

340705



MAY. 1967

MEMORIA DESCRIPTIVA
DE

UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS, EN ESPAÑA,
A FAVOR DE COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN, DE NACIONALIDAD
FRANCESA, RESIDENTE EN NEUILLY-SUR-SEINE (FRANCIA)
Boulevard Victor Hugo, 62,

s o b r e:

"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE AGENTES ANTIESTATICOS
PARA TRATAMIENTO DE ARTICULOS TALES COMO, EN PARTICULAR,
HILOS TEXTILES DE MATERIAS INORGANICAS, PARTICULARMENTE
DE VIDRIO"

340705



La presente invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de agentes antiestáticos para el tratamiento de artículos tales como en particular hilos textiles de materias inorgánicas, en particular hilos de vidrio, pudiendo estos agentes antiestáticos más particularmente ser introducidos en el líquido denominado "líquido de recubrimiento" (ensimage), destinado a asegurar la cohesión del hilo y su protección en el curso de las manipulaciones.

Es conocido utilizar como agentes antiestáticos complejos de cromo, del tipo Werner, obtenidos haciendo reaccionar sobre sales de cromo trivalentes ácidos alifáticos saturados o no de cadena lineal con más de 8 átomos de carbono.

Es conocido igualmente utilizar con este mismo objeto, complejos del tipo Werner obtenidos haciendo reaccionar ácidos alifáticos no saturados, de cadena lineal, con menos de 8 átomos de carbono, sobre sales de cromo trivalentes.

Uno de los inconvenientes de estos agentes antiestáticos conocidos es que, durante la utilización ulterior del hilo recubierto de un líquido de recubrimiento que contenga estos agentes, para la obtención de productos estratificados, la mojabilidad del hilo por las resinas de estratificación es en general fuertemente disminuída. Se obtienen, pues, estratificados cuyo aspecto presenta defectos y cuyas características mecánicas son netamente disminuídas.

Por otra parte, en el caso de agentes obtenidos por reacción de ácidos alifáticos saturados o no con más

340705



1967

de 8 átomos de carbono sobre sales de cromo trivalentes, es necesario utilizar una cantidad relativamente importante de estos productos para obtener un efecto antiestático conveniente. Se comprueba que el hilo tratado se hace flexible, de donde se derivan dificultades serias para cortar el hilo, lo que hace difícil su utilización para la obtención de artículos tales como fieltros destinados en particular a la fabricación de productos estratificados.

10 Finalmente en el caso de agentes antiestáticos obtenidos por reacción de ácidos alifáticos no saturados con menos de 8 átomos de carbono sobre sales de cromo trivalente, se comprueba una contracción importante de las películas de recubrimiento durante el secado, lo que puede entrañar su quebrado.

15 La invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de agentes antiestáticos que no presentan estos inconvenientes.

20 Los agentes antiestáticos según el procedimiento de la invención son obtenidos por reacción de una sal de cromo trivalente con un ácido alifático de cadena lineal saturada que tenga al menos 8 átomos de carbono o sus derivados substituídos por uno o varios grupos halógeno, nitro, hidroxilo, mercapto o aromático, pudiendo este último a su vez ser substituído por uno o varios grupos nitro, hidroxilos, halógenos, ciano, mercapto, alcoholes.

25 Estos agentes antiestáticos presentan un gran interés en todos los casos en que las transformaciones del hilo exigen contactos que se traducen por la generación de electricidad estática. Su utilización es particu-

30

340705

larmente ventajosa en el caso de hilos destinados a ser cortados (por ejemplo para la fabricación de fieltros), tejidos, enrollados o molidos. Pueden igualmente ser utilizados en el caso de películas, escamas o análogos.

5 A título de ejemplo, se pueden citar los ácidos siguientes utilizados para reaccionar sobre sales de cromo trivalentes y obtener los agentes antiestáticos según la invención:

- 10 1 - ácidos alifáticos saturados con cadena lineal con menos de 8 átomos de carbono:
- los ácidos acético, propiónico, butírico, valérico; mono-, di- y tricloro-bromo-, o iodo-acético; nitro-acético, hidroxiacético; cianoacético; tioglicólico.
- 15 2 - ácidos aromáticos;
- los ácidos benzóico, nitrobenzóico, hidroxibenzóico, cianobenzóico.
- 3 - ácidos arilalkil cuya cadena lineal posee un número de átomos de carbono inferior a 8:
- 20 - los ácidos fenilacético, nitrofenilacético, hidroxifenil-acético.

Los agentes antiestáticos según la invención pueden ser utilizados conjuntamente con las composiciones de recubrimiento habituales.

25 Pueden ser utilizados en mezcla con los recubrimientos compuestos de un modo general por:

- agentes de encolado; acetato de polivinilo, resinas poliéster, resinas epoxídicas, resinas acrílicas o incluso copolímeros de estos diferentes productos o finalmente,
- 30 mezcla de estas diversas resinas.

340705



- agentes plastificantes que se añaden eventualmente al agente de encolado para disminuir su rigidez.
- agentes suavizantes que son generalmente derivados amoniacados o ciertos suavizantes poliésteres.
- 5- - agentes de unión que son productos bien conocidos tales como silanos y complejos de sales de cromo trivalentes y ácidos no saturados elegidos por su afinidad con las resinas utilizadas anteriormente para la estratificación.
- agentes anejos tales como bases o ácidos necesarios por ejemplo para modificar el pH.
- 10 - productos de carga tales como, kaolín, talco...susceptibles de modificar la velocidad de deslizamiento del recubrimiento.

15 Se utilizarán cantidades de productos antiestáticos comprendidas entre 0,1 y 2,5% y más particularmente entre 0,2 y 1,25% de producto comercial al 20% de producto activo con relación al total del recubrimiento.

A continuación se indica un ejemplo de recubrimiento con agente antiestático según la invención:

20	"Rhodopas 6.000"	5%	
	ftalato de butilo	0,70%	
	"Sodamine CA"	0,70%	
	"Rhodorsil 3172 W"	0,60%	
	complejo de cromo	0,75%	
25	amoniacado al 10%	} para ajustar el pH a 5,5	
	ácido acético glacial		
	agua desionizada		Cantidad necesaria para obtener la concentración deseada.

30 El "Rhodopas 6000" y el Rhodorsil 3172 W" son productos vendidos en el comercio por la Sdad Rhône-Poulenc.



340705

La "Sodamine" es el producto vendido en el comercio por la sociedad Barnier (Valence).

5 El "Rhodopas 6000" es una emulsión acuosa de acetato de polivinilo al 56% de concentración, con una viscosidad de (9300 ± 750) cPs a 20°C , con $\text{pH } 5,0 \pm 0,5$, siendo la dimensión de las partículas dispersas de 1 a 2 micras.

10 La "Sodamine CA" es polihidroxilamina estearamida, bajo forma de complejo acético al 31-33% de concentración en materia activa.

El "Rhodorsil 3172 W" es viniltrisetoximetoxisilano.

15 El complejo de cromo utilizado puede ser el producto obtenido por reacción del ácido paranitrobenzónico sobre una sal de cromo trivalente.

Por "agua desionizada" se entiende un agua cuyos aniones y cationes han sido eliminados, con $\text{pH } 6,2$ a $9,2$ y resistencia eléctrica del orden de 500 megohmios.

20 La composición antes citada es preparada del modo siguiente:

25 a) - A la cantidad necesaria de emulsión de acetato de polivinilo (Rhodopas 6000) se añade el agua desionizada, a razón del 10% de la masa de esta emulsión, y luego, bajo agitación, se introduce lentamente la cantidad correspondiente de ftalato de butilo. Se mantiene seguidamente la agitación durante 24 horas a la temperatura de 20°C aproximadamente.

30 b) - En otro recipiente, se añade muy lentamente y bajo agitación, el viniltrisetoximetoxisilano



340705

(Rhodorsil 3172 W) en la mitad del agua desionizada necesaria para la preparación del recubrimiento, a 15°C máximo y llevada a un pH comprendido entre 3 y 4.

La agitación es mantenida durante 30 minutos.

5 c) - Se dispersa, bajo agitación, la polihidroxilamina estearamida (Sodamine CA) en tres veces su peso de agua desionizada a 60°C.

10 Después de disolución, se introduce, manteniendo la agitación, una cantidad de agua desionizada, a una temperatura comprendida entre 15 y 20°C igual a 2,5 veces la masa de agua caliente.

d) - Se vierte, bajo agitación, el acetato de polivinilo plastificado por el ftalato de butilo preparado en a)

15 e) durante la agitación, se añade al líquido obtenido en d) la solución obtenida en c).

f) Se diluye el complejo de cromo del ácido paranitrobenzoico con al menos su volumen de agua desionizada y se añade bajo agitación a la mezcla preparada en e).

20 g) Siempre bajo agitación, se lleva la mezcla f) a la concentración deseada por adición de la cantidad necesaria de agua desionizada, a una temperatura comprendida entre 15 y 20°C, y luego se lleva el pH a un valor comprendido entre 5,3 y 5,7. Según los casos, por adición
25 de amoníaco al 10% de concentración o por el ácido acético glacial.

Los hilos recubiertos de dicho producto de recubrimiento que contiene agente antiestático cuya preparación acaba de ser descrita, deben antes de su empleo, ser
30 secados durante un tiempo de 6 a 24 horas a una temperatura

340705



comprendida entre 100 y 170°C.

N O T A

En resumen, esta patente de invención se contrae a las siguientes reivindicaciones:

- 5 1ª.- "Procedimiento de fabricación de agentes antiestáticos para tratamiento de artículos tales como, en particular, hilos textiles de materias inorgánicas, particularmente de vidrio", caracterizado porque consiste en hacer reaccionar una sal de cromo trivalente con un ácido alifático
- 10 de cadena lineal saturada, que tiene al menos ocho átomos de carbono o sus derivados substituídos por uno o varios grupos halógeno, nitro, hidroxilo, mercapto o aromático, pudiendo este último a su vez ser substituído por uno o
- 15 varios grupos nitro, hidroxilo, halógeno, ciano, mercapto o alcohol.
- 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los ácidos utilizados para reaccionar sobre dicha sal de cromo trivalente son los ácidos acético, propionico, butírico, valérico; mono-, di y tricloro-,
- 20 bromo- o iodo-acético; nitroacético, hidroxiacético; ciano-acético; tioglicólico.
- 3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los ácidos empleados para reaccionar sobre la mencionada sal de cromo trivalente son los ácidos ben-
- 25 zóico, nitrobenzóico, hidroxibenzóico, cianobenzoico.
- 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dichos ácidos empleados para reaccionar sobre la mencionada sal de cromo trivalente son los ácidos fenilacético, nitrofenilacético, fenoxiacético.
- 30 5ª.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE AGENTES ANTIESTATICOS

340705



MAY 1967

5 PARA TRATAMIENTO DE ARTICULOS TALES COMO, EN PARTICULAR,
HILOS TEXTILES DE MATERIAS INORGANICAS, PARTICULARMENTE
DE VIDRIO", según queda descrito y reivindicado en la
precedente memoria y nota reivindicatoria, que constan
de 9 páginas mecanografiadas.

Madrid, 18 MAY. 1967

COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN.