



8 SEP 1934

PATENTE DE INVENCION

EFH/RHC/1032.

303852

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la fabricación de
materiales laminares fibrosos"

Solicitante: BONDED FIBRE FABRIC LIMITED, entidad inglesa, residente en Bath Road, Bridgwater, Somerset, Inglaterra.

En nuestra solicitud de patente núm. --
302287 se ha descrito un procedimiento para la
fabricación de partículas aglutinantes alargadas --
de materiales poliméricos, en particular, particu-
5. las de elastómeros poliméricos naturales y sin-

303002



- téticos, en las cuales se congela y se deja fundir después una dispersión acuosa de los materiales poliméricos, cuando las partículas alargadas aparecen en suspensión en el medio acuoso. Además, en otra solicitud de patente se ha descrito la fabricación de tejidos fibrosos unidos mediante la suspensión de una mezcla de fibras naturales o sintéticas, particularmente fibras textiles, y partículas aglutinantes alargadas en un medio acuoso y estirando la suspensión contra una superficie porosa, como por ejemplo un tamiz para la fabricación de papel, cuando las fibras y partículas aglutinantes están precipitadas sobre la superficie y las partículas aglutinantes reúnen las fibras contiguas para formar un tejido fibroso unido.
5. de patente se ha descrito la fabricación de tejidos fibrosos unidos mediante la suspensión de una mezcla de fibras naturales o sintéticas, particularmente fibras textiles, y partículas aglutinantes alargadas en un medio acuoso y estirando la suspensión contra una superficie porosa, como por ejemplo un tamiz para la fabricación de papel, cuando las fibras y partículas aglutinantes están precipitadas sobre la superficie y las partículas aglutinantes reúnen las fibras contiguas para formar un tejido fibroso unido.
10. fabricación de papel, cuando las fibras y partículas aglutinantes están precipitadas sobre la superficie y las partículas aglutinantes reúnen las fibras contiguas para formar un tejido fibroso unido.
15. Se ha hallado ahora que se puede fabricar una gama de materiales laminares fibrosos útiles a partir de pulpas fibrosas, como por ejemplo las pulpas de madera o pastas papeleras utilizadas para la fabricación de papel o la transformación en viscosa para la producción de rayón y película celulósica y pulpas de otros materiales celulósicos como la borra de lino o de algodón que utilizan las partículas aglutinantes alargadas expuestas en la solicitud de Patente nº como los aglutinantes.
20. producción de rayón y película celulósica y pulpas de otros materiales celulósicos como la borra de lino o de algodón que utilizan las partículas aglutinantes alargadas expuestas en la solicitud de Patente nº como los aglutinantes.
25. De acuerdo con esto, el presente invento incluye un procedimiento para la fabricación de un tejido fibroso el cual comprende la formación de una mezcla en suspensión en agua de partículas aglutinantes alargadas de un material polimérico, formado al congelar una dispersión acuosa del material polimérico segui
30. lar una dispersión acuosa del material polimérico segui

303852



- do por la fusión de la dispersión congelada, y de las fibras de pulpa y estirando la suspensión mixta contra una superficie porosa para precipitar las fibras sobre la superficie y unir las fibras contiguas una con otra por medio de las partículas.
- 5.

El método se realiza rápida y convenientemente en una máquina para la fabricación de papel corriente cuando la suspensión mixta se estira contra un tamiz corriente para la fabricación de papel.

10. La dispersión se congela convenientemente poniéndola en contacto con una superficie metálica fría, por ejemplo un tambor giratorio, a una temperatura no mas elevada de -20°C .

15. Las fibras de pulpa son preferiblemente fibras de pulpa de madera las cuales se pueden batir o no batir aunque se pueden utilizar pulpas de otros materiales como la borra de lino o de algodón.

20. La proporción de las partículas aglutinantes alargadas con las fibras de pulpa se puede graduar según se necesite para la forma particular y resistencia del tejido fibroso que se necesite. Para la óptima resistencia, sin embargo, las partículas aglutinantes alargadas deben estar en los límites entre 40 y 50 partes en peso por 100 partes en peso de fibras de pulpa.
- 25.

Las dispersiones acuosas del material polimérico contendrán generalmente uno o más medios dispersantes corrientes, como es de costumbre, para mantener los glóbulos de polímero en dispersión.

30. Cuando se utilizan las partículas agluti -



303852

- nantes alargadas, formadas por la congelación y fusión de elastómeros poliméricos, como por ejemplo el caucho natural, poliacrilatos, copolímeros butadieno-acrilonitrilo, copolímeros butadieno-estireno o copolímeros butadieno-metacrilato, los materiales laminares que se obtienen tienen una resistencia a la tracción aumentada sensiblemente, buen drapeado, buena recuperación a las arrugas y una apreciable extensibilidad, por ejemplo, extensibilidad al punto de rotura del orden del 5 % al 15 % o aún hasta el 30 % en algunos casos, cuando se compara con las hojas producidas de las mismas fibras utilizando la misma técnica de colocación de una capa o capas sucesivas de papel pero no utilizando aglutinante o aglutinantes corrientes.

- Las pulpas de madera utilizadas para la fabricación de papel son batidas frecuentemente para fibrillar las fibras, es decir, subdividir las para que al precipitarlas sobre un tamiz, las fibrillas o pequeñas fibras tiendan a entrelazarse y reunan las fibras para formar una hoja o lámina unida. En las pulpas no batidas en las cuales las fibras tienen poca o ninguna fibrilación, la capacidad auto-aglutinante de las fibras es baja. Sin embargo, cuando se utilizan las pulpas no batidas de acuerdo con el procedimiento del presente invento es más de observar el mejoramiento en las propiedades, particularmente en resistencia.

- Las propiedades útiles halladas en los materiales laminares fabricados de acuerdo con el pre-



- sente invento cuando se utilizan elastómeros poliméricos se cree que se debe a las partículas aglutinantes alargadas elastoméricas que reúnen las fibras en puntos de intersección con una liga en forma de gozne que
5. es flexible y extensible cuando se compara con las ligas formadas entre fibras celulósicas por la formación de ligas de hidrógeno entre sus superficies de contacto cuando se tienden a lo largo juntas las fibras, particularmente entre las fibrilas, es decir, pequeñísimas fibras de fibras celulósicas batidas, o con las ligas de tipo peliulado formadas por aglutinantes corrientes los cuales reúnen las fibras en haces y proveen rigidez al material laminar acabado.
- 10.

- Si se utilizan partículas aglutinantes alargadas cristalinas o semi-cristalinas, por ejemplo las partículas formadas mediante la congelación y después fusión de una dispersión acuosa de material polimérico no considerado generalmente como elastomérico por ejemplo cloruro polivinilideno, cloruro polivinílico, copolímeros de cloruro polivinílico, etc., se obtienen materiales laminares resistentes, rígidos, duros los cuales tienen aplicación como papeles para usos especiales. La resistencia de los citados materiales se aumenta considerablemente por calandrado en caliente o
20. prensado.
- 25.

- Las partículas aglutinantes alargadas de los materiales poliméricos tienen una longitud que está situada dentro de los límites aproximadamente entre 0,02 y 3,0 milímetros, más generalmente en los límites
30. aproximadamente entre 0,05 y 1,00 milímetros, lo cual



es substancialmente mayor que la anchura y profundidad de las partículas, y las partículas se caracterizan por ser flexibles, adherentes y susceptibles de combinarse una con otra para formar una película cuando se colocan juntas en un estado substancialmente seco a temperatura ambiente, por ejemplo a 20°C.

Las partículas tienen generalmente la forma de fibras o cintas finas cuando se forman de dispersiones de polímeros elastoméricos y generalmente la forma de agujas substancialmente cristalinas, placas alargadas o prismas alargados cuando se forman de dispersiones de polímeros a excepción de las de los polímeros elastoméricos.

La anchura de las partículas no excede de 50 % de la longitud de las partículas aun cuando tengan la forma de placas y generalmente tienen una anchura en los límites aproximadamente entre 0,0005 y 0,4 milímetros. La profundidad de las partículas está generalmente en los límites entre 0,0005 y 0,04 milímetros.

La concentración de la dispersión acuosa de material polimérico no es muy importante, pero a altas concentraciones, por ejemplo 30 % en peso de sólidos y mas, hay una tendencia para que las partículas alargadas de polímeros elastoméricos se aglomeren en vez de formar una suspensión de partículas discretas, y en el caso de dispersiones de polímeros no-elastoméricos o "duros", hay una tendencia para que las partículas poliméricas granulares se formen juntas con las partículas aglutinantes alargadas.



5. Por razones prácticas, la concentración de la dispersión del material polimérico no debe exceder aproximadamente de 25 % en peso de sólidos y no debe ser inferior que una concentración que provéa una concentración adecuada de partículas aglutinantes en suspensión para la hoja fibrosa particular que se está formando.

10. Se ha hallado que cuanto más elevada la concentración de la dispersión, tanto más largas las partículas aglutinantes alargadas producidas por el procedimiento. Cuando disminuye la concentración de la dispersión, las partículas tienden a ser mas finas y muestran una distribución más ancha de las longitudes de las partículas.

15. Para cada dispersión particular de material polimérico utilizado, hay generalmente una concentración óptima del material en la dispersión y condiciones óptimas de tratamiento para producir partículas aglutinantes del tamaño y forma necesarias para una utilización final particular.

20. Con el fin de obtener los resultados deseados de una dispersión acuosa particular de polímero, probablemente es necesario alterar la estabilidad de la dispersión mediante la graduación del pH, cambiando el tipo y/o la concentración del medio dispersante que se puede utilizar o por la adición de electrolitos adecuados como por ejemplo el sulfato amónico o el cloruro amónico. La velocidad de congelación de la dispersión puede afectar la forma de las partículas.

25. Es preferible generalmente llevar la dispersión acuosa

30.



3852

de polímero rápidamente a un estado sólido.

- Cuando se forman las hojas de acuerdo con este invento sobre tamices para la fabricación de papel, tienen suficiente resistencia en el estado, húme
5. do, recientemente formadas para permitir que se retire la hoja del tamiz, si se desea, y se seque mientras está en un estado de relajación mediante aire caliente ú otros medios. Alternativamente, se puede prensar la hoja y secarse extendida a presión en planchas calientes o calandrarse entre cilindros calientes. La resistencia a la tracción del material laminar se aumenta mediante el prensado, pero la extensibilidad y la flexibilidad probablemente se reducen un poco.
10. Si se necesitase más suavidad al tacto, los materiales se pueden acresponar, por medios conocidos, o encogerse por compresión, o estamparse con un diseño fino. Se puede también dar efectos decorativos a los materiales laminares mediante el estampado.
15. Las hojas fuertes, suaves, extensibles formadas de las fibras y particular aglutinantes alargadas de polímeros elastoméricos son particularmente útiles en los ramos de la medicina y cirugía dental en los cuales se necesitan una considerable cantidad de materiales disponibles para sábanas, mantas, batas, máscaras, pantallas, etc. Además, puesto que los materiales tienen una alta resistencia en estado húmedo se pueden utilizar para cubrir compresas absorbentes o vendajes.
20. 25. 30. Aprestos, pigmentos, resinas o medios de



303852

- conservación se pueden añadir a la suspensión de partículas aglutinantes alargadas antes de ser añadida a la suspensión de fibras de pulpa. Si se desea, se pueden añadir estos materiales adicionales a la dispersión polimérica de la que se forman las partículas alargadas mediante la congelación de acuerdo con el procedimiento expuesto en la solicitud de Patente nº. Si se desea, se puede añadir fibras de pulpa a la dispersión acuosa del material polimérico antes de la operación de congelación.
- 5.
- 10.

Describiremos ahora los métodos específicos de fabricación de materiales laminares fibrosos de acuerdo con el invento por medio de los siguientes ejemplos.

15. EJEMPLO 1.

Se diluyó una muestra de un latex poliacrílico (vendido en el mercado con el nombre de Hycar 2671E por British Geon Limited de Penarth, Glamorgan, Gales) con agua hasta que el contenido de los sólidos fué el 5 % en peso.

20.

Se congeló entonces el latex mediante el procedimiento y aparato descrito en nuestra solicitud nº 304301 es decir, se precipitó como una película sobre la superficie de un tambor hueco giratorio y se congeló, manteniéndose la superficie del tambor a una temperatura de -45°C . mediante la congelación de una mezcla de alcohol y anhídrido carbónico sólido introducida en el interior del tambor. La película congelada se sacó entonces del tambor y se fundió en agua caliente, en la cual se halló que el latex se había transfor

25.

30.



303852

mado en una suspensión de partículas poliacrilato -
alargadas de tamaño en los límites entre 0,02 y 0,5 -
milímetros. Se añadió agua a la suspensión hasta que
el contenido de los sólidos fué el 1% en peso.

5. Se añadió 54 mls. (mililitros) de la suspen-
sión de partículas alargadas a 100 mls. de una suspen-
sión de 1% en peso de una pulpa sulfitada blanqueada
conífera de un producto químico no batido y se agitó
la mezcla en agua introducida previamente en un reci-
piente encima de un tamiz de tela metálica en un apa-
rato de evaluación de pulpa normal de la British Pa-
per and Board Manufacturers (fabricado por Navis En-
gineering Limited de Tottenham, Inglaterra).
10. Se dejó escurrir el agua, precipitando de
esta forma las fibras celulósicas y partículas alarga-
das como una hoja sobre el tamiz de tela metálica. Se
cubrió la hoja con dos papeles secantes normales los
cuales fueron cubiertos a su vez por un disco metáli-
co y la hoja precipitada fué extendida pasando una ca-
landria corriente sobre el disco metálico. Al quitar
el disco y los papeles secantes del tamiz, la hoja -
precipitada se adhirió a los papeles secantes y se cu-
brió en el lado descubierto con un disco metálico co-
rriente revestido al cromo. La hoja precipitada empa-
redada entre el disco metálico revestido al cromo y
los secantes fué prensada en una prensa normal a 50 -
libras por pulgada cuadrada durante cinco minutos. -
Fueron substituídos los secantes con un nuevo secante
y se repitió el prensado durante un periodo de 2 minu-
tos. Se quitó el secante y la hoja precipitada sobre



303852

el disco fué retirada para que se secase en un aro se-
cador normal durante cuatro horas a temperatura ambien-
te y se sacó entonces para examinarla y probarla. Se
calandró entonces la hoja a 120°C. a una presión de -

- 5. 1/6 de tonelada por pulgada cuadrada entre calandrias
lisas y se volvió a probar. La hoja tenía un tacto fi-
no, buen drapeado, alguna extensibilidad y una buena -
recuperación a la arruga.

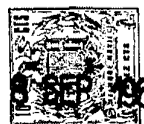
- 10. Se repitió la prueba utilizando la mitad de
las cantidades de los materiales, es decir, 27 mls. de
la suspensión al 1% de partículas alargadas se añadie-
ron a 50 mls. de la suspensión al 1% de pulpa sulfita-
da. Se repitió la prueba una vez más utilizando 100 -
mls. de la suspensión de la pulpa con la escepción de
15. que no se añadieron partículas alargadas.

Las resistencias a la tracción de las varias
hojas producidas fueron las siguientes:

	Volúmen de la suspensión al 1% de pulpa.	Volúmen de la suspensión de partículas alargadas	Resistencia a la tracción - después del secado	Resistencia a la trac- ción des- pués del ca- landrado.
	(mls.)	(mls.)	(gramos/tejido)	(gramos/tejido)
25.	100	54	2.1	2.8
	50	27	0.8	2.2
	100	CERO	1.1	0.6

EJEMPLO 2.

- 30. Se repitió el procedimiento descrito en el
Ejemplo 1 para preparar hojas fibrosas para muestra con



300

la excepción de que se utilizó una suspensión al 1% de una pulpa de madera de eucaliptus, conocida con el nombre de pulpa SAICCOR, en vez de la suspensión de pulpa sulfitada y se utilizó en la preparación de la hoja de poco peso, 36 mls. de la suspensión de partículas alargadas. Las hojas fibrosas tenían un tacto suave, un buen drapeado y extensibilidad. La resistencia a la tracción de las muestras en estado seco y cuando se caldraron se midió y arrojó el siguiente resultado:

	Volúmen de la suspensión al 1 % de pulpa	Volúmen de la suspensión de partículas alargadas	Resistencia a la tracción - después del secado.	Resistencia a la tracción - después del calandrado
	(mls.)	(mls.)	gramos/tejido	gramos/tejido
15.	100	54	1,4	2,1
	50	36	0,9	1,0
	100	CERO	0,3	0,2

EJEMPLO 3.

Se preparó una suspensión al 1% en peso de una pulpa de madera o pasta papelera absorbente mercerizada, conocida con el nombre SOIKA 10A pulpa, y se formaron varias muestras de materiales laminares fibrosos de cantidades escogidas de la suspensión mediante el procedimiento descrito en el Ejemplo 1 utilizando varias cantidades de una suspensión al 1% de partículas alargadas preparadas como se ha descrito en el Ejemplo 1. Las hojas fibrosas preparadas de esta forma tenían un tacto suave, buen drapeado y extensibilidad. Las resistencias a la tracción y los porcentajes de alargamiento al punto de rotura al secarse y después del ca-



landrado se midieron y arrojaron el siguiente resultado, junto con los resultados obtenidos sobre una hoja formada sin utilizar partículas alargadas.

	Volúmen de la pulpa	Volumen de la suspensión	Resistencia a la tracción	Id de la muestra	% de alargamiento	% de desdoblamiento
	(mls)	(mls)	(gramos/tejido)	(gramos/tejido)	%	%
5.	100	54	2.2	3.9	17.5	12.5
10.	100	72	2.3	3.5	16.0	15.0
	100	36	1.0	2.0	7.0	9.5
	50	27	1.5	2.0	11.0	10.0
	50	36	1.4	5.2	11.0	9.0
	100	CERO	0.04	0.03	0.0	0.0

20. EJEMPLO 4.

Se introdujo en el recipiente del aparato de evaluación de pulpa descrito en el Ejemplo 1, de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, una mezcla de 100 mls. de una suspensión al 1% de una pulpa sulfitada blanqueada conífera de un producto químico no batido y 54 mls. de una suspensión al 1% de partículas alargadas semi-cristalinas preparada por la congelación y fusión de una dispersión al 5% en peso de cloruro de polivinilideno y se formó una hoja fibrosa para muestra por el procedimiento descrito en el



302252

Ejemplo 1.

La hoja era rígida, dura e inextensible. La resistencia a la tracción cuando acabada de preparar y en estado seca fué de 1,5 gramos/tejido y la resistencia a la tracción después del calandrado a 120°C. y a una presión de 1/6 de tonelada/pulgada entre calandrias lisas fué de 3,6 gramos/tejido.

EJEMPLO 5.

Se diluyó con agua una dispersión acuosa de un copolímero de carboxilato butadieno-estireno (vendido en el mercado con el nombre de Marbon 18010 por Vinyl Products Limited de Carshalton, Inglaterra) hasta una concentración de 25 % de sólidos poliméricos en peso y se graduó su pH al 7,6 mediante la edición de ácido acético. Se aplicó aproximadamente un litro de la dispersión a la superficie de un tambor giratorio de un aparato descrito en nuestra solicitud nº 304301 la cual se mantuvo a -45°C mediante una mezcla de etanol-anhídrido carbónico sólido introducida en el interior del tambor. La dispersión se congeló en la superficie del tambor y se sacó en pedazos rotos por medio de un rascador. Al fundirse, los pedazos rotos de la dispersión congelada se convirtieron en una nata de partículas suspendidas en forma de plaquetas con una longitud aproximadamente de 0,05 milímetros. Al diluirse la nata con agua en una suspensión de una concentración aproximadamente del 1% de sólidos en peso, las plaquetas se unieron unas con otras para formar un precipitado floculento en el cual las cuerdas de las plaquetas tenían aproximadamente 3 milímetros de



303052

- longitud. Se agitó un volúmen de la suspensión diluída de partículas (1 % en peso de sólidos) conteniendo 0,5 gramos en peso de sólidos en una suspensión de 200mls. de pasta papelera sulfitada blanqueada Domajokodnova conteniendo 1,0 gramo de sólidos y la mezcla se agitó después en agua añadida previamente a un recipiente encima del tamiz de tela metálica del aparato de evaluación de pulpa utilizado en el Ejemplo 1.
- 5.
10. Entonces se prepararon hojas fibrosas, siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1. Las hojas, en estado seco, tuvieron una resistencia a la tracción de 1,5 gramos/tejido.
- N O T A
15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 30 de Octubre de 1.963 bajo el número 42948/63 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y
- 20.
25. siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España "Procedimiento para la fabricación de materiales laminares fibrosos", caracterizandose por lo siguiente.
30. 1ª.- Procedimiento para la fabricación de



303852

materiales laminares fibrosos", el cual comprende la formación de una mezcla en suspensión en agua de partículas aglutinantes alargadas de un material polimérico, formado mediante la congelación de una dispersión acuosa del material polimérico seguida por la fusión de la dispersión congelada, y fibras de pulpa y estirando la suspensión mixta contra una superficie porosa para precipitar las fibras sobre la superficie y unir las fibras contiguas unas con otras por medio de las partículas.

5. 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, en el cual la superficie porosa es un tamiz para la fabricación de papel.

10. 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª ó reivindicación 2ª, en el cual las partículas aglutinantes alargadas están presentes en los límites entre 40 y 50 partes en su peso en 100 partes en peso de fibras de pulpa.

15. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, reivindicación 2ª ó reivindicación 3ª, en el cual las fibras de pulpa son fibras de madera batida.

20. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, reivindicación 2ª ó reivindicación 3ª, en el cual las fibras de pulpa son fibras de madera no batida.

25. 6ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual el material polimérico es un elastomero polimérico.

30. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, en el cual el elastomero polimérico es caucho natural, un copolímero butadieno-acrilonitrilo, un



303852

copolímero butadieno-estireno, un copolímero butadieno -metacrilato o un poliacrilato.

5. 8ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en el cual el material polimerico es cloruro polivinilideno, cloruro polivinílico, o un copolímero de cloruro polivinílico.

10. 9ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la dispersión acuosa de material polimérico se congela rápidamente al ponerse la dispersión en contacto con una superficie metálica fría por lo menos a una temperatura no más elevada de -20°C.

15. 10ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el tejido fibroso es calandrado entre calandrias calientes.

20. 11ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual se añaden las fibras de pulpa a la dispersión acuosa de material polimérico antes de la congelación.

12ª.- "Procedimiento para la fabricación de materiales laminares fibrosos" tal como queda substancialmente descrita en la presente Memoria.

25. Esta memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 8 SEP 1954
BONDED FIBRE FABRIC LIMITED,

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY
S. A.