol (IPA). Después de secar completamente, los paneles se trataron con la formulación de aerosol pulverizada desde una distancia de 6" durante 3 segundos, con los paneles en una posición horizontal. Entonces se dejó que los paneles se secasen toda la noche, antes del ensayo.

- 30 Se ensayó el comportamiento de varias gotas de agua colocadas en la superficie en una posición horizontal, comparando superficies tratadas y no tratadas como control. El comportamiento superficial de varias gotitas de agua en las superficies tratadas del plástico acrílico negro logró una clasificación del ensayo de rodamiento de 2, mientras que el control acrílico no tratado exhibió una clasificación de 6, incluso aunque el agua no "mojó" la superficie del plástico hidrófobo no tratado. El comportamiento superficial de varias gotitas de agua en las superficies tratadas del plástico gris de PVC también logró una clasificación del ensayo de rodamiento de 2, mientras que el control de PVC sin tratar exhibió una clasificación de 6. Las clasificaciones del aspecto de uniformidad de tanto el panel de ensayo acrílico tratado como el panel de PVC tratado dieron ambos una clasificación de 2 en comparación con sus controles respectivos, proporcionando así un revestimiento protector transparente e invisible en las superficies plásticas.

- 35 Para evaluar la facilidad de eliminación del tratamiento inventivo de estos tratamientos de plásticos, los paneles tratados se frotaron tres veces con una toalla de papel seca, y se volvieron a ensayar en cuanto a sus propiedades de rodamiento del agua. Al igual que con el panel de madera, el comportamiento volvió al observado en los paneles no tratados originales. Esto demuestra adicionalmente la utilidad de las composiciones de tratamiento inventivas a la hora de proporcionar una protección no duradera a superficies y materiales plásticos. Además, también se demostró en estos materiales la facilidad de eliminación del tratamiento sin medios químicos especiales.

45 Modificación de la superficie de textiles

También se evaluaron realizaciones ejemplares de la presente invención en busca de su capacidad para impartir propiedades de rodamiento del agua a textiles porosos tejidos usados típicamente en la fabricación de ropa.

- 50 En este ejemplo, el ensayo empleó retazos de aproximadamente 3" x 5" de tejido de algodón 100% blanco (sin teñir y no abrigantado), tejido tricotado de nailon 6.6 100% blanco, tejido de algodón-poliéster 50-50 (%) blanco, tejido termoestabilizado tricotado doble texturizado de poliéster Dacron 56 100% de color azul marino teñido con Disperse Blue 167, Style No. TIC-720H, tejido tricotado de nailon 6.6 texturizado de 100% nailon de color azul oscuro teñido con Acid Blue 113, Style No. TIC-314, todos obtenidos de Textile Innovators Co., Windsor NC.

- 55 Los retales se colgaron verticalmente, y entonces se trataron con la misma composición de tratamiento de aerosol inventiva como se usó anteriormente para tratar sustratos plásticos. El tratamiento se logró pulverizando los tejidos a una distancia de 6 pulgadas durante alrededor de 3 segundos cada vez, después de lo cual se dejó que los retales

se secasen toda la noche en condiciones ambientales. Se trataron tres retales de cada tipo, y se promediaron los resultados obtenidos a partir de cada réplica.

La capacidad del tratamiento inventivo para producir el rodamiento del agua desde los retales se evaluó como sigue. Los retales se colocaron sobre una superficie plana dura que se inclinó desde la horizontal en alrededor de 20°. Usando una pipeta, se dejaron caer sobre el retal desde una altura de 6 pulgadas 6 gotas de agua desionizada (aproximadamente 200 microlitros cada una). De esta manera, se compara el efecto de la cantidad de movimiento de las gotas que caen sobre su capacidad para humedecer y penetrar los retales. La colocación simple de las gotas de agua sobre retales de tejido puede producir algunas veces falsos positivos, por cuanto las gotitas de agua tienden a permanecer en la superficie durante un período de tiempo variable y no reproducible antes de entrar finalmente por capilaridad en el tejido, o a través de él. De este modo, se encontró que con cierta cantidad de movimiento, la fuerza de la gota de agua que impacta en la superficie del tejido da como resultado que el tejido exhiba su efecto mecha máximo y/o su naturaleza resistente al agua de forma más reproducible para los fines de comparaciones del ensayo.

Se ensayaron tejidos con y sin el tratamiento inventivo mediante el método anterior, y se asignó una Puntuación de Repulsión observando visualmente y contando el número de gotitas de agua repetitivas que impactan sobre el mismo punto del tejido requerido para producir la humectación del tejido en ese punto. La Puntuación de Repulsión es el número promedio de gotas de agua de 18 (6 gotas, tres réplicas de cada retal) que rodaron del tejido sin pegarse o difundirse por capilaridad en el tejido. De este modo, los tratamientos con mayores puntuaciones representan la capacidad del tejido para resistir la humectación por el agua y repeler gotitas de agua. En la Tabla 15 se presentan los resultados del ensayo de los tejidos.

Tabla 15		
Tipo de tejido (blanco)	Puntuación de repulsión ⁽²⁾	
	Sin tratamiento	Tratamiento inventivo
100% algodón	0	1
100% nailon	0	18 ⁽¹⁾
Mezcla de algodón y poliéster	0	18 ⁽¹⁾
(1) No se observó humectación tras 18 gotas consecutivas. El ensayo se detuvo.		
(2) Ensayadas tres réplicas.		

Los resultados muestran que las composiciones de tratamiento inventivas son más eficaces sobre materiales textiles porosos que tienen al menos algunas fibras sintéticas presentes, ya que el comportamiento sobre el algodón 100% (un biopolímero natural, bastante hidrófilo) fue marginal en el mejor de los casos a la hora de repeler el agua tras el tratamiento.

Los tejidos blancos se usaron para cribar cualesquiera efectos negativos de los tratamientos inventivos en el amarillamiento o manchado de los tejidos. No se observó amarillamiento o manchado de los tejidos blancos. Los tejidos de color azul oscuro se usaron para observar si el uso de los tratamientos inventivos dio como resultado cualquier aparición de apagado, decoloración o coloración cenicienta visual de los tejidos. No se observaron efectos de apagado, decoloración o coloración cenicienta tras la aplicación a los tejidos oscuros. Sin embargo, se observó que el uso de los tratamientos inventivos sobre tejidos oscuros los hace muy ligeramente más oscuros de aspecto cuando se observan lado a lado con un retal de ensayo de tejido sin tratar. Las medidas colorimétricas revelaron que el uso de los tratamientos inventivos produjo un valor de Delta L muy por debajo de 3 unidades, y con los tejidos oscuros se observó un valor pequeño negativo de Delta L, que corresponde al aspecto muy ligeramente más oscuro observado por el ojo. Este efecto, aunque ligero, se percibe generalmente de forma beneficiosa como una mejora del color en tejidos oscuros, puesto que el apagado debido a desgaste, abrasión, lavado, daño de las fibras de la superficie y pérdida subsiguiente del tinte, produce de otro modo cambios en L, que dan como resultado cambios positivos más grandes de Delta L, generalmente observables por el ojo cuando los valores positivos de Delta L exceden un valor de más de 5, atribuyéndose generalmente el efecto al "apagado" global. De este modo, las composiciones de tratamiento inventivas tienden a exhibir un ligero beneficio antiapagado sobre tejidos más oscuros, y son esencialmente invisibles sobre tejidos blancos y de colores más claros cuando se aplican según los métodos de aplicación descritos aquí.

Tabla 16			
Tipo de tejido (teñido)	Medida colorimétrica ⁽¹⁾		
	Delta L ⁽²⁾	Delta a	Delta b
100% nailon (azul)	-1,01	1,22	-0,60
100% poliéster (azul marino)	-0,49	0,61	-0,96

(1) Las medidas se tomaron con un soporte totalmente blanco, seleccionado mediante filtro de UV

(2) Valores colorimétricos Lab calculados a partir de valores antes y después del tratamiento del mismo retal de ensayo

5 Estos últimos pocos ejemplos demuestran adicionalmente la utilidad de las composiciones de tratamiento inventivas para ser usadas para tratar una amplia variedad de tanto materiales duros no porosos, tales como plásticos, madera, paneles pintados metálicos, cromo, y similares, así como también materiales porosos tales como textiles, y proporcionan revestimientos protectores transparentes que repelen fácilmente el agua y la suciedad de las superficies de los materiales tratados, sustratos y artículos tratados según los métodos descritos aquí.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir una composición de procedimiento, que comprende:

(a) proporcionar una predispersión de partículas de sílice que comprende partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente agitando dichas partículas de sílice en una disolución que comprende un primer disolvente volátil o mezcla de disolventes seleccionado de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, cetonas o aldehídos con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, en el que la concentración de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente en la predispersión da como resultado de 10 por ciento a 30 por ciento en peso, preferiblemente de 15 por ciento a 25 por ciento en peso, del peso total de la predispersión; y

(b) mezclar con un dispersante dicha predispersión para proporcionar una composición de procedimiento a la vez que se reducen dichas partículas de sílice hasta un tamaño mediano de partículas en el intervalo entre 100 y 4000 nm, preferiblemente entre 100 y 3000 nm, y más preferiblemente entre 100 y 1000 nm.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicha disolución comprende además al menos un compuesto de fórmula general (I) o (II)



en las que R^1 , R^2 , y R^3 son iguales o diferentes, y se seleccionan independientemente de hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, o grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8, y

en la que la concentración de los compuestos de fórmula (I) y/o (II) está entre 0,1 y 10 por ciento en peso, preferiblemente entre 0,1 y 5 por ciento en peso, del peso total de la predispersión.

3. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que dicha disolución comprende además al menos un agente de durabilidad seleccionado de alcoxisilanos de la fórmula general (III)



en la que R^5 es un grupo de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 16 átomos de carbono, opcionalmente sustituido con átomos de flúor, grupos hidroxilo, amino, mercapto, o epoxi, R^6 es una cadena de alquilo de 1 a 2 átomos de carbono, y a es 1 o 2;

o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos modificados con alquilo de fórmula general (IV) o (V)



en la que R^7 es un grupo de cadena de alquilo de 6 a 24 átomos de carbono, n es de 1 a 100, o es de 1 a 40, p de 0 a 7, y q es de 1 a 7, con la condición de que la suma (p + q) sea al menos 3;

la concentración de los agentes de durabilidad (III) y/o (IV) y/o (V) está entre 0,1 y 10 por ciento en peso, del peso total de la predispersión.

4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones, que comprende además diluir la composición de procedimiento con un segundo disolvente volátil o mezcla de disolventes seleccionado de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor o cloro, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, cetonas o aldehídos con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, hasta una concentración final de las partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente de un mínimo de 5% en peso total de la composición de procedimiento.

5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, en el que, en las fórmulas (I) y (II), R^4 es hidrógeno, R^1 y R^2 son metilo, y R^3 es hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, o grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8.

6. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que, en las fórmulas (I) y (II), R^1 y R^2 son metilo, y R^3 es independientemente hidrógeno o metilo, y preferiblemente es metilo.

7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el primer disolvente volátil o mezcla de disolventes se selecciona de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi.

5 8. El procedimiento de la reivindicación 7, en el que el primer disolvente volátil o mezcla de disolventes comprende un polidimetilsiloxano lineal con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, o un polidimetilsiloxano cíclico con 3 a 6 unidades dimetilsiloxi, preferiblemente decametilciclopentasiloxano.

9. Una composición de procedimiento, que comprende:

10 5 a 30% en peso de partículas de sílice pirolizada modificada hidrófobamente con un tamaño mediano de partículas en el intervalo entre 100 y 4000 nm, preferiblemente entre 100 y 3000 nm, y más preferiblemente entre 100 y 1000 nm; y

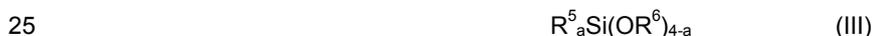
15 50 a 95% en peso de un disolvente volátil o mezcla de disolventes seleccionado de hidrocarburos lineales o ramificados, alifáticos lineales o cíclicos, o aromáticos, con 2 a 14 átomos de carbono, alcoholes monovalentes lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, cetonas o aldehídos con 1 a 6 átomos de carbono, éteres o ésteres con 2 a 8 átomos de carbono, o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi.

10. La composición de procedimiento de la reivindicación 9, que comprende además 0,01 a 10% en peso de un compuesto de fórmulas generales (I) o (II)



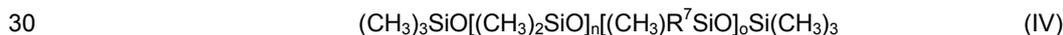
20 en las que R^1 , R^2 , y R^3 son iguales o diferentes, y se seleccionan independientemente de hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, o grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8.

11. La composición de procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 9 o 10, que comprende además 0,01 y 10% en peso de un agente de durabilidad seleccionado de alcoxisilanos de fórmula general (III)



en la que R^5 es un grupo de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 16 átomos de carbono, opcionalmente sustituido con átomos de flúor, grupos hidroxilo, amino, mercapto, o epoxi, R^6 es una cadena de alquilo de 1 a 2 átomos de carbono, y a es 1 o 2;

o polidimetilsiloxanos lineales o cíclicos modificados con alquilo de fórmula general (IV) o (V)



en la que R^7 es un grupo de cadena de alquilo de 6 a 24 átomos de carbono, n es de 1 a 100, o es de 1 a 40, p de 0 a 7, q es de 1 a 7, con la condición de que la suma (p + q) sea al menos 3.

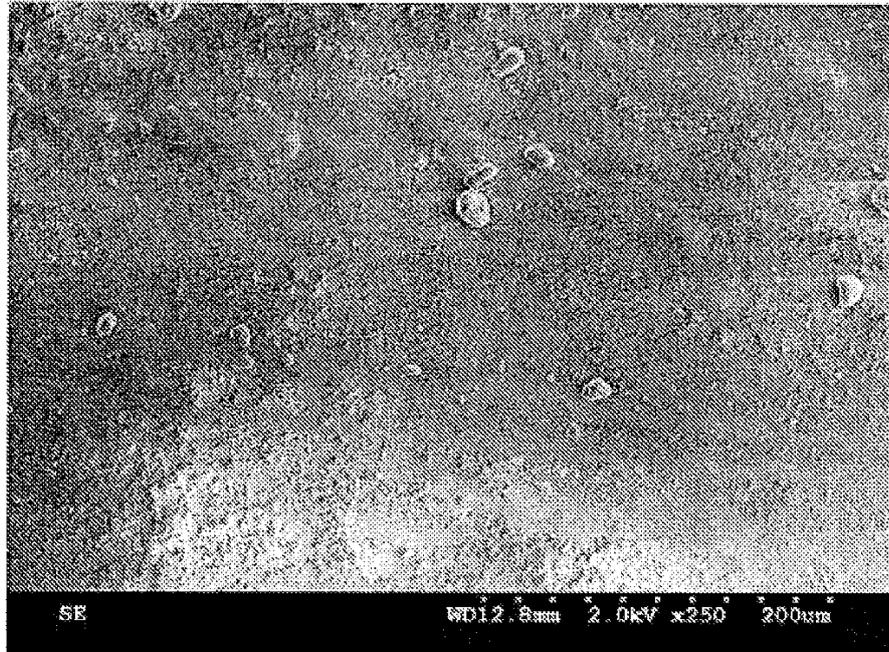
35 12. La composición de procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en la que, en las fórmulas (I) y (II), R^4 es hidrógeno, R^1 y R^2 son metilo, y R^3 es hidrógeno, grupos de cadena de alquilo lineal o ramificada, saturada o insaturada, de 1 a 8 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, grupos aromáticos de 6 a 12 átomos de carbono, opcionalmente sustituidos con átomos de flúor, R^4 es hidrógeno o un grupo metilo, y m es de 3 a 8.

40 13. La composición de procedimiento de la reivindicación 12, en la que, en las fórmulas (I) y (II), R^1 y R^2 son metilo, y R^3 es independientemente hidrógeno o metilo, y preferiblemente es metilo.

14. La composición de procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 9 a 13, en la que el primer disolvente volátil o mezcla de disolventes comprende un polidimetilsiloxano lineal con 2 a 10 unidades dimetilsiloxi, o un polidimetilsiloxano cíclico con 3 a 6 unidades dimetilsiloxi, preferiblemente decametilciclopentasiloxano.

45 15. El uso de una composición de procedimiento preparada mediante el procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, para formar un revestimiento protector despegable y renovable sobre una superficie receptora, que proporciona repulsión del agua y de la suciedad, siendo dicho revestimiento despegable sustancialmente transparente, y dando como resultado un cambio de color a dicha superficie receptora de menos de 3,0 unidades Delta E medido antes y después de depositar dicho revestimiento.

Figura 1



5

Figura 2

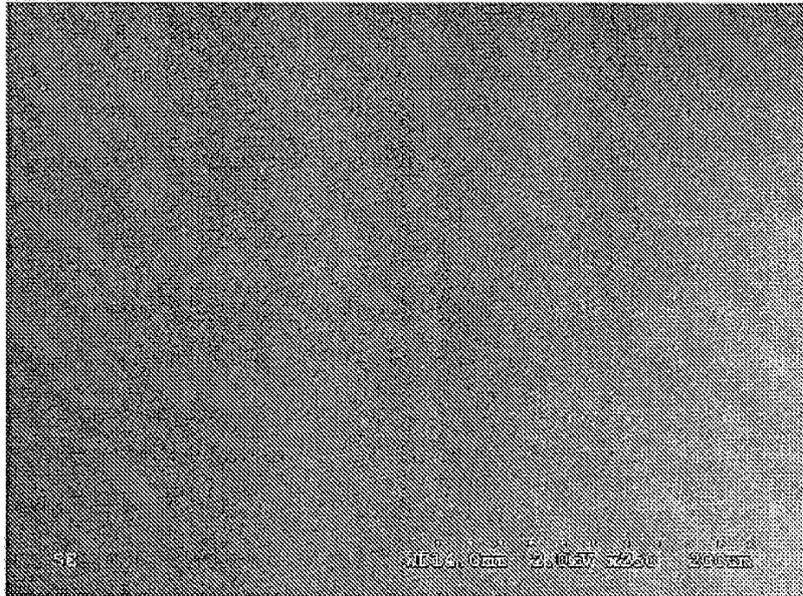
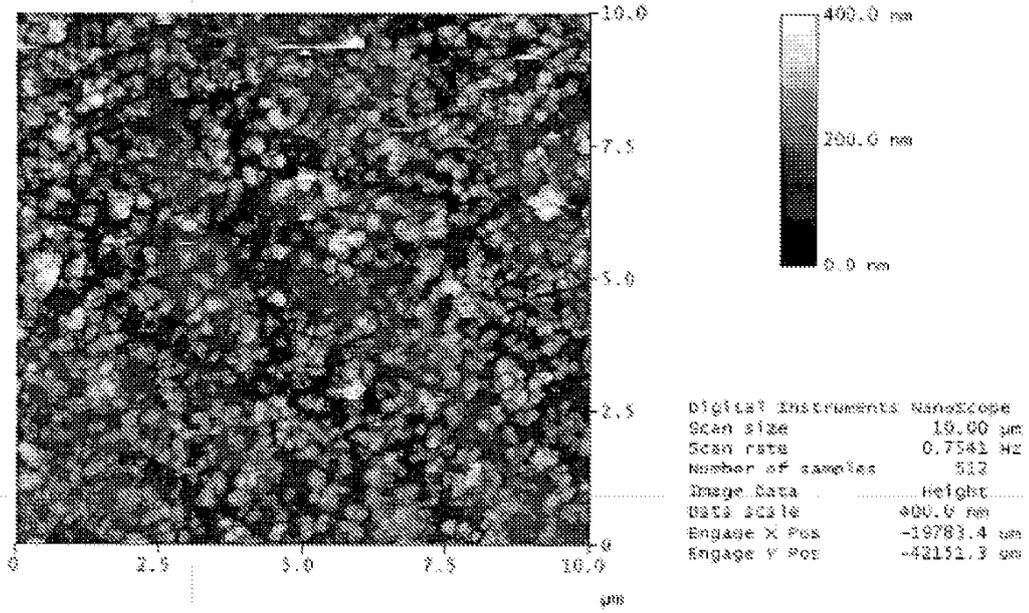
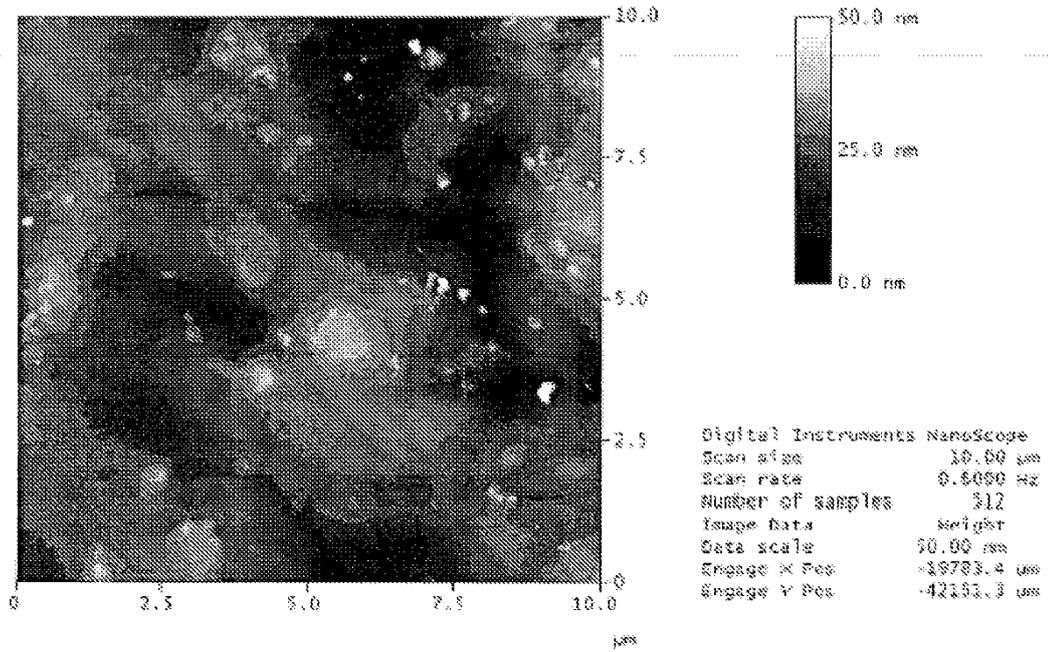


Figura 3



5

Figura 4



5

Figura 5

