



No. 324.977

324977

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: GUMBERLAND CHEMICAL CORPORATION.

RESIDENCIA: 150 East 42nd Street, NEW YORK 17,

N.Y., ESTADOS UNIDOS.-

ENUNCIADO: "UN METODO DE PREPARACION DE UNA PIN-
TURA AL AGUA".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 444.412 del 31-3-65,
444.417 " 31-3-65 y
444.377 " 31-3-65.

324977



1 Este invento se refiere a composiciones para pintu
ras útiles para recubrimiento de superficies interiores y
exteriores.

5 Las pinturas al agua que contienen un polímero o -
copolímero sintético como ingrediente formador de película
son, naturalmente, bien conocidas y se encuentran en el -
mercado desde hace muchos años. Generalmente, sin embargo,
estas pinturas se suministran bien para uso en interiores
o bien para uso en exteriores. Ambos usos requieren el cum
10 plimiento de requisitos distintos y también entran en el -
cuadro factores económicos. Las pinturas para exteriores -
son las que han de cumplir los requisitos más rigurosos -
puesto que normalmente, una vez aplicadas, están expuestas
a condiciones mucho más severas, particularmente condicio
15 nes de temperatura. Por ejemplo, en muchas zonas del país
donde tales pinturas son utilizadas, corrientemente se ex
perimentan en verano temperaturas superiores a 90°F (32°C)
y en las mismas zonas las temperaturas invernales frecuen
temente bajan a 0°F (-18°C) o incluso más bajas. Como re--
20 sultado de todo ésto, la película de pintura, para ser sa
tisfactoria, no debe ablandarse hasta el punto de volverse
pegajosa a las elevadas temperaturas experimentadas duran
te los meses de verano y no debe volverse frágil ni agrie
tarse a las bajas temperaturas invernales. Si la película
25 de pintura se ablanda durante el verano, la suciedad y -
otras materias extrañas se adhieren a ella y la limpieza -
de la pintura se hace muy difícil o, en la mayor parte de
los casos, imposible, especialmente si la película de pin
tura se ha endurecido por haber bajado la temperatura. La
30 necesidad de evitar el agrietamiento de la película es evi



324977

1 dente, puesto que una película agrietada deja de proporcio
nar una protección continua a la superficie recubierta. Es
ta combinación de requisitos no ha sido cumplida con éxito
hasta ahora por ninguna pintura al agua que pueda ser apli
5 cada directamente sobre una superficie de madera nueva, es
decir, sobre la superficie de una madera que no haya sido -
previamente pintada o recubierta en alguna otra forma. Se
ha conseguido cierto éxito utilizando estas pinturas al -
agua sobre superficies de madera que han sido previamente
10 imprimadas con una capa de otra composición, generalmente
una composición para recubrimientos a base de aceite o una
composición al agua especial. Las anteriores condiciones -
que debe cumplir una pintura para exteriores han sido cum-
plidas en la forma discutida más arriba por unas composi-
15 ciones cuya producción es relativamente cara. En consecuen
cia, no se venden generalmente para uso en interiores por-
que no pueden competir comercialmente con otras composicio
nes vendidas para este fin. Puesto que las condiciones que
deben cumplir las pinturas de interior son mucho menos rí-
20 gidas que las de las pinturas para exteriores, las pinturas
al agua para interiores pueden prepararse a partir de ingre
dientes mucho menos caros y en forma mucho más económica.-
Por consiguiente, desde un punto de vista puramente econó-
mico, estas pinturas menos caras, que son adecuadas para -
25 uso interior pero totalmente inadecuadas para uso exterior
dominan el mercado de las pinturas para interiores.

30 Por lo tanto, existe la imperiosa necesidad de una
pintura al agua que pueda manufacturarse de manera relati-
vamente económica de forma que pueda competir con las pin-
turas de interior actualmente existentes, pero que también



1 pueda ser utilizada sobre superficies exteriores. Además,
existe la imperiosa necesidad de una pintura para exterior-
res que pueda ser aplicada con éxito sobre madera nueva -
sin necesidad de una capa de imprimación inicial.

5 Un objeto de esta invención es proporcionar una -
pintura al agua que cumpla las normas para uso exterior y
que pueda ser aplicada directamente sobre madera nueva.

Otro objeto de esta invención es proporcionar una
pintura del carácter indicado que también pueda ser utili-
10 zada en recubrimientos para interiores.

Otro objeto de la invención es proporcionar una -
pintura al agua que pueda ser utilizada en interiores y ex-
teriores, no solamente desde el punto de vista de su com--
portamiento sino también desde el punto de vista económico.

15 Según el presente invento, se proporciona una pin-
tura al agua que contiene los pigmentos apropiados y está
constituída por un látex de un copolímero sintético en la
cual el ingrediente formador de película es un copolímero
de acetato de vinilo - etileno con un contenido en etileno
20 relativamente elevado en la molécula de copolímero. La pin-
tura también puede contener cantidades adecuadas de estabi-
lizantes, agentes de suspensión y similares. Así pues, los
componentes individuales de la pintura al agua de la inven-
ción, aparte del látex de copolímero sintético, son materia-
25 les bien conocidos y artículos comerciales utilizados en -
las pinturas al agua. Sin embargo, el empleo de estos mate-
riales en un látex del tipo descrito más adelante propor--
ciona una composición para pinturas al agua que posee las
deseables características y ventajas a que nos hemos esta-
30 do refiriendo.

324977 - 1



1 Los látex de copolímero de acetato de vinilo - etileno que se utilizan de acuerdo con esta invención tienen, en la forma en que son producidos, un contenido en sólidos relativamente elevado, por ejemplo, un contenido en sólidos del 45 al 60%. Naturalmente, pueden diluirse fácilmente con agua para reducir el contenido en sólidos hasta cualquier valor deseado. Análogamente, los copolímeros pueden tener, y preferiblemente tienen, un contenido en etileno - relativamente alto, por ejemplo, superior al 15%, aunque también pueden encontrarse presentes cantidades inferiores. En general, los copolímeros tienen un contenido en etileno del 5 al 40%. Los látex también contienen copolímeros de acetato de vinilo - etileno de peso molecular relativamente elevado. Los copolímeros típicos de los látex utilizados en esta invención tienen unos valores de la viscosidad intrínseca comprendidos entre 1 y 2,5 decilitros/gramo, medidos en benceno a 30°C, lo que indica unos pesos moleculares relativamente altos. Además, el tamaño medio de partículas de los látex es de 0,1/μ a 2/μ, preferiblemente de 0,15/μ a 1,5/μ.

15 Para producir los látex de copolímero de acetato de vinilo - etileno para preparar las composiciones para pinturas de la invención, se copolimerizan el acetato de vinilo y el etileno en un medio acuoso a presiones no superiores a 100 atmósferas, en presencia de un catalizador y por lo menos un agente emulsionante, manteniendo el pH del sistema acuoso, mediante un agente regulador adecuado, entre los valores 2 y 6, y añadiendo el catalizador en porciones. El procedimiento es un proceso discontinuo que implica primero un periodo de homogeneización durante el cual

324977



1 el acetato de vinilo suspendido en el agua es agitado en to
da su masa en presencia de etileno a la presión de trabajo
para disolver dicho etileno en el acetato de vinilo hasta
5 el límite práctico de su solubilidad en las condiciones
existentes en la zona de reacción, mientras que el acetato
de vinilo se calienta gradualmente hasta la temperatura de
polimerización. El periodo de homogeneización va seguido
de un periodo de polimerización durante el cual el catali-
zador, que está constituido por un catalizador principal o
10 iniciador y puede incluir un activador, se añade fragmenta
damente, manteniendo el sistema prácticamente a presión
constante mediante la aplicación de una presión constante
de etileno.

15 Para llevar a cabo la polimerización de los monóme
ros pueden emplearse diversos catalizadores formadores de
radicales libres, tales como compuestos de tipo peróxido.
También son adecuados el tipo de catalizadores combinados
que emplea simultáneamente agentes reductores y agentes
oxidantes. El empleo de este tipo de catalizador combinado
20 es conocido generalmente en la técnica como "polimeriza--
ción redox" o "sistema redox". Con frecuencia, el agente
reductor es considerado como activador y el agente oxidan-
te como iniciador. Agentes reductores o activadores adecua
dos son los bisulfitos, sulfoxilatos u otros compuestos
25 que posean propiedades reductoras, tales como las sales fe
rrosas y las aminas aromáticas terciarias, por ejemplo las
N,N-dimetilanilinas. Entre los agentes oxidantes o inicia
dores se encuentran el peróxido de hidrógeno, los peróxi--
dos orgánicos tales como el peróxido de benzoílo, hidrope-
30 róxido de terc-butilo y similares; persulfatos, como el

324977



1 persulfato amónico o potásico; perboratos y similares. En-
tre los catalizadores combinados específicos o sistemas re-
dox que pueden ser utilizados se encuentran el peróxido de
5 hidrógeno y formaldehído-sulfoxilato de cinc; peróxido de
hidrógeno, persulfato amónico o persulfato potásico con me-
tabisulfito sódico, bisulfito sódico, sulfato ferroso, di-
metilanilina, formaldehído-sulfoxilato de cinc o formalde-
hído-sulfoxilato sódico. Es conveniente utilizar los peró-
xidos más solubles en agua, tales como el peróxido de hi-
10 drógeno, en lugar de los peróxidos más solubles en aceites,
tales como el hidroperóxido de terc-butilo, en el sistema
redox, para catalizar la polimerización del monómero de -
acuerdo con esta invención. Los sistemas redox catalizado-
res están descritos, por ejemplo, en "Fundamental Princi-
15 ples of Polymerization", por G.F. D'Alelio (John Wiley and
Sons, Inc., New York, 1952), págs. 333 y sig. También pue-
den emplearse otros tipos de catalizadores bien conocidos
en la técnica para polimerizar los monómeros con o sin la
adición de agentes reductores u otros materiales activan-
20 tes.

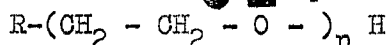
El catalizador se emplea en las proporciones del
0,1 al 2%, preferiblemente del 0,25 al 0,75%, sobre el pe-
so de acetato de vinilo introducido en el sistema. El acti-
vador se añade generalmente en solución acuosa y la canti-
25 dad del mismo es aproximadamente de 0,25 a 1 veces la del
catalizador.

Los agentes emulsionantes adecuados son los no ió-
nicos. Son agentes emulsionantes no iónicos adecuados los
condensados de polioxietileno. Los condensados de polioxie-
30 tileno pueden representarse por la fórmula general:



324977

1



5

10

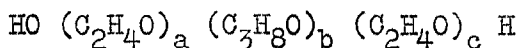
15

20

donde R es el residuo de un alcohol graso que contiene de 10 a 18 átomos de carbono, un alquil fenol, un ácido graso que contiene de 10 a 18 átomos de carbono, una amida, una amina, o un mercaptano y donde n es un número entero que vale 1 o más. Algunos ejemplos específicos de condensados de polioxietileno que pueden ser utilizados son los éteres alifáticos de polioxietileno tales como el polioxietilén - lauril éter, polioxietilén oleil éter, polioxietilén hidro abietil éter y similares; los polioxietilén alcaril éteres, tales como el polioxietilén nonilfenil éter, polioxietilén octilfenil éter y similares; los ésteres de polioxietileno con ácidos grasos superiores, tales como laurato de polioxietileno, oleato de polioxietileno y similares, así como los condensados de óxido de etileno con ácidos resínicos o ácidos del tall oil; los condensados de polioxietileno con amidas y aminas, tales como la N-polioxietilénlauramida y la N-lauril-N-polioxietilénamina y similares; y los polioxietilén tioésteres, tales como el polioxietilén n-dodeciltioéter.

25

Los agentes emulsionantes no iónicos que pueden usarse de acuerdo con esta invención también incluyen una serie de agentes superficialmente activos conocidos con el nombre de "Pluronic". Los "Pluronics" tienen la fórmula general:



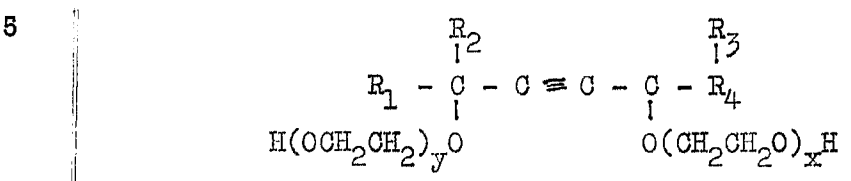
30

donde a, b y c son números enteros que valen 1 o más. A medida que b aumenta, los compuestos se hacen menos solubles en agua o más solubles en aceite y, por lo tanto, más hidrófobos, cuando a y c permanecen esencialmente constantes.

324977



1 Además, son muy adecuados una serie de aductos de
 óxido de etileno con glicoles acetilénicos vendidos comer-
 cialmente con el nombre de "Surfynol". Esta clase de com-
 puestos pueden representarse por la fórmula:



Donde R_1 y R_4 son radicales alquilo que contienen de 3 a 10
 átomos de carbono, R_2 y R_3 están seleccionados entre el gru-
 po formado por metilo y etilo, y x e y suman de 3 a 60, in-
 clusive.

Algunos ejemplos de agentes emulsionantes no ióni-
 cos que pueden ser empleados son los siguientes:

15 Un polioxietilén nonilfenil éter con un punto de -
 turbidez comprendido entre 126 y 133°F (52 y 58°C), vendido
 con el nombre comercial de "Igepal CO-630", y un polioxieti-
 lén nonilfenil éter con un punto de turbidez superior a 212
 °F (100°C), vendido con el nombre comercial de "Igepal CO-
 887". Un polioxietilén nonilfenil éter similar con un pun-
 to de turbidez de unos 86°F (30°C), vendido con el nombre -
 comercial de "Igepal CO-610". Un polioxietilén octilfenil -
 éter con un punto de turbidez comprendido entre 80 y 160°F
 (27 y 71°C) es vendido con el nombre comercial de "Triton
 X-100".

25 Un polioxietilén oleil éter con un punto de turbi-
 dez comprendido entre 80 y 160°F (27 y 71°C) vendido con -
 el nombre comercial de "Atlas G.3915" y un polioxietilén -
 lauril éter con un punto de turbidez superior a 190°F (88
 °C) vendido con el nombre comercial de "Brij 35".

30 Un polioxipropileno con un punto de turbidez de -

324977



1 unos 140°F (60°C) se vende con el nombre comercial de "Plu
ronic L-64" y un polioxipropileno con un punto de turbidez
de unos 212°F (100°C) se vende con el nombre comercial de
"Pluronic F-68". El "Pluronic L-64" es un polioxietilén-po
5 lioxipropilén glicol que responde a la anterior fórmula ge
neral dada para los "Pluronics" en el cual la cadena polio
xipropilénica tiene un peso molecular de 1500 a 1800 y el
contenido en polioxietileno es del 40 al 50% del peso to--
tal de la molécula. El "Pluronic F-68" es un polioxietilén-
10 polioxipropilén glicol que responde a la anterior fórmula
general dada para los "Pluronics" en el cual la cadena po
lioxipropilénica tiene un peso molecular de 1.500 a 1.800 y
el contenido en polioxietileno es del 80 al 90% del peso -
total de la molécula. Los "Pluronics" polioxipropilénicos
15 se obtienen por condensación del óxido de etileno sobre la
base de polioxipropileno y la naturaleza hidrófoba - hidró
fila del compuesto resultante se controla variando el peso
molecular de la base hidrófoba o de la presión hidrófila -
de la molécula.

20 Son representativos de los "Surfynoles" el "Surfynol
465" que es un aducto de óxido de etileno con 2,4,7,9-tetra
metildecinodiol que contiene por término medio 10 moles de
óxido de etileno por mol, y el "Surfynol 485" que correspon
de al "Surfynol 465" pero que contiene por término medio 30
25 moles de óxido de etileno por mol. El "Surfynol 465" tiene
un punto de turbidez de unos 145°F (63°C) y el "Surfynol
485" tiene un punto de turbidez superior a 212°F (100°C).

30 En todo lo que precede, los puntos de turbidez in
dicados están medidos en soluciones acuosas al 1%. Puede -
emplearse un solo agente emulsionante o una combinación de

324977



1 agentes emulsionantes. Cuando se emplean combinaciones de
agentes emulsionantes, es conveniente utilizar un agente -
emulsionante relativamente hidrófobo en combinación con un
agente relativamente hidrófilo. Un agente relativamente hi-
5 drófobo es aquél que tiene un punto de turbidez en solu- -
ción acuosa al 1% inferior a 190°F (88°C) y un agente rela-
tivamente hidrófilo es aquél que posee un punto de turbi-
dez en solución acuosa al 1% de 190°F (88°C) o más.

10 La gama útil de concentraciones totales de agentes
emulsionantes es del 0,5 al 5% sobre la cantidad de fase -
acuosa del látex, independientemente del contenido en sólidos.
También es conveniente utilizar estabilizantes del lá-
tex. Los estabilizantes empleados dependen, en parte, del
tamaño de partícula deseado para el copolímero. Por ejem-
15 plo, los látex de copolímero de acetato de vinilo - etile-
no preparados por el método descrito, pueden presentar va-
rias gamas de tamaños medios de partícula, como se ha indi-
cado. Cuando los látex han de tener un tamaño medio de par-
tícula muy pequeño, por ejemplo inferior a 0,25/μ, es con-
20 veniente utilizar como estabilizante un ácido etilénicamen-
te no saturado de hasta 6 átomos de carbono. Son ácidos ca-
racterísticos de este tipo el ácido acrílico, ácido meta--
crílico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido vinilsulfó-
nico y similares. Estos ácidos no saturados comunican una
25 mayor estabilidad a los látex. Tienen tendencia a copolime-
rizar con los monómeros del sistema. La cantidad adecuada -
de ácido no saturado utilizado es del 0,1 al 3% sobre el -
peso de acetato de vinilo, preferiblemente del 0,2 al 1%.

30 Por otra parte, cuando el látex tiene que tener un
tamaño medio de partícula superior a 0,25/μ, puede usarse

324977 -1



1 un coloide protector en la mezcla de polimerización como -
agente estabilizante, aunque si se desea puede emplearse -
un ácido no saturado. Pueden incorporarse diversas cantida
des de coloides a los látex, a voluntad, pero es preferi--
5 ble mantener la concentración de coloide al nivel más bajo
posible para asegurar un recubrimiento con buenas resisten
cias al agua y al frotamiento y sin embargo obtener la de-
seada viscosidad. La cantidad de coloide utilizada depende
rá también del tipo particular de coloide empleado. Los co
10 loides de peso molecular mayor suelen producir un látex de
mayor viscosidad que los obtenidos con cantidades simila--
res de un coloide de peso molecular inferior. Otras propie
dades de los coloides, aparte de su peso molecular, influ
yen también sobre la viscosidad de los látex y también so
15 bre las propiedades de las películas obtenidas a partir de
los mismos. Es conveniente mantener la concentración de co
loide en los látex entre el 0,05 y el 2% aproximadamente,
sobre el peso de látex total, y la hidroxietilcelulosa es
un coloide particularmente conveniente cuando se utiliza -
20 en los látex, pues comunica propiedades desusadamente bue
nas tanto a los látex poliméricos como a los recubrimien--
tos formados a partir de ellos.

También pueden emplearse otros diversos coloides -
con los látex de esta invención, tales como alcohol polivi
25 nílico, alcohol polivinílico parcialmente acilado, por ejem
plo acilado hasta el 50%, caseína, hidroxietilalmidón, car
boximetilcelulosa, goma arábica y similares, como es sabi
do en la tecnología de los látex de polímeros sintéticos.

Para mantener el pH del sistema en el valor desea
30 do, es conveniente añadir un agente regulador alcalino de

324977



1 cualquier tipo adecuado. Puede utilizarse como regulador o
tampón cualquier material alcalino que sea compatible con
el agente estabilizante. La cantidad de tampón ha de ser -
la suficiente para ajustar el pH del sistema dentro del in-
5 tervalo deseado. Los tampones preferidos son el bicarbona-
to sódico y el bicarbonato amónico debido a su compatibili-
dad con el sistema y a su bajo costo. La cantidad de tam-
pón es generalmente del 0,1 al 0,5% en peso aproximadamen-
te, sobre el peso de los monómeros. También pueden utili-
10 zarse otros tampones tales como fosfato disódico, acetato
sódico y similares.

Como se ha indicado previamente, pueden producirse
directamente por el procedimiento descrito látex con conte-
nidos en sólidos relativamente elevados. En el procedimien-
15 to pueden emplearse para polimerizar el acetato de vinilo
temperaturas de reacción más bajas de las que hasta la fe-
cha han sido económicamente factibles. Se ha hallado que -
utilizando temperaturas de reacción más bajas se obtienen
copolímeros de acetato de vinilo-etileno de mayor peso mo-
20 lecular. La temperatura de reacción puede controlarse me-
diante la velocidad de adición del catalizador y la veloci-
dad de disipación del calor de la mezcla. Generalmente es
conveniente mantener una temperatura media de unos 50°C du-
rante la polimerización de los monómeros y evitar tempera-
25 turas muy superiores a 80°C. Aunque pueden utilizarse tempe-
raturas hasta de 0°C, económicamente el límite inferior de
temperatura es de unos 30°C.

El tiempo de reacción también variará con las otras
variables, tales como temperatura, catalizador y grado de
30 polimerización deseado. Generalmente es conveniente prose-

324977



1 guir la reacción hasta que queda sin reaccionar menos del
0,5% de acetato de vinilo. En estas circunstancias, se ha
encontrado que generalmente es suficiente para completar -
la polimerización un tiempo de reacción de unas 6 horas, -
5 pero también se han utilizado tiempos de reacción compren-
didos entre 3 y 10 horas y, si se desea, pueden emplearse
otros tiempos de reacción.

Para llevar a cabo la polimerización, inicialmen--
te se carga en la vasiija de polimerización una cantidad im
portante del acetato de vinilo y se satura con etileno en
10 la forma discutida anteriormente. Lo más conveniente es -
cargar inicialmente por lo menos el 75% aproximadamente -
del total de acetato de vinilo que va a polimerizarse, pre
feriblemente por lo menos alrededor del 85%, y añadir el -
15 resto del acetato de vinilo en porciones en el curso de la
polimerización. También puede cargarse todo el acetato de
vinilo inicialmente, sin adiciones suplementarias. Cuando
nos referimos a adiciones en porciones, ya sea de acetato
de vinilo, catalizador o activador, se trata de adiciones
20 uniformes tanto con respecto a la cantidad como a los in--
tervalos de tiempo.

La cantidad de etileno que entra a formar parte -
del copolímero depende de la presión, la agitación y la -
viscosidad del medio de polimerización. Así, para aumentar
25 el contenido en etileno del copolímero, se emplean presio-
nes más elevadas pero, incluso para introducir el 40% o -
más de etileno en el copolímero, no son necesarias presio-
nes superiores a 100 atmósferas. Sin embargo lo más adecua
do es emplear una presión de unas 10 atmósferas como míni-
30 mo. Análogamente, cuando se desean altos contenidos en eti

324977



1 leno, debe emplearse una intensa agitación y deben evitar-
se viscosidades altas siendo preferible una viscosidad ba-
ja. Con respecto a la viscosidad, de 30 a 150 centipoises
se considera una viscosidad baja, de 151 a 800 centipoises
5 se considera una viscosidad media y de 801 a 3.000 centi--
poises se considera una viscosidad elevada.

El procedimiento de preparación del látex de copo--
límico de acetato de vinilo-etileno comprende generalmente
la preparación de una solución acuosa que contenga por lo
10 menos parte del agente emulsionante y estabilizante y el -
sistema regulador del pH. Esta solución acuosa y la carga
inicial de acetato de vinilo se introduce en la vasija de
polimerización y se aplica la presión de etileno del valor
deseado. Como se ha mencionado anteriormente, la mezcla se
15 agita en toda su masa para disolver el etileno en el aceta-
to de vinilo y en la fase acuosa, continuando la agitación
hasta que prácticamente se ha alcanzado el equilibrio. Es-
to requiere generalmente unos 15 minutos. No obstante, pue-
de ser necesario un tiempo menor dependiendo de la vasija,
20 la eficacia de agitación, el sistema específico y simila--
res. En cualquier caso, midiendo la caída de presión del -
etileno en la forma habitual, puede determinarse fácilmente
si se ha alcanzado prácticamente el equilibrio. Es convenien-
te calentar la carga a la temperatura de polimerización du-
25 rante este periodo de agitación. La agitación puede reali-
zarse por sacudidas, por medio de un agitador o por cual--
quier otro mecanismo conocido. A continuación se inicia la
polimerización introduciendo cantidades iniciales del cata-
lizador y del activador, cuando se hace uso de éste. Des--
30 pués de haberse iniciado la polimerización, el catalizador

324977 -7



1 y el activador se añaden en porciones a medida que son ne-
cesarios para continuar la polimerización y, similarmente
se añade el acetato de vinilo restante, en su caso.

5 Como se ha mencionado, generalmente se prosigue la
reacción hasta que la cantidad de acetato de vinilo resi--
dual es inferior al 0,5%. El producto de la reacción com--
pletada se deja entonces enfriar hasta aproximadamente la
temperatura ambiente, mientras se mantiene herméticamente
10 el pH a un valor comprendido entre 4,5 y 7, preferiblemen-
te entre 6 y 6,5 para asegurar la máxima estabilidad.

15 El tamaño de partícula del látex puede ser regula-
do por la cantidad de agente o agentes emulsionantes no -
iónicos empleados y por la utilización o no utilización -
de un agente estabilizante coloidal. Así, para obtener ta-
maños de partícula más pequeños se emplean cantidades ma--
yores de agente emulsionante y no se emplean agentes esta-
bilizantes coloidales. Por ejemplo, para obtener un tama--
ño medio de partícula inferior a unas 0,25/u, la cantidad
20 total de agente emulsionante no iónico debe ser por lo me--
nos alrededor del 2%, sobre el peso de la fase acuosa del
látex, y no debe emplearse agente estabilizante coloidal o
si se emplea, debe hacerse solamente en cantidades muy pe-
queñas.

25 Por otra parte, cuando se desean tamaños de partí-
cula de 0,25/u y mayores, debe emplearse como máximo alre-
dedor del 2% de agente emulsionante total, sobre el peso de
la fase acuosa del látex, y debe incluirse un agente esta-
bilizante coloidal en las cantidades previamente indica--
30 das. Como regla general, cuanto menor sea la cantidad em--

324977



1 pleada de agente emulsionante y mayor la cantidad de agente
estabilizante coloidal incluida en el sistema del látex,
mayor será el tamaño medio de partícula. Inversamente, -
cuanto mayor sea la cantidad de agente emulsionante emplea
5 da y menor la de agente estabilizante coloidal, incluida -
la total ausencia de este último, menor será el tamaño me-
dio de partícula. Debe entenderse, que en cada caso, los va
lores para las cantidades y tamaños a que nos hemos referi
do se encuentran todos dentro de los intervalos de valores
10 previamente especificados en la anterior descripción.

La pintura puede prepararse a partir del látex me-
diante las técnicas habituales utilizadas en la prepara- -
ción de pinturas a partir de látex de polímeros sintéticos.
Sin embargo existe un método preferido que ha resultado dar
15 la pintura deseada con facilidad y en un tiempo mínimo. En
el método preferido de preparación de la pintura, el pig- -
mento se mezcla en un mezclador con los agentes dispersan-
tes que pueden ser un agente superficialmente activo no -
iónico soluble en agua, un dispersante de pigmentos o un -
20 agente superficialmente activo, aniónicos, solubles en -
agua, y un espesante soluble en agua. Si se desea puede -
omitirse el espesante en la pasta, añadiéndolo durante el
adelgazado. Generalmente los ingredientes mencionados se -
mezclan para formar una pasta espesa durante un tiempo mí-
25 nimo de 20 minutos. En este momento puede añadirse, si se
desea, un agente antiespumante, tal como fosfato de tribu-
tilo.

A continuación la pasta se reduce o adelgaza con el
látex. Normalmente, en la preparación de pinturas de látex
30 al agua corrientes en este momento se añade, durante el -

324977



1 adelgazado, un disolvente coalescente para mejorar la fu-
sión de las partículas en una película continua y es con-
veniente utilizarlo en la preparación de la película de es-
ta invención. Por ejemplo, es adecuado como disolvente coa-
5 lescente el acetato de dietilenglicol monoetil éter o simi-
lares.

En general, es conveniente que el pH de la pintura de látex completa se encuentre entre 7 y 10 aproximadamen-
te y preferiblemente entre 7,5 y 9 aproximadamente.

10 En la preparación convencional de pinturas de lá-
tex es práctica común añadir un agente de antibloqueo resi-
noso, duro y soluble. Los polímeros de látex corrientes -
son de naturaleza termoplástica. A no ser que pueda utili-
zarse calor o disolventes para facilitar la coalescencia de
15 las partículas, éstas deben hacerse suficientemente blan-
das para permitir dicha coalescencia. Como resultado de -
ello, la película corriente carece inherentemente de dure-
za y es necesario incluir en la pintura de látex un agente
de antibloqueo resinoso, duro, que sea soluble en el medio
20 acuoso. El agente de antibloqueo es aquél que, al evaporar-
se el medio acuoso, produce una resina con un punto de -
ablandamiento notablemente superior al de la resina de la
cual están compuestas las partículas de látex. Los deriva-
dos resínicos tales como los preparados por esterificación
25 o hidrogenación son agentes de antibloqueo resinosos duros
típicos.

El agente de antibloqueo aumenta la resistencia a
bloquearse o adherirse entre las superficies pintadas some-
tidas a temperaturas elevadas o altas presiones. Se cree -
30 que el agente de antibloqueo forma una película alrededor

324977



1 de las partículas coalescentes del polímero del látex cuando la película de pintura se está formando. Cuando se evapora el medio acuoso, el agente de antibloqueo endurece, reduciendo el efecto de las partículas de látex termoplásticas sobre la dureza de la película. Es otra característica de la presente invención el que no sea necesario el empleo de un agente de antibloqueo. La película depositada a partir del látex es por sí misma suficientemente antibloqueo.

10 La mezcla de reducción o adelgazante contiene parte o la totalidad del espesante. También pueden incluirse en la dilución otros ingredientes, tales como fungicidas, o bien pueden añadirse previamente. El acetato de fenilmercurio es un fungicida adecuado.

15 Entre los pigmentos adecuados que pueden utilizarse de acuerdo con esta invención se encuentran los dióxidos de titanio en forma de rutilo finamente dividido. No obstante, también pueden emplearse otros pigmentos aparte del dióxido de titanio en forma de rutilo. Ejemplos de pigmentos que pueden emplearse para producir pinturas de acuerdo con esta invención son el dióxido de titanio tal como el conocido con el nombre de "Titanox RA-50"; litopón tal como "Albalith 14"; óxido de antimonio; baritas; sílice de diatomáceas, por ejemplo "Celite 281"; talco tal como "Nytal 300"; arcilla tal como la vendida con el nombre de "ASF 400"; mica por ejemplo mica molida al agua de 325 mallas; óxidos de hierro rojo, amarillo, negro y marrón, por ejemplo "Irox Red 1380" y "Mapico Brown"; óxidos granates; rojo de cadmio; rojo de toluidina; rojo para; entonador de litol; amarillo de cadmio; amarillo hansa; amarillo de ben

324977



1 cidina; naranja de dinitroanilina; verde de óxido de cromo; verde de ftalocianina; azul de ftalocianina; negro de lámpara; negro de humo; negro mineral y pigmentos luminosos.

5 Las partículas de los pigmentos no deben tener un diámetro superior a unas 50/μ, pero son adecuados tamaños incluso tan pequeños como 0,1/μ. La cantidad de pigmento utilizada puede variar pero generalmente un máximo práctico es el de 6 libras por galón de pintura acabada (719 g/litro).

10 Entre los agentes superficialmente activos no iónicos solubles en agua preferidos, utilizados en la preparación de la pintura de látex, se encuentran los descritos en relación con la preparación del látex resinoso. El agente superficialmente activo no iónico, soluble en agua, cuando se utiliza, se incluye en cantidades comprendidas entre el 0,01 y el 1,5% en peso aproximadamente, sobre el peso total de la pintura de látex.

15 Se prefieren los espesadores celulósicos y entre éstos son satisfactorios los siguientes: metilcelulosa, hidroxietilcelulosa y carboximetilcelulosa. Otros espesadores que pueden utilizarse son el alcohol polivinílico, goma arábiga, goma de tragacanto, poliacrilato amónico, poliacrilato sódico, alginato amónico y alginato sódico. El espesador se utiliza generalmente en proporciones comprendidas entre el 0,1 y el 3% en peso aproximadamente sobre el peso total de la pintura de látex.

20 Los dispersantes aniónicos preferidos de pigmentos son los compuestos por sales sódicas polimerizadas del ácido alquilnaftalensulfónico. Otros dispersantes aniónicos que pueden ser utilizados con la sal sódica de un ácido al

25

30

324977



1 quilaril-sulfónico polimerizado; una sal de guanidina de -
monoetilfenol; y una sal sódica de un ácido sulfónico con-
densado. Otros agentes superficialmente activos aniónicos
típicos están descritos, por ejemplo, en el Capítulo 2 de
5 "Surface Active Agents and Detergents" por A. M. Schwartz
J. S. Perry y J. Berch (Vol. 2, 1958, Interscience Publis-
hers, New York). Cuando se utiliza, el dispersante anióni-
co se incluye en proporciones comprendidas entre el 0,01 y
el 1,5 por ciento en peso aproximadamente sobre el peso to-
10 tal de la pintura de látex.

Las proporciones relativas de los diversos compo- -
nentes de la composición para pinturas de esta invención -
pueden variar para adaptarse a los requerimientos indivi--
duales y, en general, la composición contiene las siguien-
15 tes proporciones, por cada 100 partes de resina copoliméri-
ca, dándose todas las partes en peso:

	Látex de copolímero acetato de vinilo-etileno (sólidos)	100 partes
	Pigmento, p. ejemplo dióxido - de titanio	10 a 1000 partes
20	Agente (σ) dispersante (s)	0,5 a 10 partes
	Disolvente coalescente	0 a 10 partes
	Agua la necesaria para dar un contenido en sólidos de	40 a 60 por ciento

25 Naturalmente debe entenderse que pueden incluirse
en la pintura de esta invención otros aditivos corrientes
usuales en la preparación de pinturas de látex al agua.

La invención quedará mejor ilustrada con referen-
cia a los siguientes ejemplos de aplicación práctica, de-
biendo entenderse que estos ejemplos se dan con fines ilus-
30 trativos solamente y no son limitativos de la invención.



324977

1

Ejemplo 1

En un reactor de presión de acero inoxidable, de 25 galones (110 litros) de capacidad, provisto de controles de temperatura y un agitador, se carga:

5

20.000 g de agua

680 g de Igepal 887

340 g de Igepal 630

128 g de sal sódica del ácido vinilsulfónico

38 g de laurilsulfato sódico

10

56 g de ácido cítrico

24 g de fosfato disódico hidratado

22.600 g de acetato de vinilo.

15

El reactor se purga entonces con nitrógeno y etileno para desplazar todo el oxígeno, después de lo cual se añaden 300 g de persulfato potásico. La carga se calienta a 50°C. Durante el periodo de calefacción se introduce etileno hasta una presión de 36 atm. y el agitador se coloca a 230 r.p.m. El equilibrio entre el etileno en la bolsa de vapor y el disuelto en el acetato de vinilo se alcanza en 15 minutos como indica la interrupción del paso de etileno desde la bala de suministro al reactor. Entonces se inicia la polimerización añadiendo 25 g de una solución al 4% de Formopon (formaldehído-sulfoxilato sódico). La polimerización es completa al cabo de 4½ horas, en cuyo momento han sido utilizados 1500 g de solución al 4% de Formopon y una cantidad adicional de 10 g de persulfato potásico. El látex se enfría a la temperatura ambiente y se neutraliza hasta pH 6 con amoníaco. Se obtiene un látex de copolímero de acetato de vinilo-etileno con las siguientes propiedades:

20

25

30

324977



1

48% de sólidos

19% de etileno en el copolímero

Viscosidad intrínseca = 2,1 (100 ml/g, benceno,
30 °C)

5

Tamaño de partícula = 0,21 μ

T_{135} = 0°C

T_4 = + 6°C

10

(T_{135} es la temperatura a la cual el módulo de torsión es 135.000 lb/in² (9491 kg/cm²) y T_4 es la temperatura a la cual el módulo de torsión es 10.000 lb/in² (703 kg/cm²) determinado según ASTM-D1043-61T).

El contenido en etileno se determina adecuadamente mediante el índice de saponificación, en la forma acostumbrada.

15

Análogamente la viscosidad intrínseca se determina por las técnicas habituales, por ejemplo según el procedimiento descrito en las páginas 309-314 de "Principles of Polymer Chemistry" por Paul J. Flory (Cornell University Press - 1963), utilizando un viscosímetro Ubbelohde (de nivel suspendido) a 30°C. La determinación se hace en diversos disolventes tales como benceno, acetona, metiletilcetona y similares.

20

Ejemplo 2

En el reactor del Ejemplo 1 se cargan:

25

14.500 g de agua

157 g de Cellosize QP-300

218 g de Igepal 887

151 g de Igepal 630

9 g de ácido acético

30

17.000 g de acetato de vinilo

Después de purgar el reactor con nitrógeno y eti-

324977



1 leno, se añaden 20 g de persulfato potásico en forma de -
solución al 4%. Durante el periodo de calefacción a 50°C,
se introduce etileno a una presión de 36 atmósferas y el
5 agitador se coloca a 270 r.p.m. El equilibrio entre el -
etileno en la bolsa de vapor y el disuelto en la fase lí-
quida se alcanza en unos 15 minutos, después de lo cual -
se inicia la polimerización añadiendo continuamente solu-
ción de Formopon. En porciones se añade persulfato potási-
co a medida que se necesita. La polimerización se comple-
10 ta en 10½ horas.

El látex resultante tiene las siguientes propieda-
des:

Sólidos - 53%

Contenido en etileno del copolímero - 18%

15 Viscosidad - 710 centipoises

Viscosidad intrínseca = 2,85 (benceno, 30°C)

Tamaño medio de partícula - 1,3

$T_{135} = -1°C.$

$T_4 = + 8°C$

20 Como se observará en los anteriores Ejemplos, el -
ácido no saturado previamente mencionado en la discusión -
de los estabilizantes puede emplearse no solamente en su -
forma de ácido libre sino también en forma de sal tal como
la sal sódica. Análogamente se observará que los agentes -
25 estabilizantes especificados pueden omitirse y ésto es par-
ticularmente cierto si se encuentra presente una pequeña -
cantidad, por ejemplo hasta el 0,5% sobre el látex, de un
agente superficialmente activo aniónico, o si se forma una
sustancia coloidal en el curso de la polimerización. El -
30 agente superficialmente activo aniónico puede ser de cual-

324977



1 quiera de los tipos conocidos, como los descritos, por -
ejemplo, en el Capítulo 2 de "Surface Active Agents and -
Detergents" por A.M. Schwartz, J.S. Perry y J. Berch (Vol.
2, 1958, Interscience Publishers, New York). Un agente su
5 perficialmente activo aniónico particularmente adecuado -
es el laurilsulfato sódico.

Ejemplo 3

La siguiente pintura fué preparada añadiendo a 182
partes del látex del ejemplo 2 los siguientes materiales -
10 en las cantidades indicadas:

	Cellosize QP-4400, solución al 3% (hidroxiethyl celulosa)	200 partes
	Antiespumante (Nopco NDW)	2 "
	Tamol 731 (Sal sódica de un agente superficialmente activo aniónico carboxilado)	5 "
15	Igepal CO-610 (Nonil-fenoxi-polioxiethyl netanol)	3 "
	Etilenglicol	18 "
	Ti-Pure R-610 (dióxido de titanio)	150 "
	Lorite (carbonato cálcico/silicato)	240 "
20	Acetato de fenilmercurio (18% de mercurio)	0,3 "
	Acetato de carbitol (acetato de dietilenglicol monoethyl éter)	10 "
	Agua	292 "
	Látex (Ejemplo 2)	182 "

25 Los ensayos de la pintura demostraron que poseía
excelentes poder cubriente y resistencia al frotamiento.

Ejemplo 4

Utilizando de nuevo el látex del Ejemplo 2, se
preparó la siguiente fórmula para pinturas:

30 Cellosize QP-4400, solución al 3% 125 partes

324977



1	Polyglycol P-1200 (polipropilenglicol)	3 partes
	R y R 551 (lecitina)	5 "
	Sulfynol TG (mezcla de diterc-acetilen-	
	glicol y aducto de nonilfenol y óxido de	
5	etileno	3 "
	Etilenglicol	20 "
	Nopco NDW (antiespumante)	2 "
	Ti-Pure 510	225 "
	Talco (Nytal 300)	117 "
10	Acetato de fenilmercurio (18% de mercurio)	8 "
	Agua	169 "
	Carbitol (dietilenglicol monoetil éter)	16 "
	Látex (Ejemplo 2)	418 "

15 Los resultados de los ensayos de exposición con esta pintura fueron excelentes comparados con los de pinturas vinilacrílicas comerciales y con los de Rhoplex AC-34, una pintura totalmente acrílica.

Ejemplo 5

20 El látex del Ejemplo 1 se utilizó en una pintura de la siguiente fórmula:

20	Cellosize QP-4400, solución al 3%	190 partes
	Tamol 731	5 "
	Igepal CO-610	1,5 "
	Nopco NDW	3 "
25	Etilenglicol	25 "
	Ti-Pure R-510 (dióxido de titanio)	120 "
	Zeohex 80 (silicoaluminato sódico hidratado)	40 "
	Witcarb R (carbonato cálcico precipitado)	100 "
30	Talco (Asbestine 3X)	150 "

324977



1	Acetato de fenilmercurio	0,3 partes
	Acetato de carbitol	8 "
	Agua	265 "
	Látex (Ejemplo 1)	215 "

5 La pintura tiene buenas propiedades de lavado, presenta excelentes propiedades de retoque, uniformidad de color y excelente fusión a 380°F (300). Las películas transparentes de esta pintura presentan mejor alargamiento que los copolímeros de acetato de vinilo comerciales.

10 Las propiedades de retoque se determinan pintando a brocha grandes superficies sobre tableros de yeso tanto nuevos como previamente pintados con muestras coloreadas de la pintura a ensayar. Al cabo de 1 hora, 1 día y 3 días se repintan pequeñas superficies y, una vez secas se determinan la falta de uniformidad de color, de uniformidad de brillo o cualquier otro defecto visual que ponga más en evidencia la superficie retocada que la zona que la rodea.

15 Las pruebas de aptitud para el lavado se realizaron de acuerdo con el Federal Test Method Standard No. 141 método 6142 con la excepción de que el tiempo de secado se redujo a 48 horas a 72°F ± 2° (22°C ± 1°), sin ciclo de cocido al final. La resistencia a la abrasión en húmedo también se determinó de la misma forma, utilizando una pasta al 50% de Ajax en agua para sustituir a la solución de Ivory al 0,5%.

20 Para determinar las propiedades de fusión a baja temperatura, un aplicador Bird de 0,003 mils (0,00076 mm.) una plantilla Morest HC (encolado a un panel de vidrio para darle rigidez), y la pintura a ensayar coloreada en azul medio se preconditionaron durante 1 hora en un refri

30

324977



1 gerador especial colocado a $40^{\circ}\text{F} \pm 1^{\circ}$ ($4,4^{\circ}\text{C} \pm 0,50$). Des-
pués la pintura se extiende y se deja secar durante 18 ho-
ras a esta temperatura, después de lo cual se determina vi-
sualmente la uniformidad de su color.

5 Los látex de copolímero de acetato de vinilo-étilo
no descritos anteriormente son susceptibles de ser reticu-
lados con ciertos agentes de reticulación que tienen el -
efecto de aumentar la resistencia a los disolventes de las
películas producidas por las composiciones de esta inven-
10 ción y de mejorar las propiedades a temperatura elevada de
estas películas. Así, para los fines de las composiciones
de esta invención, son particularmente útiles el cianurato
de trialilo y el acrilato de glicidilo y se considera den-
tro del alcance de esta invención el uso, en particular, -
15 de estos dos agentes de reticulación para modificar la re-
sina de copolímero de acetato de vinilo-etileno básica en
un látex y en una composición para pinturas como la descri-
ta más arriba.

20 Los polímeros resultantes pueden ser considerados
como interpolímeros de acetato de vinilo-etileno-cianurato
de trialilo y acetato de vinilo-etileno-acrilato de glici-
dilo. La cantidad de cianurato de trialilo es del 0,01 al
1% del acetato de vinilo y la cantidad de acrilato de glici-
25 dilo es de 0,5 al 10% del acetato de vinilo. Los interpolí-
meros de los látex utilizados en esta invención tienen vis-
cosidades intrínsecas típicas de 1 a 2,5 decilitros/gramo,
medidas en benceno a 30°C , lo que indica pesos moleculares
relativamente altos. Además, los látex tienen un tamaño me-
30 dio de partícula de $0,1/\mu$ a $2/\mu$, preferiblemente de $0,15/\mu$
a $1,5/\mu$.

324977



1 Preferiblemente el cianurato de trialilo se carga
 inicialmente igual que el acetato de vinilo pero también -
 puede añadirse completamente en porciones. Es preferible -
 añadir el acrilato de glicidilo en porciones. Cuando se ha
 5 bla de adición en porciones, ya sea acetato de vinilo, cia
 nurato de trialilo, acrilato de glicidilo, catalizador o -
 activador, se trata de adiciones esencialmente uniformes,
 tanto en cantidad como en intervalos de tiempo.

10 Las proporciones relativas de los diversos compo--
 nentes de la composición para pinturas de esta invención -
 que contiene interpolímeros de acetato de vinilo-etileno-
 cianurato de trialilo o de acetato de vinilo-etileno-acri-
 lato de glicidilo pueden variar para adaptarse a los requere-
 15 rimientos individuales, pero, en general, las composicio--
 nes contienen las siguientes cantidades, por cada 100 par-
 tes de resina, siendo todas las cantidades en peso:

	Látex de interpolímero de acetato de vi- nilo-etileno-cianurato de trialilo (sólidos)	100 partes
20	Pigmento, por ejemplo dióxido de tita- nio	10 a 1000 partes
	Agente (s) dispersante (s)	0,5 a 10 partes
	Disolvente coalescente	0 a 10 partes
	Agua - suficiente para dar un contenido en sólidos de	40 a 60 %
25	Látex de interpolímero de acetato de vi- nilo-etileno-acrilato de glicidilo (sólido)	100 partes
	Pigmento, por ejemplo dióxido de titanio	10 a 1000 partes
	Agente (s) dispersante (s)	0,5 a 10 partes
	Disolvente coalescente	0 a 10 partes
30	Agua - suficiente para proporcionar un - contenido en sólidos de	40 a 60 por ciento

324977 -7



1 Los siguientes Ejemplos se dan para ilustrar la -
presente invención cuando se utiliza un látex que contiene
cianurato de trialilo o acrilato de glicidilo.

Ejemplo 6

5 En un reactor de presión de acero inoxidable, de
25 galones (110 litros) de capacidad, provisto de contro--
les de temperatura y un agitador, se cargan:

20.000 g de agua

680 g de Igepal 887

10 340 g de Igepal 630

128 g de sal sódica de ácido vinilsulfónico

38 g de laurilsulfato sódico

56 g de ácido cítrico

24 g de fosfato disódico hidratado

15 22.600 g de acetato de vinilo

6,15 g de cianurato de trialilo

El reactor se purga entonces con nitrógeno y etile
no para desplazar todo el oxígeno, después de lo cual se -
añaden 300 g de persulfato potásico. La carga se calienta
a 50°C. Durante el período de calefacción se introduce eti
20 leno a una presión de 36 atm. y el agitador se coloca a
230 r.p.m. El equilibrio entre el etileno en la bolsa de -
vapor y el disuelto en el acetato de vinilo se alcanza en
15 minutos como lo indica la interrupción del paso de eti-
25 leno desde la bala de suministro al reactor. Entonces se -
inicia la polimerización añadiendo 25 g de una solución al
4% de Firmopon (formaldehído-sulfoxilato sódico). La poli-
merización es completa al cabo de 4½ horas, en cuyo momen-
to se han utilizado 1500 g de solución al 4% de Firmopon y
30 una cantidad adicional de 10 g de persulfato potásico. El

324977 -



1 látex se enfría a la temperatura ambiente y se neutraliza a pH 6 con amoniaco. Se obtiene un látex de copolímero de acetato de vinilo-etileno con las siguientes propiedades:

- 48,3% de sólidos
- 5 23 % de etileno en el copolímero
- 86% de sustancias insolubles en benceno
- Tamaño de partícula inferior a 0,18/u

$$T_{135} = -7^{\circ}\text{C}$$

$$T_4 = + 4^{\circ}\text{C}$$

10 (T_{135} es la temperatura a la cual el módulo de torsión es 135.000 lb/in² (9.491 kg/cm²) y T_4 es la temperatura a la cual el módulo de torsión es 10.000 lb/in² (703 kg/cm²) de terminado de acuerdo con ASTM-D1043-61T).

Ejemplo 7

15 El látex del Ejemplo 6 se utiliza en una pintura de la siguiente fórmula:

	Cellosize QP-4400, solución al 3%	190 partes
	Tamol 731	5 "
	Igepal CO-610	1,5 "
20	Nopco NDW	3 "
	Etilenglicol	25 "
	Ti-Pure R-510 (dióxido de titanio)	120 "
	Zeolex 80 (sílicocaluminato sódico hidratado)	40 "
25	Witcarb R (carbonato cálcico precipitado)	100 "
	Talco (Asbestine 3X)	150 "
	Acetato de fenilmercurio	0,3 "
	Acetato de carbitol	8 "
	Agua	265 "
30	Látex (Ejemplo 6)	215 "

324977-7



1 Esta pintura tiene buena aptitud para el lavado, -
presenta excelentes propiedades de retoque, uniformidad de
color, aceptación del esmalte y fusión a 380F (30C). Las
5 películas transparentes de esta pintura son más elásticas
y superan en las características anteriores a los copolíme
ros vinilacrílicos comerciales.

Ejemplo 8

10 En un reactor a presión de acero inoxidable, de 25
galones (110 litros) de capacidad, provisto de controles -
de temperatura y un agitador, se cargan:

- 20.000 g de agua
- 680 g de Igepal 887
- 340 g de Igepal 630
- 128 g de sal sódica de ácido vinilsulfónico
- 15 38 g de laurilsulfato sódico
- 56 g de ácido cítrico
- 24 g de fosfato disódico hidratado
- 22.600 g de acetato de vinilo

20 El reactor se purga entonces con nitrógeno y etile
no para desplazar todo el oxígeno, después de lo cual se -
añade 300 g de persulfato potásico. La carga se calienta a
50°C. Durante el período de calefacción se introduce etile
25 no a una presión de 36 atm. y el agitador se coloca a 230
r.p.m. El equilibrio entre el etileno en la bolsa de vapor
y el disuelto en el acetato de vinilo se alcanza en 15 mi-
nutos como indica la interrupción del paso de etileno des-
de la bala de suministro al reactor. Entonces se inicia la
polimerización añadiendo 25 g de una solución al 4% de For
30 mopon (formaldehido-sulfoxilato sódico). La polimerización
es completa al cabo de 4½ horas, en cuyo momento se han -

324977-7



1 utilizado 1500 g de solución al 4% de Formopon y una canti-
dad adicional de 10 g de persulfato potásico. En el curso
de la polimerización se han añadido, en porciones, 1200 g
de acrilato de glicidilo. El látex se enfría a la tempera-
5 tura ambiente y se neutraliza a pH 6 con amoniaco. Se ob-
tiene un látex de interpolímero de acetato de vinilo-etile
no-acrilato de glicidilo con las siguientes propiedades:

48,3 % de sólido

28 % de etileno en el copolímero

10 Viscosidad intrínseca = 0,57 (100 ml/g, benceno, 30°C)

Tamaño de partícula inferior a 0,18/μ

$T_{135} = -7^{\circ}\text{C}$

$T_4 = + 4^{\circ}\text{C}$

15 (T_{135} es la temperatura a la cual el módulo de torsión es
135.000 lb/in² (9491 kg/cm²) y T_4 es la temperatura a la -
cual el módulo de torsión es 10.000 lb/in² (703 kg/cm²) -
determinado de acuerdo con ASTM-D1043-61T).

Ejemplo 9

20 El látex del Ejemplo 8, al que se ha añadido el 2%
(sobre el contenido en sólido) de acetato sódico se utili-
za en una pintura de la siguiente fórmula:

	Cellosize QP-4400, solución al 3%	190 partes
	Tamol 731	5 "
	Igepal CO-610	1,5 "
25	Nopco MDW	3 "
	Etilenglicol	25 "
	Ti-Pure R-510 (dióxido de titanio)	120 "
	Zeolex 80 (sílicoaluminato sódico hidra- tado)	40 "
30	Witcarb R (carbonato cálcico precipitado)	100 "

324977-7



1	Talco (Asbestine 3X)	150 partes
	Acetato de fenilmercurio	0,3 "
	Acetato de carbitol	8 "
	Agua	265 "
5	Látex (Ejemplo 8)	215 "

Esta pintura tiene buena aptitud para el lavado, -
 presenta excelentes propiedades de retoque, uniformidad de
 color, aceptación del esmalte, y fusión a 380F (300). Las
 películas transparentes de esta pintura son más elásticas
 10 y superan en las anteriores características a los copolíme-
 ros vinilacrílicos comerciales.

Se observará que pueden introducirse diversos cam-
 bios y modificaciones en las realizaciones de la invención
 descrita, sin apartarse del alcance de la misma tal como -
 queda definida en las reivindicaciones anejas y se preten-
 15 de, por lo tanto, que toda la materia contenida en la des-
 cripción precedente sea interpretada solamente como ilus--
 trativa y no como limitativa de la invención.

En resúmen, la Patente de Invención que se solici-
 20 ta, recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

1. Un método de preparación de una pintura al agua
 por combinación de un látex de un polímero sintético y un
 pigmento, caracterizado por el hecho de que el látex em- -
 25 pleado está constituido por una dispersión en un medio acu-
 so de un copolímero de acetato de vinilo-etileno con un ta-
 maño de partícula comprendido entre 0,1/u, y 2,5/u, y que
 contiene del 5 al 40% en peso de etileno, teniendo dicho co-
 polímero una viscosidad intrínseca de 1 a 2,5 decilitros/
 30 gramo medida en benceno a 30°C o estando reticulado con -

324977 - 7



1 cianurato de trialilo o acrilato de glicidilo.

2. Un método según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el copolímero contiene por lo menos el 15% de etileno.

5 3. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita :
"UN METODO DE PREPARACION DE UNA PINTURA AL AGUA".

10 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de treinta y cinco páginas mecanografiadas.

Madrid, 31 de Marzo de 1.966

BERNARDO UNGRIA

p.p.

15 

20

25

30