

Case 5424/E



309078

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR RECUBRIMIENTOS O ESTRATIFICACIONES SOBRE SOPORTES POROSOS O NO POROSOS", a favor de la firma CIBA SOCIETE ANONYME, entidad suiza, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de esta solicitud es un procedimiento para la preparación de recubrimientos o estratificaciones sobre soportes porosos o no porosos, que se caracteriza por aplicarse al substrato una mezcla, disuelta en un disolvente orgánico, de

5.

1) copolimerizados constituidos por

- a) 15 a 50% en peso de un éster vinílico de un ácido monocarboxílico alifático saturado,
- b) 40 a 80% en peso de un éster alquílico de un ácido carboxílico alifático, insaturado alfa, beta-etilénicamente, y

10.

3 09078

- 2 -



- c) 2 a 10% en peso de un ácido carboxílico alifático, insaturado alfa,beta-etilénicamente, y de
- 2) aminoplastos solubles en disolventes orgánicos, de preferencia éteres de 1,3,5-aminotriacinas metiloladas o urea,
5. los cuales aminoplastos se hallan preferentemente en cantidad de 5 a 30 % en peso con relación al copolimerizado (1), por secarse y por endurecerse a temperaturas de 100 a 180 °C.
- De preferencia, el copolimerizado (1) está compuesto por 25 a 35% en peso del componente a), por 60 a
10. 70% en peso del componente b) y por 4 a 6% en peso del componente c).. En calidad de componente a) entran en consideración los ésteres vinílicos de ácidos monocarboxílicos alifáticos saturados, con 1 a 5 átomos de carbono. Como ejemplos cabe citar el formiato de vinilo, el propionato
15. de vinilo y especialmente el acetato de vinilo. Los ésteres alquílicos del componente b) se derivan de ácidos carboxílicos alifáticos, insaturados alfa,beta-etilénicamente y con 3 a 5 átomos de carbono. Como tales cabe mencionar el ácido metacrílico, el ácido itacónico, el ácido fumárico,
20. el ácido crotonico y especialmente el ácido acrílico. La agrupación estérica se deriva con preferencia de alcoholes alifáticos saturados, con 1 a 12, y preferentemente 4 a 8, átomos de carbono. Ejemplos de ésteres alquílicos apropiados son el metacrilato de metilo, el acrilato de etilo, el
25. hexilo 2-etilhexilo, el metacrilato de dodecilo y especialmente el acrilato de n-butilo. En el caso del componente

3 09078



1965

- 3 -

c), se trata de ácidos carboxílicos alifáticos insaturados alfa,beta-etilénicamente, con 3 a 5 átomos de carbono, como por ejemplo el ácido metacrílico, el ácido crotonico, el ácido itacónico, el ácido fumárico y especialmente el ácido acrílico.

5. En concepto de aminoplastos solubles en disolventes orgánicos, entran preferentemente en consideración los éteres; solubles en disolventes orgánicos, de monoalcoholes alifáticos o alicíclicos con 1 a 6, y preferentemente 3 a 4 átomos de carbono y de urea metilolada o 1,3,5-aminotriazinas metiloladas, con 2 a 3 grupos amínicos. En calidad de 1,3,5-aminotriazinas cabe citar la benzoguanamina, la acetoguanamina, la formoguanamina y especialmente la melamina. Los éteres se derivan por lo general de compuestos metilólicos que contienen por lo menos 2 y preferentemente 6, grupos metilólicos, y se eterifica un mol del compuesto metilólico con 2 a 6, y preferentemente con 2 a 4, moles del monoalcohol. En concepto de alcoholes son aptos para la eterificación el metanol, el etanol, el alcohol n-propílico, el alcohol isopropílico, el alcohol hexílico, el ciclohexanol y especialmente el alcohol n-butílico.

10. Sumamente aptos como componente aminoplástico (2) son los éteres dibutílico, tributílico o tetrabutílico de la hexametilolmelamina.

15. La preparación de los copolimerizados utiliza-

20.

25.



bles según este invento se efectua de manera conocida mediante polimerización mixta en un disolvente orgánico, a temperaturas de 60 a 90° C y con empleo de un catalizador que ceda radicales libres. En concepto de disolventes orgánicos entran en consideración el tolueno, el xileno, la acetona, el dioxano y especialmente el éster acético o el dicloroetano simétrico.

5.

Para la preparación de recubrimientos o estratificaciones sobre soportes porosos son aptos los tejidos textiles, el papel o el cuero. Se obtienen recubrimientos muy ventajosos sobre los tejidos de nylon. En concepto de soportes no porosos entran en consideración los metales, la madera, el vidrio y los materiales de construcción. Las estratificaciones se distinguen por muy buena resistencia a los disolventes. En especial, resisten a un tratamiento repetido con tricloroetileno.

10.

15.

Las mezclas se obtienen combinando ambos componentes (1) y (2) a la temperatura ambiente. Se les pueden agregar también agentes de relleno o pigmentos, lo mismo que plastificantes u otras materias auxiliares.

20.

Las mezclas pueden aplicarse a los substratos de la manera ordinaria, por ejemplo mediante inmersión y consecutiva expresión hasta el contenido deseado, o mediante una máquina enrasadora, preferentemente con un dispositivo nivelador. También es posible la extensión con un

25.



FEB. 1965

- pincel o con un dispositivo rociador. Después del recubrimiento de los substratos, se efectúa un secado a la temperatura ambiente o a temperaturas superiores, de preferencia entre 40 y 80° C. El endurecimiento de los recubrimientos y las estratificaciones pueden efectuarse a temperaturas de 80 a 180° C y precedentemente de 130 a 160° C. Pero también es posible, sobre todo para preparar recubrimientos sobre materiales de construcción, cueros, metales, vidrio o papel o para preparar materias estratificadas a base de felpas de fibras de vidrio, efectuar a la temperatura ambiente, o sea a temperaturas de 18 a 25° C, la transformación de las mezclas al estado reticulado, insoluble.
- 5.
- 10:

- En los ejemplos que siguen, los porcentajes significan porcentajes en peso. "lavado SNV-3" significa el lavado del tejido a 60° C con 5 g/ litro de jabón más 2 g/ litro de sosa.
- 15.

E J E M P L O 1

- En un matraz de agitación de 500 cc, provisto de refrigerador en reflujo y termómetro, se calienta a la temperatura de reflujo (alrededor de 78° C) una solución de 77 g de acetato de vinilo, 56 g de acrilato de n-butilo y 7 g de ácido acrílico en 210 g de éster etílico de ácido acético. Luego se añaden 0,2 g de peróxido de benzoílo y se repite esta adición en intervalos de 1 hora cuatro veces
- 20.



más. A las 2 horas de la última adición, se refrigera. Se obtienen 438 g de una solución medianamente viscosa, que presenta un contenido de polímero del 38% aproximadamente. El rendimiento en polímero es del 93 al 94% del teórico.

5. 100 g de esta solución polimérica se mezclan con 5 g de una solución al 80% en n-butanol de un éter hexametilolmelamínico provisto de 2 a 3 grupos de éter n-butílico, y con 10 cc de éster acético. Con esta mezcla se recubre por 2 veces, con secado intermedio, un tejido de nylon que luego se seca a 80° C durante 15 a 20 minutos y se endurece a 150° C durante 5 minutos. El depósito de recubrimiento es de 18,35 g por m².

15. El tejido tiene un tacto seco, algo parecido al del papel. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida de la capa es del 13,5%. La prueba Heermann (examen de la impermeabilidad de los tejidos al agua en el ensayo con presión hidráulica; columna de agua de 150 cm max.) da todavía tanto después de 3 lavados SNV-3 como después del lavado con
20. tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.

E J E M P L O 2

Se polimeriza como se ha expuesto en el párrafo primero del ejemplo 1 una solución de 63 g de acetato de vinilo, 70 g de acrilato de n-butilo y 100 g de ácido acrí-



lico en 210 g de éster etílico de ácido acético.

Se obtienen 344 g de una solución de viscosidad mediana, que presenta un contenido de polímero de 37,6%.

El rendimiento en polímero es del 92% del teórico.

5. 100 g de esta solución polimérica se mezclan con 5 partes de una solución al 80% en n-butanol de un éter hexametilolmelamínico que contiene 2 a 3 grupos de éter n-butílico, y con 10 cc de éster acético.

10. Con la mezcla se trata, de la manera que se ha puesto en el ejemplo 1, un tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 19.07 g por m².

El tejido tiene un tacto muelle y seco. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida del recubrimiento es de 8%.

15. La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNV-5 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 c,.

E J E M P L O 3

20. Se polimeriza de la manera expuesta en el párrafo primero del ejemplo 1 una solución de 56 g de acetato de vinilo, 77 g de acrilato de n-butilo y 7 g de ácido acrílico en 210 g de éster etílico de ácido acético.

Se obtienen 351 g de una solución de viscosidad mediana, que presenta un contenido de polímero del 37,3%.



El rendimiento en polímero es del 92 al 93% del teórico.

5. 100 g de ésta solución polimérica se mezclan con 5 g de una solución al 80% en n-butanol de un éter hexametilolmelamínico que contiene 2 a 3 grupos de éter n-butílico, y con 10 cc de éster acético. Con la mezcla se trata de la manera expuesta en el ejemplo 1 un tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 18,4 g por m².

10. El tejido tiene un tacto seco, ligeramente semejante al del papel. Después de 3 x 30 minutos se inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida de recubrimiento es del 12,5%. La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNV-3 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.

15. E J E M P L O 4

Se polimeriza, de la manera expuesta en el primer párrafo del ejemplo 1, una solución de 26,6 g de acetato de vinilo, 105 g de acrilato de n-butilo y 8,4 g de ácido acrílico en 210 g de éster etílico de ácido acético.

20. Se obtienen 349 g de una solución de viscosidad mediana, que presenta un contenido de polímero de 37,8 %. El rendimiento en polímero es del 93 al 94% del teórico. 100 g de esta solución polimérica se mezclan con 5 g de una solución al 80% en n-butanol de un éter hexametilolmelami-

309078



- 9 -

nico que contiene 2 a 3 grupos de éter n-butílico y con 10 cc de éster acético, Con la mezcla se trata de la manera expuesta en el ejemplo 1 un tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 15,9 g por m².

5. El tejido tiene un tacto muelle y seco. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida de recubrimiento es de 8,9 %. La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNW-3 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.
- 10.

EJEMPLO 5

15. Se polimeriza, de la manera expuesta en el primer párrafo del ejemplo 1, una solución de 42 g de acetato de vinilo, 91 g de acrilato de n-butilo y 7 g de ácido acrílico en 210 g de éster etílico de ácido acético.

20. Se obtienen 340 g de una solución de viscosidad mediana, que presenta un contenido de polímero del 38,7%. El rendimiento en polímero es del 93 al 94% del teórico. 100 g de esta solución polimérica se mezclan con 5 g de una solución al 80% en n-butanol de un éter hexametilolmelamínico que contiene 2 a 3 grupos de éter n-butílico y con 10 cc de éster acético. Con la mezcla se trata, de la manera que se ha escrito en el ejemplo 1, un tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 18,34 g por m².

309078

- 10 -



- El tejido tiene un tacto muelle y seco. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida del recubrimiento es del 10,4 %.
- La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNV -3 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.

E J E M P L O 6

- Se mezclan 100 g de la solución polimérica descrita en el ejemplo 5 con 5 g de una solución al 75% en n-butanol de un éter mono-n-butílico de dimetilol-urea y con 20 cc de éster acético. Con la mezcla se trata de la manera que se ha expuesto en el ejemplo 1 tejido de nylon.

- El depósito de recubrimiento es de 13,2 g por m². El tejido tiene un tacto muelle y seco. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida del recubrimiento es de 13,1 %.
- La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNV-3 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.



FEB. 1967

E J E M P L O 7

Se mezclan 100 g de la solución polimérica descrita en el ejemplo 5 con 5 g de resina para laca constituida por una solución al 65% en n-butanol de una metilolbenzoguanamina eterificada con n-butanol, y con 20 cc de éster acético. Con la mezcla se trata de la manera que se ha expuesto en el ejemplo 1 tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 14,6 g por m².

El tejido tiene un tacto muelle. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida de recubrimiento es de 17,5 %. La prueba Heermann da todavía después de 3 lavados SNV-3 el valor máximo de 150 cm y, después del lavado con tricloroetileno, 111 cm de columna de agua.

15. E J E M P L O 8

Se mezclan 100 g de la solución polimérica que se ha expuesto en el ejemplo 5 con 5 g de éter pentametilico de hexametilmelamina (97 % de materia seca, el resto agua) y 20 cc de éster acético. Con la mezcla se trata, de la manera que se ha expuesto en el ejemplo 1, tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 13,8 g por m².



El tejido tiene un tacto muelle. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida de recubrimiento es de 11,5 %. La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNV-3 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.

E J E M P L O 9

Se mezclan 100 g de la solución polimérica que se ha descrito en el ejemplo 5 con 5 g de éter tetrametílico de hexametilmelamina (97 % de materia seca, el resto agua) y 20 cc de éster acético. Con la mezcla se trata, de la manera que se ha expuesto en el ejemplo 1, tejido de nylon. El depósito de recubrimiento es de 14,2 g por m². El tejido tiene un tacto muelle. Después de 3 x 30 minutos de inmersión en tricloroetileno a la temperatura ambiente, la pérdida de recubrimiento es de 13,2 %. La prueba Heermann da todavía, tanto después de 3 lavados SNV-3 como después del lavado con tricloroetileno, el valor máximo de 150 cm.



REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las solicitudes de patentes suizas núms. 1505/64 del 7 de Febrero de 1964 y del 12 de Enero de 1965, existiendo en ellas unidad de invención.

5.

1. Procedimiento para preparar recubrimientos o estratificaciones sobre soportes porosos o no porosos, que se caracteriza por aplicarse al substrato una mezcla, disuelta en un disolvente orgánico de:

10.

(1) copolimerizados constituídos por:

a) 15 a 50% en peso de un éster vinílico de un ácido monocarboxílico alifático saturado

15.

b) 40 a 80% en peso de un éster alquílico de un ácido carboxílico alifático insaturado alfa, beta-etilénicamente y



c) 2 a 10% en peso de un ácido carboxílico alifático insaturado alfa,beta-etilénicamente;

y de

5. (2) aminoplastos solubles en disolventes orgánicos, de preferencia éteres de compuestos metilólicos de urea o de 1,3,5-aminotriazinas, los cuales aminoplastos están presentes precedentemente en cantidad de 5 a 30% en peso en relación al copolimerizado (1),
10. por secarse y por endurecerse a temperaturas de 100 a 180° C.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza en que los componentes del copolimerizado son: a) acetato de vinilo; b) acrilato de n-butilo; y c) ácido acrílico.

15.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por emplearse un éter butílico de la hexamtilmelamina.

4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza por recubrirse un tejido de nylon.

20.

3 09078

- 15 -



5. Procedimiento para preparar recubrimientos o estratificaciones sobre soportes porosos o no porosos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 15 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid a 6 de Febrero de 1965

p.a.

JAIME ISERN

P. P.

v.f.