

180243

180243



CERTIFICADO
DE
ADICIÓN

180243

por "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 174.275" (Procedimiento para la obtención de aglutinantes para la unión de materiales, especialmente metales), a favor de la firma suiza CIBA Société Anonyme, domiciliada en Basilea (Suiza).-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la patente principal No. 174.275, ha sido propuesto conglutinar materiales, especialmente metales, de modo que una mezcla fusible y endurecible, que contiene como componentes esenciales un derivado del óxido de etileno, que presenta por lo menos dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, y un agente de endurecimiento, es llevada a fusión por calentamiento y sometida entre las superficies a conglutinar al endurecimiento en caliente.

5.

10.

Por medio del procedimiento del Certificado de Adición No. 178.973, a la citada patente principal No. 174.275, según el cual una mezcla endurecible, extensible a temperatura ordinaria, a base de un derivado resinoso del óxido de etileno y de un agente de endurecimiento, es llevada a temperatura ordinaria entre las superficies frías a conglutinar, y some-



180243

tida luego al endurecimiento en caliente, se ha logrado evitar el inconveniente de que el aglutinante, antes de la conglutinación propiamente dicha, tiene que ser transformado por calentamiento en una fusión de gran fluidez o, respectivamente, que la superficie a conglutinar debe ser calentada, antes de la aplicación del aglutinante.

En ambos procedimientos el endurecimiento ha de tener lugar mediante aplicación de calor, por lo cual debido a razones técnicas, queda excluida la conglutinación de materiales particularmente sensibles al calor, y puesta en duda la de objetos que presentan dimensiones muy grandes, los cuales no pueden ser alojados en un horno de tamaño normal, o de objetos estacionados al aire libre.

Ahora bien, el objeto del presente invento es un perfeccionamiento de los procedimientos de la Patente principal y del Certificado de Adición, caracterizado porque una mezcla, extensible y endurecible a temperatura ordinaria, que contiene como componentes esenciales un derivado resinoso del óxido de etileno que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido, es llevada a temperatura ordinaria entre las superficies frías a conglutinar, efectuándose, seguidamente, el endurecimiento a temperatura interior.

180243



- 3 -

Mezclas, untables y endurecibles a temperatura ordinaria, que pueden ser empleadas según el invento, pueden ser obtenidas con ventaja disolviendo los derivados resinosos del óxido de etileno en los disolventes no volátiles y adicionando a las soluciones resinosas que se van originando los agentes de endurecimiento líquidos, miscibles con éstas de modo homogéneo. De tener lugar la disolución de la resina al calor, la solución debe ser enfriada bien antes de la adición del agente de endurecimiento. El método operatorio descrito se ha mostrado muy útil. Pero es enteramente posible efectuar menores o mayores modificaciones en el mismo, o proceder con arreglo a similares procedimientos, familiares a los entendidos en la materia. Se ha de tener en cuenta que la mezcla de resina, disolvente no volátil y agente de endurecimiento líquido, en el momento de su aplicación debe tener una consistencia adecuada para poder llenar las más pequeñas desigualdades de los materiales a conglutinar. Las mezclas de una viscosidad excesivamente espesa, por regla general, dan resistencias más reducidas a la cortadura de los materiales conglutinados. Según la condición de sus componentes puede ser ventajoso enfriar las mezclas para su elaboración en días calurosos, o respectivamente, calentarlas en días fríos. Estos métodos de preparación y las medidas especiales, en tanto que sirvan para satisfacer las exigencias reseñadas,



quedan comprendidos dentro del alcance del presente invento.

Como derivados resinosos del óxido de etileno de fenoles que resultan utilizables para el procedimiento según la invención, entran en consideración los productos aun extensibles o sólidos, indicados en la Patente principal, o respectivamente, en el Certificado de Adición, mencionados al principio, entre los cuales, por otra parte, la resina de dimetilmetano da los mejores resultados, mientras que otras resinas resultan menos buenas, si bien son todavía suficientes para algunas finalidades. Pueden ser empleados, asimismo, derivados del óxido de etileno que hayan sido previamente polimerizados de modo más amplio, vg., por tratamiento térmico con cualquiera de los agentes de endurecimiento, por ejemplo, incluso los sólidos, en presencia del disolvente no volátil, no habiendo perdido por completo su consistencia extensible a temperatura interior. Pueden ser usadas, igualmente, mezclas de distintos tipos de resinas de óxido de etileno. Así resulta posible obtener, vg., mezclas de viscosidad útil, por adición de tipos ricos en óxido de etileno, de suyo untuosos, a tipos más duros.

Como agentes de endurecimiento líquidos se prestan todas las combinaciones que son líquidas a temperatura interior, y que bajo las condiciones del procedimiento, siendo es decir, a temperatura interior y en presencia del disolvente no volátil,



1947

80243

de la resina de óxido de etileno destinada para ser aplicada. Dentro de estas proporciones cuantitativas, por lo general, las cantidades mayores van fraguando más rápidamente que las pequeñas, si bien reducen el tiempo de estabilidad de los
5 aglutinantes. Cantidades que excedan esencialmente un 20 por ciento, prácticamente ya no endurecen. El técnico puede preparar a voluntad, por medio de una conveniente elección de las proporciones cuantitativas, mezclas que respecto a duración de endurecimiento y tiempo de estabilidad correspondan en
10 cada caso a las respectivas exigencias prácticas.

Como disolventes no volátiles en el sentido de la presente invención entran en consideración materias líquidas a temperatura interior, que sean aptas para mantener en disolución a temperatura interior las resinas de óxido de etileno,
15 y que no reaccionen con los agentes de endurecimiento líquidos, según el invento, de tal modo que se pierda el efecto endurecible de los mismos. Se han mostrado útiles, ante todo, ésteres líquidos de ácidos polibásicos, como ácido ftálico, ácido adípico, ácido metiladípico, ácido fosfórico, o similares,
20 vg., el ftalato de dibutilo, el disolvente que está en el mercado bajo la denominación protegida de "Sipalín MOM", el fosfato de tricresilo, etc. También se prestan, asimismo, derivados líquidos del ácido toluolsulfónico como, vg., el disolvente, o respectivamente, emoliente obtenible en el



80243

- 7 -

mercado bajo el nombre protegido de "Plastomoll P". Es evidente que entre las materias conocidas y las que aun llegarán a ser conocidas, existe una serie que satisface las condiciones mencionadas, prestándose más o menos bien para las finalidades previstas. El técnico logrará sin grandes dificultades dar con la elección óptima para el caso concreto. Al efecto se debe tener cuidado de que quede asegurado un endurecimiento homogéneo a temperatura interior, es decir que no debe presentarse ninguna separación entre la resina endurecida y el disolvente no volátil (ninguna "exudación"). Enturbiamientos más o menos marcados que se van presentando durante el fraguado no resultan nocivos. Es posible asimismo y queda dentro del alcance de la presente invención, el empleo simultáneo de disolventes o diluentes volátiles, transitoriamente, con el fin de aumentar la extensibilidad, los cuales, no obstante, tienen que ser eliminados por evaporación antes del endurecimiento. Se debe tener presente, además, que la elección y la cantidad del disolvente no volátil influyen a la vez en la extensibilidad y el tiempo de estabilidad del aglutinante.

Las mezclas untables, o sea los aglutinantes terminados, pueden ser aplicadas según su composición dentro de 1/2 a 4 horas mediante espátula, pincel, por medio de un rodillo u otros medios convenientes, sobre las superficies a conglu-

180243



- 8 -

5 tinar, y endurecidas, seguidamente, a temperatura interior entre las superficies de conglutinación. De tener lugar la elaboración a temperaturas bajas, ha de llevarse la mezcla, eventualmente antes de su aplicación, a temperatura interior, o aplicarse sobre las superficies previamente calentadas de manera correspondiente. Igualmente puede presentarse la necesidad, cuando se trabaja en días muy calurosos, de enfriar la mezcla, o respectivamente, las superficies de conglutinación, primero a temperatura interior.

10 A temperatura interior empieza a producirse el endurecimiento después de unas cuantas horas, de modo que se pueden soltar los engastillados primitivos. Al cabo de 24 horas se alcanzan valores de resistencia a la cortadura de más o menos 1 kg/mm^2 que, con frecuencia, aun aumentan algo durante el

15 endurecimiento ulterior. Por regla general dura más tiempo con temperaturas bajas que con mas altas. La duración del endurecimiento, por lo demás, varía también según la elección de los componentes de los aglutinantes y de los materiales a conglutinar. La aplicación de presión en el endurecimiento

20 no hace falta, si bien ha de quedar incluida en el alcance de la presente invención. Los valores óptimos de resistencia a la cortadura son alcanzados con aluminio e hierro. Otros materiales dan valores menos buenos.

180243



- 9 -

Los materiales a conglutinar según el presente procedimiento han de ser preparados con cuidado. Es particularmente recomendable, hacerlos rugosos, vg. mediante papel esmeril, soplador de chorro de arena, rascadores, o similares.

5 También se los puede someter al mordido u otros tratamientos de superficie adecuados. En la conglutinación de metales puede ofrecer ventajas, oxidar, fosfatar, o proveer previamente las superficies metálicas a conglutinar, de cualquier modo, de una capa formada naturalmente o aplicada. La superficie metálica puede recibir, por ejemplo, un revestimiento

10 de laca, endurecido en caliente, siendo sometida luego, directamente, o después de la rascadura, al procedimiento según el invento. Todas estas medidas, como es natural, sólo están justificadas cuando la capa formada queda firmemente adherida

15 al metal, como vg. con aluminio e hierro. Aquí se puede lograr resistencias a la cortadura que quedan por encima de las que presenta el material no tratado.

Dentro de las condiciones del procedimiento según el invento caben diversas variantes con respecto a elección y

20 proporciones cuantitativas de las resinas de óxido de etileno, de los agentes de endurecimiento líquidos y de los disolventes no volátiles, así como respecto del método de preparación y elaboración, cuyo aprovechamiento no ofrece dificultades particulares al técnico, quedando por consiguiente comprendi-



180243

- 10 -

das dentro del alcance del presente invento.

Procedimientos para conglutinar materiales a temperatura ambiente ya son conocidos. Al efecto se emplean soluciones de aglutinantes que conservan su estado termoplastico, de los
5 cuales debe eliminarse mediante evaporación el disolvente, por lo menos, en su mayor parte, antes de efectuar la conglutinación propiamente dicha.

Contrariamente a estos aglutinantes conocidos, los aglutinantes según el invento pueden perder su solubilidad y fusi-
10 bilidad cuando se dejan en reposo.

- - -

Los Ejemplos siguientes definirán mas detenidamente el invento, sin limitarlo. Para el método operatorio que se sigue, así como para la determinación de las resistencias a la cortadura, se aplicarán, al efecto, conforme a su sentido, las indicaciones de la Patente principal o, respectiva-
15 mente, del Certificado de Adición, mencionados al principio. En tanto que no se indique otra cosa, las conglutinaciones han sido efectuadas con chapas de aluminio de 13 cm de largo, 2,5 cm de ancho, y 0,1 cm de grueso. La solapa importó
20 1.0 - 1.3 cm.

180243



- 11 -

180243

EJEMPLO 1.

En una mezcla que contiene sobre 1,1 mol de dioxidifenil-
propano alrededor de 2 moles de di-clorhidrina de glicerina
y más o menos 7,5 moles de agua, se introducen a 80-90°C.
5 bajo agitación y enfriamiento de reflujo, dentro de una hora,
4.3 moles de sosa cáustica en forma de una solución al 30
por ciento, condensando ulteriormente a 90-92°C., hasta que
una prueba de la resina, lavada a neutralidad, acusa en frío
una dureza quebradiza; lo cual ocurre después de aproximada-
10 mente una hora. La resina, libertada por lavado de álcali y
sal, es librada del agua por calentamiento a 170°C.

EJEMPLO 2.

60 partes en peso de la resina de óxido de etileno,
preparada según el Ejemplo 1, son disueltas en 40 partes en
15 peso de ftalato de dibutilo, por calentamiento.
a. 10 partes en peso de esta solución, son mezcladas de
un modo homogéneo con 0,4 partes en volumen de trietilen-
tetramina. La mezcla habrá de quedar gastada en el tra-
bajo, a temperatura interior, dentro de aproximadamente
20 2-1/2 horas, puesto que de lo contrario pierde su exten-
sibilidad. La solución puede ser aplicada bien mediante
el pincel. Al cabo de 24 horas son alcanzadas resistencias

180243



- 12 -

a la cortadura de más o menos 0.93 kg/mm^2 .

b. A 10 partes en peso de la solución de resina de óxido de etileno son adicionadas 0.8 partes en volumen de trietilentetramina. La posibilidad de su empleo dura aun aproximadamente dos horas. Conglutinaciones efectuadas con la misma alcanzan al cabo de 24 horas resistencias a la cortadura de alrededor de 1.1 kg/mm^2 .

EJEMPLO 3.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 1, son disueltas por calentamiento en 4 partes en peso de fosfato de tricresilo. Después del entriamiento se agregan 0.4 partes en peso de etilendiamina, llevando el aglutinante obtenido dentro de aproximadamente $3/4$ de hora entre las chapas de aluminio a conglutinar. Se pueden lograr resistencias a la cortadura de aproximadamente 1 kg/mm^2 .

EJEMPLO 4.

10 partes en peso de la resina obtenida según el Ejemplo 1, son disueltas por calentamiento en 4 partes en peso de ftalato de dibutilo. Después del enfriamiento se disuelve en esta solución, por agitación íntima, 1 parte en peso de hexametilendiamina, conglutinando chapas de aluminio con la misma. Se pueden alcanzar resistencias a la cortadura de más o menos 1 kg/mm^2 .

180243



EJEMPLO 5.

En una mezcla que contiene sobre 1.3 moles de dioxidi-
fenilpropano 2 moles de diclorhidrina y 10 moles de agua,
se incorporan a 60°C., bajo agitación y enfriamiento de re-
5 flujo, dentro de 3/4 de hora, 4.4 moles de sosa cáustica en
forma de una solución al 30 por ciento. Se condensa posterior-
mente 5-10 minutos. La resina muy tenaz que se va originando,
es libertada inmediatamente de sal y álcali, por medio de
agitación o amasamiento permanente con agua, a la cual se
10 haya adicionado un poco de ácido acético, y secada finalmente
por calentamiento a 130°C. La resina obtenida resulta a tem-
peratura interior, de una dureza quebradiza.

EJEMPLO 6.

8.4 partes en peso de dicianidamida son calentadas con
15 29.2 partes en peso de trietilentetramina, bajo agitación y
reflujo, en un baño de aceite, sucesivamente, 3 horas a 150°C.,
luego 1 hora a 150°-200°C., y 1 hora a 200°C. y, finalmente,
aun 1/2 hora a 250°C.

Durante esta operación la dicianidamida es recogida,
20 casi completamente, por la trietilentetramina con desprendi-
miento de amoníaco, formándose un líquido de viscosidad espe-
sa, ligeramente enturbiado, que resulta utilizable como agente
de endurecimiento líquido en el presente procedimiento.



EJEMPLO 7.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 5 son disueltas al calor en 4 partes en peso de ftalato de dibutilo. A la solución enfriada a temperatura interior son mezcladas de modo homogéneo 2 partes en peso del agente de endurecimiento, obtenido con arreglo al Ejemplo 6.

Se va originando una disolución resinosa bien extensible mediante pincel que deberá gastarse dentro de aproximadamente 2 horas. Las conglutinaciones acusan al cabo de 20 horas una resistencia a la cortadura de alrededor de 1.18 kg/mm^2 .

EJEMPLO 8.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 5, son disueltas al calor en 4 partes en peso de ftalato de dibutilo. A la solución enfriada a temperatura interior se añade 1 parte en peso de trietilentetramina que contiene 0.1 parte en peso de sosa cáustica finísimamente triturada. La sosa cáustica, al ser incorporada a la resina de óxido de etileno, va entrando en disolución.

La solución puede aplicarse bien mediante pincel y debe emplearse dentro de aproximadamente 2 horas. Conglutinaciones producidas con la misma alcanzan después de 20 horas resistencias a la cortadura de más o menos 0.7 kg/mm^2 .

Las tiras de chapa de aluminio conglutinadas pueden ser

180243



- 15 -

colocadas 7 días en agua fría, sin perder esencialmente en resistencia a la cortadura. Si se hierven las mismas durante 8 horas en agua, se van reduciendo las resistencias a la cortadura a un 50 por ciento aproximadamente de los valores primitivos. Después de una ebullición en agua de 37 horas, importan todavía más o menos un 30 por ciento de los valores originarios.

EJEMPLO 9.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 5 son disueltas al calor en 4 partes en peso de "Plastomoll P". A la solución enfriada se adiciona 1 parte en peso de trietil-

La mezcla es aplicada con la espátula a chapas de aluminio y tiene que usarse dentro de media hora. Las conglomeraciones alcanzan después de 18 horas resistencias a la cortadura de aproximadamente 1.12 kg/mm^2 .

EJEMPLO 10.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 5, son disueltas por calentamiento en 4 partes en peso de "Sipalin NOM". A la solución enfriada se añade 1 parte en peso de tri-

La mezcla es aplicada mediante la espátula y tiene que ga-

180243



- 16 -

starse dentro de 1 hora. Al cabo de 17 horas son alcanzadas resistencias a la cortadura de aproximadamente 0.9 kg/mm^2 .

EJEMPLO 11.

En una mezcla que contiene sobre 4.2 moles de dióxido-
5 fenilpropano 12 moles de diclorhidrina de glicerina, y 127
moles de agua, son introducidas a 60°C . dentro de $3/4$ de hora,
bajo agitación y enfriamiento de reflujo, 24 moles de sosa
caústica, en forma de una solución al 30 por ciento, conden-
sando posteriormente más o menos media hora, libertando por
10 lavado con agua bajo adición de poco ácido acético, de sal y
lejía, y secando por calentamiento a 160°C . Se obtiene una
resina untable a temperatura ordinaria.

EJEMPLO 12.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 11, son
15 disueltas en 2 partes en peso de ftalato de dibutilo, agregan-
do 2 partes en peso del agente de endurecimiento con arreglo
al Ejemplo 6.

Se forma una masa bien aplicable mediante la espátula,
que debe usarse dentro de 4 horas.

20 La resistencia a la cortadura importa después de 24 horas
más o menos 1.26 kg/mm^2 .

180243



- 17 -

EJEMPLO 13.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 11 son calentadas bajo enfriamiento de reflujo con 4 partes en peso de fosfato de tricresilo y 0.02 partes en peso de dicianidamida, durante 2-1/2 horas a 170°C. A la solución homogénea enfriada se adiciona 1 parte en peso de trietilentetramina.

La mezcla es bien aplicable mediante pincel y debe emplearse dentro de 4 horas. Después de 1 día son logradas conglutinaciones con resistencias a la cortadura de 1.1 kg/mm².

10 En lugar de fosfato de tricresilo se puede emplear con más o menos igual éxito el talato de dibutilo.

EJEMPLO 14.

Diversos materiales son unidos uno al otro mediante conglutinación:

180243

- 18 -



Aglutinante según el Ejemplo:	Materiales conglutinados:	Tiempo de endurecimiento a temperatura interior:	Resistencia a la cortadura kg/mm ²
2a	Vidrio/Vidrio	24 horas	*)
2a	Melopás/Melopás	"	*)
2a	Melopás/Vidrio	"	*)
5 2b	Latón/Latón	"	0.93
2b	Acero V II A/ Acero V II A	"	0.52
7	Cobre/Cobre	"	0.77
7	Hierro/Hierro	"	1.20
10	*) Resistencia a cortadura imposible de determinar, debido a rotura de material		

EJEMPLO 15.

Con arreglo a los métodos indicados en los Ejemplos 1, 5, y 11, se preparan resinas de 1 - 1,3 moles de dioxidifenilpropano, 2 moles de epíclorhidrina y 2 - 2.2 moles de sosa cáustica, en presencia de agua. Las resinas que fueron preparadas con cantidades más reducidas de dioxidifenilpropano resultan en frío algo más blandas que las producidas con cantidades mayores.

180243



- 19 -

EJEMPLO 16.

10 partes en peso de la resina obtenida con arreglo al
Ejemplo 15, son disueltas en una mezcla de 2 partes en peso
de ftalato de dibutilo y 2 partes en peso de ciclohexanol,
5 por calentamiento a aproximadamente 80-100°C., añadiendo
después del enfriamiento 1 parte en peso de trisiléntetramina.
Chapas de aluminio, conglutinadas con la misma, presentan
resistencias a la cortadura de hasta 1,4 kg/mm². A consecuen-
cia de la adición de ciclohexanol, se convierten las resinas
10 al fraguar en masas de una transparencia perfectamente clara
con resistencias aumentadas.

EJEMPLO 17.

Chapas de aluminio son suspendidas durante más o menos
una hora en una solución acuosa que contiene un 20 por ciento
15 de ácido nítrico y un 20 por ciento de bicromato potásico.
Las chapas se van recubriendo de una capa blanca de firme
adherencia naturalmente formada. Las chapas, así preparadas,
son conglutinadas con una solución resinosa según el Ejemplo
16. Se alcanzan resistencias a la cortadura de 2.0 - 2.3 kg/
20 mm². La formación, de suyo conocida, de una capa esponjosa,
de adherencia firme, sobre las chapas, aumenta la resistencia
a la adherencia del aglutinante, quedando mejorada, por consi-
guiente, la resistencia a la cortadura.

180243



- 20 -

Valores semejantes pueden obtenerse, si se someten las chapas a un previo tratamiento con soluciones que contienen un 5-10 por ciento de permanganato potásico y un 10 por ciento de ácido sulfúrico, o un 10 por ciento de ácido sulfúrico y un 20 por ciento de bicromato potásico. Han sido obtenidos valores algo menos favorables al tratar las chapas previamente con ácido fosfórico al 20 por ciento.

EJEMPLO 18.

94 partes en peso de fenol, 10 partes en peso de agua y 5 partes en peso de ácido $n/2$ sulfúrico, son calentadas bajo reflujo, incorporando a la mezcla en el decurso de aproximadamente $1-3/4$ de horas, bajo agitación, 60 partes en peso de formaldehído al 30 por ciento. Seguidamente se continúa calentando, bajo reflujo y agitación, durante 3 horas. La resina de metano formada es separada del líquido acuoso, y lavada dos veces con poca agua.

A esta resina se adicionan 129 partes en peso de diclorhidrina, se calienta a $65-70^{\circ}\text{C}$. e incorpora luego dentro de 1 hora 266 partes en peso de lejía de sosa al 30 por ciento, condensando ulteriormente durante 30 minutos y lavando, finalmente, con agua hasta que la resina queda libre de álcali y sal, adicionando, al efecto, a la penúltima agua de lavado

180243



1947

- 21 -

5 partes en peso de ácido acético glacial. La resina es seca-
da en el vacío.

2 partes en peso de esta resina son disueltas al calor
con 0.8 partes en peso de fosfato de tricresilo. Después del
5 enfriamiento son añadidas 0.2 partes en peso de trietilen-
tetramina. El aglutinante, así preparado, debe ser puesto
dentro de más o menos 1 hora entre las superficies a conglu-
tinar. Al cabo de 3 días se obtienen resistencias a la corta-
dura de aproximadamente 0.6 kg/mm^2 .

10 EJEMPLO 19.

Se prepara en medio ácido una resina de metilmetano a base
de 94 partes en peso de fenol y 22 partes en peso de para-acet-
aldehído. Esta es transformada de una manera similar como en el
Ejemplo 18, con 129 partes en peso de diclorhidrina y 80 par-
15 tes en peso de sosa cáustica en forma de una solución al 30
por ciento, en una resina de óxido de etileno.

2 partes en peso de esta resina son disueltas en 0.8
partes en peso de ftalato de dibutilo. Después del enfria-
miento se añaden a la solución 0.15 partes en peso de tri-
20 etilentetramina. El aglutinante obtenido puede ser aplicado
mediante un pincel dentro de más o menos 2-1/2 horas sobre
las chapas. Después de 2¹ horas son logradas resistencias
a la cortadura de aproximadamente 0.2 kg/mm^2 .



- 22 -

180243

EJEMPLO 20.

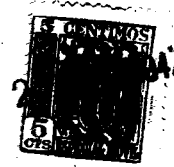
De 120 partes en peso de resorcina, y 260 partes en peso de diclorhidrina se prepara en medio alcalino una resina de óxido de etileno.

5 2 partes en peso de esta resina son disueltas en caliente en 0.8 parte en peso de fosfato de tricresilo. Después del enfriamiento se adiciona 0.1 parte en peso de trietilentetramina. El aglutinante tiene que ser aplicado con un pincel dentro de unos 30 minutos sobre los materiales a conglutinar. Al cabo
10 de 24 horas son alcanzadas resistencias a la cortadura de aproximadamente 0.74 kg/cm^2 .

EJEMPLO 21.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 5, son disueltas en el calor bajo enfriamiento de reflujo y agitación,
15 en 2 partes en peso de ftalato de dibutilo y 2 partes en peso de acetona. Después del enfriamiento es adicionada 1 parte en peso de trietilentetramina. Luego se aplica el aglutinante por medio de un rodillo sobre la madera contrachapeada y chapa de aluminio, cuya superficie ha sido hecha rugosa, produ-
20 ciendo la volatilización de la acetona mediante un reposo de unos 30 a 45 minutos. Seguidamente son unidas chapa y madera, una con la otra, con ayuda de grapas, tornillos de presión, o similares, dejándolas luego abandonadas a sí mis-

180243



- 23 -

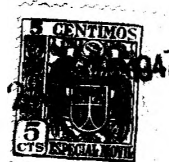
mas. Después de tres días son apreciadas resistencias a la cortadura de más o menos 16 kg/cm^2 , produciéndose rotura parcial de la madera. Después de un almacenamiento de 92 horas en agua, se va reduciendo la resistencia a la cortadura a 5 alrededor de 9 kg/cm^2 .

EJEMPLO 22.

5 partes en peso de la resina según el Ejemplo 1, y 5 partes en peso de la resina según el Ejemplo 11, son disueltas en el calor en 4 partes en peso de ftalato de dibutilo y calentadas durante 3 horas a 170° bajo reflujo. Después del enfriamiento son adicionadas 2 partes en peso de trietilentetramina. Las conglomeraciones logradas con el aglutinante alcanzan resistencias a la cortadura de aproximadamente 3 kg/mm^2 .

15 EJEMPLO 23.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 1, y 2 partes en peso de la resina según el Ejemplo 11, son disueltas en el calor en 4.3 partes en peso de ftalato de dibutilo. Después del enfriamiento se añaden 2.4 partes en peso del agente de endurecimiento, preparado con arreglo al Ejemplo 6. Con este aglutinante pueden obtenerse resistencias a la cortadura de aproximadamente 1 kg/mm^2 .



EJEMPLO 24.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 1, son disueltas por calentamiento en 4 partes en peso de dietil-anilina. A la solución enfriada se añade 1 parte en peso de 5 trietilentetramina. Conglutinaciones producidas con este aglutinante acusan después de dos días resistencias a la coacción hasta más o menos 1 kg/mm^2 .

EJEMPLO 25.

11 partes en peso de p-fenilendiamina son calentadas 10 bajo enfriamiento de reflujo a 200°C . con 30 partes en peso de trietilentetramina. La p-fenilendiamina entra en disolución, pero durante el enfriamiento, primero vuelve a separarse por cristalización. Luego se calienta el tiempo suficiente a 200° , hasta que al enfriarse una prueba ya no aparezcan 15 ninguno, o solamente pocos cristales, lo cual ocurre después de unas 3 horas. En esta operación el amoníaco se va escapando del refrigerante de reflujo, quedando remanente una masa líquida que resulta utilizable como agente de endurecimiento en el sentido de la presente invención.



- 25 -

180243

EJEMPLO 26.

10 partes en peso de la resina según el Ejemplo 1, y
2 partes en peso de la resina según el Ejemplo 11, son disueltas
en caliente en 4.8 partes en peso de ftalato de dibutilo, adi-
5 sionándose a la disolución enfriada 3 partes en peso del
agente de endurecimiento, preparado con arreglo al Ejemplo
25. Con el aglutinante, así obtenible, se alcanzan resisten-
cias a la cortadura de más o menos $0.8 - 0.9 \text{ kg/mm}^2$.

EJEMPLO 27.

10 Se disuelven 10 partes en peso de la resina según el Ejem-
plo 15 por calentamiento a aproximadamente $80-100^{\circ}\text{C}$., en 2
partes en peso de ftalato de dibutilo y 2 partes en peso de
ciclohexanol. Después del enfriamiento a alrededor de 20°C .,
se añade 1 parte en peso de trietilentetramina, y se diluye
15 la mezcla con 2-4 partes en peso de alcohol etílico anhidro.
Con esta mezcla son untadas chapas de aluminio. Estas son
dejadas en reposo en descubierto, para que se volatilice el
alcohol etílico, durante 3-4 horas. Las chapas son calentadas,
descubiertas, durante 1 hora a 200°C ., en una estufa. La capa
20 endurecida es hecha rugosa mediante papel esmeril. La super-
ficie hecha rugosa es untada entonces con la solución anterior,
pero sin adición de alcohol etílico, manteniéndola ligeramente

180243



en gatillada durante 24 horas a temperaturas de aproximadamente 30-40°C. Son obtenibles resistencias a la cortadura de más o menos 2.3-2.5 kg/mm².

5. Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los ejemplos de ejecución práctica indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.

N O T A

10. Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente No. 16536, depositada en SUIZA en fecha 25 de Octubre de 1946, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

15. 1ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 174.275 (Procedimiento para la obtención de aglutinantes para la unión de materiales, especialmente metales), caracterizadas porque una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria, que contiene como componentes esenciales un derivado resinoso del óxido de etileno, el cual presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido, es llevada
20. a temperatura ordinaria entre las superficies frías a conglutinar y sometida, seguidamente, al endurecimiento a temperatura
25. interior.

180243



5. 2ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque se emplea una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria, que contiene como componentes esenciales un derivado resinoso del óxido de etileno, untable a temperatura ordinaria, que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido.

10. 3ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas por el hecho de emplear una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria, que contiene como componentes esenciales un derivado resinoso del óxido de etileno, sólido a temperatura ordinaria que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido.

15. 4ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas por el hecho de emplear una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria que contiene como componentes esenciales un derivado resinoso del óxido de etileno, aún extensible a temperatura ordinaria, que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno y que está previamente polimerizado con cualquier agente de endurecimiento, de un fenol, un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido.

20. 5ª.- Mejoras según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizadas por el hecho de emplear derivados resinosos de óxido de etileno de fenoles polinucleares, en los cuales los núcleos fenólicos están ligados entre sí por puentes de carbono.

25. 6ª.- Mejoras según las reivindicaciones 1ª a 5ª,

30.

180243



caracterizadas por el hecho de emplear los derivados resinosos del óxido de etileno del 4.4-dioxidifenil-dimetilmetano.

5.

7^a.- Mejoras según las reivindicaciones 1^a a 6^a, caracterizadas por el hecho de someter los materiales, antes de su conglutinación, a un tratamiento de superficie, en sí conocido.

8^a.- Mejoras según las reivindicaciones 1^a a 7^a, caracterizadas por el hecho de efectuar la conglutinación sin aplicación de presión de prensa.

10.

9^a.- Mejoras según las anteriores reivindicaciones, caracterizadas por el hecho de que el aglutinante para materiales consiste de una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria de un derivado resinoso del óxido de etileno, que presenta por lo menos dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, con un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido.

15.

10^a.- Mejoras según la reivindicación 9^a, caracterizadas por el hecho de que el aglutinante consiste de una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria, de un derivado resinoso del óxido de etileno, extensible a temperatura ordinaria, que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, con un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido.

20.

25.

11^a.- Mejoras según la reivindicación 9^a, caracterizadas por el hecho de que el aglutinante consiste de una mezcla extensible y endurecible a temperatura ordinaria, de un derivado resinoso del óxido de etileno, sólido a temperatura ordinaria, que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, de un fenol, con un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y un agente de endurecimiento líquido.

30.

180243



1947

5. 12ª.- Mejoras según la reivindicación 9ª, caracterizadas por el hecho de que el aglutinante consiste de una mezcla extensible y endurecible, a temperatura ordinaria, de un derivado resinoso del óxido de etileno, aún untable a temperatura ordinaria, que presenta, por lo menos, dos grupos de óxido de etileno, que está previamente polimerizado con un agente de endurecimiento cualquiera, de un fenol, con un disolvente no volátil para el derivado del óxido de etileno y con un agente de endurecimiento líquido.

10. 13ª.- Mejoras según las reivindicaciones 9ª-12ª, caracterizadas por el hecho de que el aglutinante contiene un derivado resinoso del óxido de etileno, de un fenol polinuclear, en el cual los núcleos fenólicos están ligados entre sí por puentes de carbono.

15. 14ª.- Mejoras según las reivindicaciones 9ª-13ª, caracterizadas por el hecho de que el aglutinante contiene un derivado resinoso del óxido de etileno del 4.4'-dioxi-difenil-dimetilmetano.

20. 15ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 174.275 (Procedimiento para la obtención de aglutinantes para la unión de materiales, especialmente metales).

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de veintinueve hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

25. Madrid, a 24 de Octubre de 1947.-

CIBA Sociéte Anonyme.-

p.a. JAIME BERN

D. P.