

Docket 7.480

278596

278596



15 DIC 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

FORMULADA EL 23 de Junio de 1962 con el N° 278.596

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de INTERNATIONAL BUSINESS MACHINES CORPORATION,
entidad norteamericana, establecida en 590, Madison Ave-
nue, Nueva York, N.Y. E.U.A., por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA ACTIVAR LAS PROPIEDADES DE ADHE-
RENCIA SOBRE LA SUPERFICIE DE UN PRODUCTO POLIMERO DE
POLIESTER"

=====

Este invento se refiere al tratamiento superfi-
cial de productos polimeros de poliéster y a los pro-
ductos resultantes de tal tratamiento. De modo más par-
ticular, este invento se refiere a la activación de las
propiedades de adhesión sobre una superficie de un pro-
ducto polímero de poliéster para dotar al producto de
receptividad frente a composiciones metálicas y otras
composiciones de revestimiento.

5

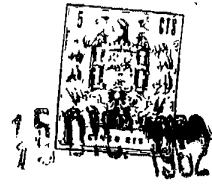
278596

15



En los campos de computación y elaboración de datos, se está haciendo un uso extenso de porta-registros, tal como cintas, discos y fichas, que se forman depositando capas registradoras magnéticas sobre bases polí-
5 meras de poliéster. Un tipo de poliéster que es especialmente preferido como material base es el poli(tereftalato de etileno) que se vende con el nombre comercial "MYLAR". En muchas aplicaciones, se coloca una capa registradora no metálica sobre una base de este tipo, y,
10 en un número de casos cada vez mayor, conviene que la capa registradora sea un metal magnético, tal como níquel o una aleación de níquel-cobalto. Hasta ahora se ha venido tropezando con dificultades al intentar depositar una capa de metal o iones metálicos sobre una base
15 de polímero de poliéster, porque esta clase de material, lo mismo que otros muchos plásticos, no es normalmente receptivo para las soluciones acuosas empleadas en los procedimientos de depositación de metales, y los esfuerzos que hasta ahora se han realizado para superar este inconveniente no han sido particularmente satisfactorios. Además, las propiedades de adhesión en la superficie de un tal material suelen ser bajas. Por tanto, el tipo de revestimiento que se ha efectuado sobre bases
20 polímeras de poliéster hasta ahora ha estado caracterizado por zonas vacías indeseables o por zonas de baja adhesión de las que el metal tiene tendencia a ser arrancado o a caerse por desescamado durante el empleo normal del producto. Esto hace que sea conveniente encontrar algún medio de activar el polímero de poliéster de manera
25 que se aumenten sus propiedades de adhesión en su super-
30

278530



ficie y hagan a ésta hidrófila reteniendo al mismo tiempo la resistencia normal y otras propiedades físicas convenientes del material.

5 En el estado actual de la técnica, se dispone de varios métodos para activar la superficie de un material plástico o polímero. Sin embargo, los métodos que hasta ahora se han venido utilizándose no son satisfactorios para activar las propiedades de adhesión sobre la superficie de un material plástico de poliéster. Por ejemplo,
10 el polietileno (que no es un polímero de poliéster y tiene una estructura química diferente del poli(tereftalato de etileno) se activa oxidando la superficie del producto con una solución concentrada de ácido sulfúrico/dicromato. El tratamiento oxidante produce una superficie hidrófila sobre el polietileno que es adaptable
15 para cementar, estampar y metalizar. La solución para tratamiento del polietileno se prepara saturando ácido sulfúrico concentrado con dicromato sódico; el polietileno se hace pasar a través de este baño oxidante, se lava con agua y se seca. Aunque esta solución particular funciona bien con polietileno, si se aplicase a poli(tereftalato de etileno) que reacciona de modo diferente, haría al material inservible por debilitarle intensamente o destruirlo totalmente.

25 Así, pues, un objeto de este invento es modificar las propiedades superficiales de un producto polímero de poliéster de tal manera que el producto resulte receptivo para metal e iones metálicos.

Otros objetos incluyen:

30 proporcionar un método para activar las propieda-



278596

des de adhesión sobre la superficie de un producto polí-
mero de poliéster sin reducir indebidamente las propie-
dades físicas convenientes del material;

5 proporcionar un producto polímero de poliéster
con un compuesto superficial altamente polar, hidrófilo;

proporcionar un procedimiento económico y eficien-
te para activar un material polímero de poliéster de la
manera indicada arriba.

10 De acuerdo con el invento, la superficie de un
producto polímero de poliéster tal como poli(tereftala-
to de etileno), se activa exponiendo la superficie a una
solución que contiene 0,32 a 0,57 moles por ciento de
dicromato sódico (anhidro), 33,4 a 53,0 moles por ciento
de ácido sulfúrico (anhidro) y el resto agua. La duración
15 de este tratamiento depende de la concentración y de la
temperatura de la solución activante. El tratamiento ori-
gina la hidrólisis de la superficie del polímero de po-
liéster, mejorando así sus características de mojado, y
produce una superficie con puntos polares altamente reac-
20 tivos, donde puede producirse fácilmente la unión del
polímero con el metal o los iones metálicos. Las propie-
dades de la superficie normal del producto polímero de
poliéster se modifican así proporcionando una superficie
polar hidrófila, que es receptiva para las soluciones
25 acuosas usadas en los procedimientos de depositación de
revestimientos metálicos y que se puede fijar fácilmen-
te a la capa metálica de revestimiento. Esto se consigue
sin que se debilite indebidamente ni se perjudiquen de
ningún otro modo las características físicas del produc-
30 to polímero de poliéster.

278596

15 D



ficie por romperse los enlaces en los puntos (A), resul-
tando grupos carboxilo e hidroxilo. La reacción es esen-
cialmente la inversa de la reacción de esterificación
por la cual se formó originalmente el polímero, y produ-
ce una superficie altamente polar. La formación de estos
5 grupos sobre la superficie aumenta la facultad de la su-
perficie para ser mojada por agua, y proporciona puntos
reactivos sobre la superficie del material. Al realizar
el tratamiento de superficie, es importante controlar
10 el grado de reacción. Si la superficie no ha reaccionado
suficientemente, puede que se produzca mojado, pero la
adhesión de la capa metálica será deficiente. Por otra
parte, si la superficie reacciona excesivamente se vuel-
ve áspera y se debilitan indebidamente las propiedades
15 físicas del producto polímero. Por estas razones, hay
que controlar cuidadosamente los parámetros de tiempo,
temperatura y concentración.

A continuación se dan ejemplo típicos de realiza-
ciones preferidas de este invento, elegidos para fines
20 ilustrativos.

Ejemplo 1

Se introdujo una hoja de poli (tereftalato de eti-
25 leno) en una solución que contenía 0,44 moles por ciento
de dicromato sódico, 47,6 moles por ciento de ácido sul-
fúrico y el resto, agua durante un periodo de 5 a 30 se-
gundos. La solución se prepara disolviendo 40,6 gramos
de $\text{Na}_2 \text{Cr}_2 \text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en una solución que contiene 770 mi-
30 lilitros de ácido sulfúrico (66°Be) y 210 mililitros de

278596

15



5 agua. La solución se mantiene a una temperatura comprendida entre los límites de 75° C. y 80° C. Se lava la hoja y se introduce en agua caliente mantenida a una temperatura comprendida entre 80° C. y 100° C. durante un período de 90 a 120 segundos. La cantidad de hidrólisis y la seguridad de obtener una capa uniforme sobre la superficie del polímero se aumentan por el baño en agua caliente. La superficie tiene ahora receptividad para soluciones sensibilizadoras acuosas, tal como cloruro estannoso y cloruro de paladio. Una capa de níquel depositada sobre la superficie por las técnicas electrolíticas corrientes tiene una resistencia de adhesión del orden de 1000 gramos por cada 2,54 cm.

15

Ejemplo 2

El tratamiento es el mismo que para el Ejemplo 1, a excepción de que la solución contiene 0,57 moles por ciento de dicromato sódico, 53,8 moles por ciento de ácido sulfúrico y el resto agua. La solución proporciona una superficie que está ligeramente atacada pero una capa de níquel depositada sobre la superficie por las técnicas corrientes posee la resistencia de adhesión necesaria. Con soluciones que contienen mayores cantidades de dicromato sódico y ácido sulfúrico, las resistencias de adhesión que resultan son menores de lo necesario. A medida que el ácido sulfúrico se acerca a la saturación con el dicromato sódico, la resistencia de adhesión se hace prácticamente 0 y el material polímero de poliéster resulta gravemente dañado, si no destruido.

30



15 DIO 1962

Ejemplo 3 278596

5 El tratamiento es el mismo que para el Ejemplo 1,
a excepción de que la solución contiene 0,32 moles por
ciento de dicromato sódico, 33,4 moles por ciento de
ácido sulfúrico y el resto agua. Esta solución da a la
superficie la resistencia de adhesión requerida; sin
embargo, una capa metálica aplicada sobre la superficie
por técnicas corrientes puede suceder que tenga picadu-
10 ras y espacios vacíos. El número de picaduras y espacios
vacíos aumenta a medida que disminuye la concentración
del dicromato sódico y el ácido sulfúrico.

15 De acuerdo con el invento, se proporcionan super-
ficies de polímero de poliéster que se pueden recubrir
fácilmente con películas delgadas de cobre, estaño, ní-
quel, plata, o análogas, por técnicas corrientes. El in-
vento no se limita necesariamente a las aplicaciones de
depósitos metálicos aquí descritas, ya que puede utili-
zarse también para mejorar la adhesión entre superficies
20 polímeras de poliéster y ciertos compuestos orgánicos,
tal como los aglutinantes empleados en revestimientos
de óxido magnético.

25 Aunque el invento se ha descrito y presentado par-
ticularmente con referencia a sus realizaciones preferi-
das, se sobreentenderá por los expertos en esta técnica
que pueden hacerse varios cambios en la forma y en los
detalles sin apartarse del espíritu y alcance del in-
vento.

30 Esta solicitud, que corresponde a la presentada
en E.U.A. el 18 de Septiembre de 1961, bajo el número

278596

150



138.609, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

5

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10

1.- Un procedimiento para activar las propiedades de adherencia sobre la superficie de un producto polimero de poliéster, que comprende las operaciones de: exponer dicha superficie a una solución activadora, comprendiendo dicha solución activadora aproximadamente 0,32 a 0,57 moles % de dicromato sódico, aproximadamente 33,4 a 53,8 moles % de ácido sulfúrico y el resto agua; y lavar dicha superficie con agua.

15

20

2.- Un procedimiento para activar las propiedades de adherencia sobre la superficie de un producto polimero de poliéster, que comprende las operaciones de: sumergir dicha superficie en una solución activadora durante un período de por lo menos 5 segundos, comprendiendo dicha solución activadora aproximadamente 0,32 a 0,57 moles % de dicromato sódico, 33,4 a 53,8 moles % de ácido sulfúrico y el resto agua; lavar dicha superficie con agua; y sumergir dicha superficie en agua a una temperatura entre 48 y 100,° C durante un período de por lo menos 30 segundos.

25

30

3.- Un procedimiento para activar las propiedades de adherencia sobre una superficie de un producto de poli



150

278596

(etileno-tereftalato) hidrolizando su superficie polímera, que comprende las operaciones de: sumergir dicha superficie en una solución activadora a una temperatura entre 40 y 80° C durante un período de por lo menos 5 segundos, comprendiendo dicha solución activadora aproximadamente 0,32 a 0,57 moles % de bicromato sódico, 33,4 a 53,8 moles % de ácido sulfúrico y el resto, agua; lavar dicha superficie con agua; y sumergir dicha superficie en agua a una temperatura entre 48 y 100° C durante un período de por lo menos 30 segundos.

4.- Un procedimiento para activar las propiedades de adherencia sobre la superficie de un producto polímero de poliéster.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 DIC. 1962

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.