

368,792

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE C-09
SUB-CLASE D

PATENTE DE INVENCIÓN

MAR. 1971



## Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PINTURAS.

*Solicitante* HARLOW CHEMICAL COMPANY LIMITED, entidad  
inglesa, residente en : 51-55 Strand,  
LONDRES, C.W.2., Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento para preparar pinturas, en especial pinturas policromas.

Las pinturas policromas, que comprenden en general dos o más colores, ya se encuentran disponibles en el mercado. Las pinturas policromas propuestas hasta

5.



- el momento se han elaborado dispersando lacas de nitrocelulosa u otras lacas a base de disolventes orgánicos en soluciones coloidales dispersables en agua, de celulosa de metilo, por ejemplo, o dispersando pinturas a base de agua en soluciones o dispersiones a base de disolvente. Las lacas contienen disolventes hidrófobos, por ejemplo, acetatos de alquilo y cetonas y las fases de color se mantienen separadas de este modo y se secan las pinturas produciendo películas policromas.
- 5.
10. No obstante, estando preparadas a base de disolventes orgánicos volátiles las pinturas policromas propuestas hasta el momento presente tienen un cierto número de graves desventajas. Principalmente, tienen una temperatura baja de inflamabilidad y se encuentran sometidas a las reglamentaciones de seguridad aplicables a los materiales celulósicos, las cuales imponen graves restricciones respecto a su transporte, almacenamiento y uso. En segundo lugar, producen un olor desagradable que puede permanecer durante varios días después de la pintura.
- 15.
20. El presente invento se basa en la observación de que se pueden preparar pinturas policromas útiles a base de soluciones acuosas y especialmente emulsiones acuosas.
25. El presente invento proporciona por consiguiente un procedimiento para la producción de una pintura, especialmente una pintura policroma, que comprende el hacer que una solución o emulsión acuosa pigmentada se precipite o gelifique y, si fuera necesario, triturar el precipitado o gel pigmentado formado de este modo por
- 30.



ra producir una dispersión.

5. La precipitación o gelificación puede llevarse a cabo por métodos físicos, por ejemplo, calentamiento, pero en general supone una ventaja mezclar la solución o emulsión acuosa con una sustancia, o una solución acuosa de la misma, que reaccione con la primera solución o emulsión acuosa para producir la precipitación o gelificación.

10. De un modo más especial el presente invento proporciona un procedimiento para la producción de una pintura, especialmente una pintura polícroma, que se caracteriza porque una emulsión acuosa de color estabilizada por medio de un coloide protector se mezcla con una solución acuosa de una sustancia que reaccione con el coloide protector haciendo que gelifique la emulsión y, si fuera necesario, triturando el gel así formado y produciendo de este modo una dispersión que comprende una fase interna en dispersión de la emulsión de color.

15. Se comprenderá que el término "emulsión" según se utiliza en esta memoria descriptiva comprende emulsiones combinadas. Por ejemplo, se pueden utilizar pinturas en emulsión disponibles en mercado como materia prima. En general, se pueden utilizar cualquiera de las emulsiones conocidas hasta el momento presente en el ramo de la pintura incluyendo, por ejemplo, homopolímeros o polímeros mixtos de acetato de vinilo u otros compuestos con insaturación etilénica, por ejemplo, ésteres acrílicos.

20. Cuando se trata de emulsiones que contengan un agente tensioactivo como emulsor en lugar de un

25.

30.

1 MAR. 1977



coloide protector, se puede añadir una sustancia que reaccione con el emulsor haciendo que se precipite la fase en dispersión.

- Se comprenderá que el precipitado o gel forma una fase interna acuosa en dispersión en una fase externa o continua acuosa. Por consiguiente, el presente invento proporciona también una pintura que comprende una o más fases en dispersión acuosa de color en una fase continua acuosa. En muchos casos supone una ventaja añadir un aglutinante peliculígeno adicional a las pinturas producidas por el procedimiento del invento presente. El aglutinante se añade preferiblemente en una cantidad que alcanza hasta un 20% en peso basado en el peso total de la pintura y puede ser incoloro o, si así se desea, de color. Es preferible que no afecte o se vea afectado por el agente de precipitación o gelificación. La adición del aglutinante mejora la velocidad del secado, control del brillo, resistencia al agua, capacidad de lavado y duración de la capa poliéroma.
5. En una forma preferente de realización del presente invento, se produce una pintura poliéroma por un procedimiento que comprende mezclar una emulsión acuosa pigmentada estabilizada por medio de un coloide protector del alcohol polivinílico con una solución acuosa de bórax.
10. Por ejemplo, se añade una solución de bórax agitando la mezcla a una solución de un éter celulósico, por ejemplo, celulosa de metilo o celulosa de hidroximetilo, hasta que se obtiene una solución homogénea espesada.
15. Después se añade una emulsión de acetato de polivinilo
- 20.
- 25.
- 30.

1 MAR. 1971

- estabilizada con alcohol polivinílico de un solo color, que se puede haber reducido con agua a una consistencia fluida, lentamente a la solución espesadora que contiene el bórax. A medida que la emulsión penetra en la solución espesadora el estabilizador de alcohol polivinílico se gelifica por la acción del bórax. Generalmente se utiliza un agitador que reduce la emulsión gelificada a partículas de menor tamaño hasta que se obtiene una dispersión satisfactoria. No obstante, puede suponer una
5. ventaja pulverizar la emulsión estabilizada con alcohol polivinílico en la solución espesadora para que se formen inmediatamente partículas de gel de menor tamaño. Añadiendo dos o más emulsiones de colores diferentes a las soluciones pesadoras según se ha descrito, se obtiene una dispersión policroma. Esta dispersión puede aplicarse por pulverización sobre una superficie donde se secará por pérdida de agua para producir una película continua policroma.
10. Para evitar la exudación de color de las partículas gelificadas en las soluciones espesadoras, ha demostrado suponer una ventaja el combinar la emulsión dispersando primero el colorante o pigmento seco en un plastificante, por ejemplo, ftalato de dibutilo y plastificando después la emulsión de un modo normal. Ha demostrado ser aún más ventajoso el dispersar dióxido de
15. titanio en el plastificante, por ejemplo, ftalato de dibutilo, plastificando después la emulsión y dando después color a la base blanca de  $TiO_2$  hasta alcanzar la tonalidad necesaria añadiendo un colorante hidrodispersable a la emulsión plastificada.
- 20.
- 25.
- 30.

1 MAR.



El colorante hidrodispersable puede contener un agente humectante iniónico. Entre dichas dispersiones de colorante iniónico se pueden mencionar, por ejemplo, la gama disponible en el mercado de tintes Colanyl.

5. No obstante, en algunos casos la utilización de dispersiones de colorantes iniónicos puede producir una cierta cantidad de "exudación" de color de la emulsión teñida durante la formación del gel habiéndose averiguado que el uso de materiales catiónicos como son, por ejemplo, los agentes tensioactivos catiónicos para dispersar los pigmentos colorantes, seguido del teñido de la base blanca con la dispersión catiónica, reduce enormemente la exudación durante la formación del gel.

10. Se puede obtener una reducción aún mayor de exudación por la incorporación de un agente tensioactivo catiónico en la dispersión plastificante, por ejemplo, la dispersión de dióxido de titanio/fitalato de dibutilo.

15. Entre los agentes tensioactivos catiónicos idóneos se pueden mencionar en especial los agentes tensioactivos disponibles en el mercado "Duomeen" y "Etho-duomeen" (Armour Hess).

20. Se ha averiguado en algunos casos que la agitación, mientras se añade la emulsión estabilizada con alcohol polivinílico a la solución espesadora que contiene bórax, produce floculación de las partículas de gel con la formación de aglomerados que se hunden hasta el fondo del recipiente mezclador. Por lo tanto, supone una ventaja incorporar en la solución espesadora un agente tixotrópico que imponga una "estructura" en la solu-
- 25.
- 30.



5. ción y reduzca al mínimo el movimiento o desplazamiento de las partículas de gel. Entre dichos agentes tixotrópicos se encuentran Zircomplex PA y PN, titranato de trietanolamina y, especialmente, "LAPONITE S" (LAPONITE es una marca registrada de Laporte Industries Limited).

10. Como medida alternativa a la adición de la emulsión a una solución de bórax, también se puede añadir ácido bórico a emulsiones ácidas, virtiendo después la mezcla resultante en una solución alcalina, manteniendo el pH por encima de 7 en todo momento.

15. Utilizando una gran proporción de dispersión gelificada pigmentada con un primer color y una proporción relativamente pequeña de una dispersión gelificada pigmentada con un segundo color, se puede obtener una pintura que, al secarse, producirá un fondo continuo del primer color tachonado con el segundo color. Se observará que el fondo se forma en sí a partir de pequeñas partículas de gel del color predominante.

20. Hasta el momento se ha averiguado que incorporando una emulsión como aglutinante en la pintura se pueden mejorar enormemente las propiedades finales de la película seca. Dicha emulsión debe ser resistente a la gelificación por bórax. Las emulsiones idóneas comprenden, por ejemplo, aquellas estabilizadas con un coloide de

25. éter de celulosa. Entre las propiedades mejoradas por esta modificación se encuentran la velocidad de secado, control del brillo, resistencia al agua y capacidad de lavado. Es preferible hacer alcalino el aglutinante de emulsión antes de incorporarlo en la pintura, puesto que

30. de otro modo se podría ver inhibida la formación de dis-



persión de gel.

- Aunque el bórax es especialmente ventajoso cuando se utiliza con emulsiones estabilizadas con alcohol polivinílico, se pueden emplear otras sustancias que gelifiquen alcohol polivinílico, por ejemplo, sales de cromo.
- 5.

- En una segunda forma especialmente preferida del presente invento se producen pinturas polícromas mezclando emulsiones de color que contienen éteres celulósicos con soluciones o dispersiones de arcillas de forma que las emulsiones formen fases internas en dispersión en una fase continua que comprende la solución o dispersión de la arcilla.
- 10.

- La fase externa o continua contiene preferiblemente al menos un 0,5% de arcilla expresado como porcentaje del peso total de la pintura, aún cuando se pueden emplear menores cantidades.
- 15.

- Las emulsiones pueden estabilizarse, por ejemplo, por medio de coloides protectores. Si el coloide protector es un éter celulósico, será preferible que la emulsión contenga un exceso de éter celulósico para que reaccione con la arcilla en el proceso de elaboración del invento.
- 20.

- Supone una ventaja que el éter celulósico sea celulosa de hidroxietilo. Son preferibles las soluciones de celulosa de hidroxietilo de gran viscosidad, por ejemplo, la que se vende como Natrosol 250 MHR.
- 25.

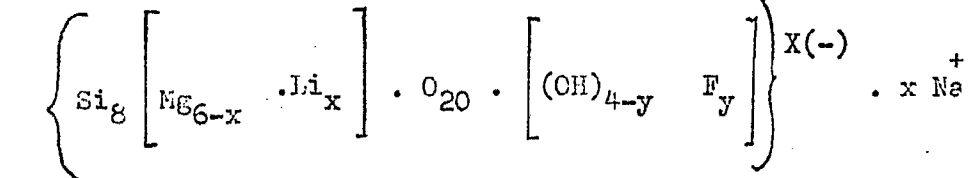
- Con preferencia, la arcilla es una arcilla natural o sintética del tipo de montomorillonite, especialmente "LAFONITE C" vendida por Laporte Industries Limited (LAFONITE es una marca registrada de Laporte Industries
- 30.



Limited). Las arcillas LAPONITE que se describen en las patentes británicas 1.054.111 y 1.155.595, son arcilla sintéticas, hinchables, generalmente hidrófilas, vendidas como polvos blancos de libre fluencia. Pueden ser descritas como

5.

silicatos de sodio-magnesio y en general tienen la fórmula



en la que x es superior a 0 pero inferior a 6 e y es la 1 a

4. LAPONITE S tiene el siguiente análisis específico en peso

seco: SiO<sub>2</sub>, 55,9%; MgO, 26,7%; Li<sub>2</sub>O, 1,9%; F, 8,3%; Na<sub>2</sub>O,

10.

4,3%, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,04%; CaO, 0,10%, SO<sub>3</sub>, 0,05%; CO<sub>2</sub>, 0,24%; y H<sub>2</sub>O estructural, 3,6%.

La dispersión de arcilla LAPONITE contiene ventajosamente uno o más agentes humectantes, por ejemplo,

surfactantes aniónicos de polifosfatos, tales como "Calgon"

15.

y "Tetron" (ambas marcas registradas) los cuales reducen la viscosidad de la dispersión y reducen la tendencia que tiene la dispersión a espesarse y endurecerse al quedar en reposo.

La emulsión que contiene éter celulósico uti-

20.

lizada en el proceso del presente invento comprende ventajosamente de un 5 a un 45%, preferiblemente de un 15 a

un 30%, en peso, de pigmentos o colorantes (incluyendo

extensores), de un 0,2 a un 1,7 % en peso de éter celu-

lósico (correspondiente para formar de un 10 a un 85% en

25.

peso de una solución al 2% de éter celulósico) y de un 5



e un 25 % en peso de polímero (correspondiente a un 10 - 50 % en peso de una dispersión de polímero de un 50% de sólidos).

5. Cuando se mezclan la emulsión y la solución de arcilla se forman grandes partículas estables, que se pueden triturar, si fuere necesario, utilizando, por ejemplo, un agitador. Alternativamente, se puede introducir uno de los componentes en el otro mediante pulverización.
10. Supone una ventaja que la emulsión que contiene el éter celulósico se añada a la dispersión o solución de la arcilla. Para producir una pintura policroma, se añaden, por ejemplo, dos o más emulsiones de diferentes colores, preferiblemente de una forma sucesiva, a la solución o dispersión de arcilla produciendo partículas o puntos de color de diferentes colores que, si fuere necesario, se reducirían de tamaño mediante agitación. Alternativamente, las emulsiones se pueden pulverizar en la solución de arcilla para producir finas partículas.
15. Es importante llevar a cabo cualquier operación de agitación a un régimen bajo de esfuerzo constante, preferiblemente inferior a 100 r.p.m. para evitar la incorporación de la fase externa continua que contiene la arcilla en la fase interna discontinua que contiene éter celulósico. Es preferible añadir un aglutinante peliculígeno adicional en una cantidad que puede alcanzar hasta un 20%, preferiblemente de un 10% aproximadamente, en peso, basado en el peso total de la pintura formada en el proceso de elaboración del invento.
- 20.
- 25.
- 30.



5. El aglutinante es preferiblemente una emulsión de polímero, por ejemplo, una emulsión acrílica pura o a base de acetato de vinilo. La adición de este aglutinante películígeno mejora la velocidad de secado, control de brillo, resistencia al agua, capacidad de lavado y duración.

10. Preferentemente se añade un estabilizador adicional a la fase externa continua. Este puede ser una solución coloidal hidrosoluble, preferiblemente celulosa de carboximetilo sódico, que reduce al mínimo la desestabilización de las partículas y el espesamiento de la pintura al quedar almacenada. La cantidad de estabilizador puede variar entre un 0,1% y un 0,5 % en peso basado en el peso de la pintura, pero es preferible que esta cantidad sea alrededor de un 0,25% aproximadamente.

15. Una ventaja importante que ofrece la forma preferente del invento descrito, es que las emulsiones pueden darse color utilizando dispersiones de pigmentos o colorante aniónico o iniónico, por ejemplo, dispersiones de Colanyl, sin exudación de color de las partículas esparcidas. Se ha averiguado que la arcilla fija eficazmente los colores y los mantiene separados. Asimismo, las partículas producidas son más largas y la superficie de la película seca queda con una textura más lisa si se compara con las pinturas producidas gelificando emulsiones estabilizadas con alcohol polivinílico. De este modo, se pueden producir efectos decorativos diferentes.

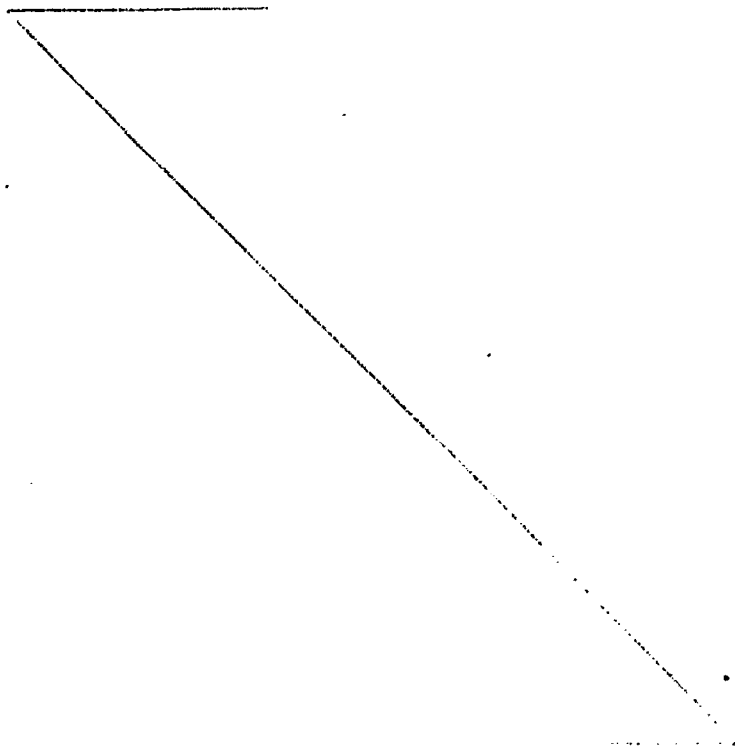
20. Cuando se necesitan obtener tachonados o  
25. puntos de color relativamente grandes en primer tér-  
30.



mino que deban ser resistentes a la ruptura durante la pulverización, supone una ventaja hacer que la viscosidad de la emulsión que forma el fondo sea inferior que la viscosidad de la emulsión de color que forma los tachonados o puntos de color. Así, la emulsión que forma el fondo contendrá preferiblemente de un 15 a un 25% en peso de una solución de celulosa de hidroxietilo al 2% y la emulsión de color que forma los tachonados o puntos de color contendrá de un 60 a un 80% en peso de la solución.

10. Las pinturas del presente invento pueden contener los aditivos normales, tales como extensores, agentes tensioactivos y fungicidas.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento, expresándose en peso las partes y porcentajes.





EJEMPLO 1 -

a) Preparación de una emulsión pigmentada básica.

5. Se preparó una dispersión de 40 partes de dióxido de titanio (Tioxide RCR2) en 60 partes de ftalato de dibutilo mezclando a gran velocidad.

10. La dispersión se añadió entonces lentamente a una emulsión estabilizada con alcohol polivinílico, añadiéndose agua para diluir la emulsión que se volvió progresivamente más espesa mientras se añadía la dispersión. La emulsión de color blanco obtenida comprendía:

15.	Emulsión estabilizada con alcohol de polivinilo (Mowilith DHL 50% en peso total de sólidos)	66,5 %
	Dispersión de TiO <sub>2</sub> /ftalato de dibutilo	13,5 %
	Agua añadida	20 %

20. El contenido de plastificante era de, aproximadamente, un 20% en peso basado en el contenido total de sólidos de la emulsión pigmentada. La emulsión pigmentada blanca se puede utilizar como tal o, si se desea, se puede teñir a una tonalidad deseada con un tinte en dispersión en agua, por ejemplo, un tinte de Colanyl. Si se necesitan tonos profundos el dióxido de titanio puede reemplazarse por colorantes y materiales de relleno.

25. b) Preparación de una pintura.

Se preparó una pintura que tenía la composición siguiente:

30.	Emulsión pigmentada de fondo (blanca)	25,00 partes
	Emulsión secundaria pigmentada (roja)	7,5 "
	3 % Modocoll E 100 (espesador)	18,00 "



Solución al 15% de "LAPONITE S"	6,00 partes
0,88 Amoníaco	0,25 "
5 % solución de bórax	5,00 "
Agua	38,25 "

5. Se preparó como sigue:

Se mezclaron 3 partes de la solución de "LAPONITE S" junto con 0,25 partes de 0,88 amoníaco, 5 partes de la solución de bórax y 15 partes de agua para formar una mezcla homogénea. A esta mezcla se añadieron lentamente sin agitar la mezcla de una forma vigorosa 7,5 partes de la emulsión secundaria de color rojo preparada según se indica en a) anteriormente, teniendo cuidado de que ninguno de los grandes tachones o partículas de gel formados se envolviera alrededor de la paleta del agitador.

10.

Cuando se hubo llevado a cabo la adición de la emulsión secundaria pigmentada se añadieron 18 partes de la solución de Modocoll E 100 y el resto del agua y se mezcló hasta conseguir homogeneidad.

15.

Después se aumentó la velocidad del agitador y se añadió lentamente la emulsión blanca de fondo preparada como en a) anterior, y se continuó agitando hasta que se hubi alcanzado el tamaño deseado de partícula. Después se añadió el resto de la solución de "LAPONITE S".

20.

La pintura resultante se diluyó hasta alcanzar una consistencia apropiada y se pulverizó sobre una superficie de ensayo y se dejó secar para obtener una película de tachonados o puntos rojos contractantes sobre un fondo continuo blanco.

25.

Si la pintura ha de almacenarse durante un

30.



largo período, puede ser ventajoso añadir una pequeña cantidad, por ejemplo una parte, de Zircomplex PN.

EJEMPLO 2 -

- Se prepararon tres emulsiones de color rojo, blanco y azul, respectivamente, según se describe en el ejemplo 1 a) y se utilizaron para formar una pintura polícroma que tenía la composición siguiente:
- |     |                                 |       |        |
|-----|---------------------------------|-------|--------|
|     | Emulsión de color rojo          | 11    | partes |
|     | Emulsión de color blanco        | 11    | "      |
| 10. | Emulsión de color azul          | 11    | "      |
|     | 2% Natrosol HR (espesador)      | 15    | "      |
|     | Solución al 15% de "LAPONITE S" | 6     | "      |
|     | 0,88 Amoníaco                   | 0,25  | "      |
|     | Solución de bórax al 15%        | 5     | "      |
| 15. | Agua                            | 40,75 | "      |

La pintura se preparó como sigue:

- La mitad de la solución de "LAPONITE S" se mezcló con la solución de Natrosol HR, la solución de bórax, el amoníaco y la mitad de agua para obtener una solución homogénea.

- Cuando la solución resultó homogénea se añadieron pequeñas cantidades de las emulsiones de color rojo, blanco y azul por orden con velocidad media de agitación hasta que se terminó de añadir estas emulsiones. Se continuó agitando la mezcla hasta obtener el tamaño deseado de partícula y finalmente se añadieron el resto de "LAPONITE S" y agua.

- La pintura resultante se diluyó con agua hasta alcanzar una consistencia apropiada y se pulverizó sobre una superficie de ensayo. La película resultante

1 MAR. 197



tenía tres colores y consistía en una disposición caótica de tachonados o puntos de color rojo blanco y azul.

EJEMPLO 3 -

5. Este ejemplo ilustra la incorporación de una emulsión resistente a la gelificación por bórax como aglutinante.

10. Se prepararon como en el ejemplo 1 a) dos emulsiones pigmentadas de color blanco y azul. La emulsión de color blanco se utilizó para preparar una pintura de fondo que tenía la composición siguiente:

	Solución al 2% de Natrosol 250 HHR	5,00	partes
	Solución al 15% de "LAPONITE S"	5,00	"
	Solución de bórax al 5%	5,00	"
	Mowilith Beta AC 43 /emulsión de		
15.	polímero mixto de acetato de vinilo/éster acrílico estabilizada con		
	coloide de éter de celulosa)	22,00	"
	Emulsión pigmentada blanca	40,00	"
	Agua	22,75	"
20.	0,880 Amoníaco	0,25	"
		<hr/>	
		100,00	"
		<hr/>	

25. Todas las partes de la formulación a excepción de la emulsión de color blanco se mezclaron entre sí hasta que la mezcla resultó homogénea. La emulsión de color blanco se añadió después gradualmente hasta que se obtuvo una dispersión homogénea de gel.

Las partículas de azul se prepararon por separado con la composición siguiente:

- 1 MAR. 1977



2% Natrosol HHR	100,00	partes
5% Solución de bórax	10,00	"
Emulsión de color azul	25,00	"
	<hr/>	
	135,00	"
	<hr/>	

5. Las soluciones de Natrosol y bórax se mezclaron hasta que se obtuvo una solución homogénea. La emulsión de color azul se añadió después agitando lentamente. Se continuó agitando hasta que se obtuvo el tamaño deseado de partículas.

10. Después se añadió la dispersión de partículas azules a la pintura de color de fondo y se mezcló lentamente hasta que las partículas se distribuyeron uniformemente en el fondo de pintura blanca.

15. Después la pintura resultante se pulverizó sobre una superficie de ensayo obteniéndose una pintura blanca con tachones o puntos de color azul.

El control de tamaño de partícula es muy importante. Los factores siguientes juegan un importante papel.

20. a) Tipo y viscosidad de la solución espesadora de éter de celulosa.

En general las soluciones de baja viscosidad producen hebras largas y cuanto mayor es la viscosidad, tanto menor es el tamaño de partícula. El tamaño y consistencia de la partícula gelificada están determinados también por el tipo particular de éter de celulosa utilizado.

25. b) Cantidad de alcohol polivinílico en la emulsión y viscosidad de la emulsión.

30. Cuanto mayor es la cantidad de alcohol polivi-



nílico, tanto mayor es la tendencia a formar partículas. Parece ser también que una viscosidad de emulsión elevada da grandes partículas.

5. Otros factores que contribuyen al tamaño de partícula son la velocidad y forma de adición de las la cas a las soluciones espesadoras que contienen bórax.

10. En general, el tamaño de partícula puede controlarse adecuadamente ajustando la velocidad de agitación y el tiempo de agitación. Cuanto mayor es la velocidad y más largo el tiempo, tanto menor será el tamaño de las partículas. El diseño del agitador es también un factor importante.

15. En algunos casos las pinturas producidas, que tienen una estructura de gel tixotrópica suelta, pueden presentar dificultades de almacenamiento. La estabilidad en almacenamiento puede utilizarse añadiendo cantidades complementarias de "LAPONITE S". La adición de pequeñas cantidades de otros agentes tixotrópicos, por ejemplo, Zircomplex PN o titanato de trietanolamina, pueden proporcionar alguna mejora. La resistencia del gel aumenta y se impide la sinéresis.

EJEMPLO 4 -

Este ejemplo ilustra el método mejorado de pigmentación utilizando un agente tensioactivo catiónico.

25. 1 Manufactura de dispersión de dióxido de titanio.

Dióxido de titanio (v.g.,

Tioxide RCR-2)	35,00 partes en peso	
20% de Duomeen TDO en XILENO	1,75	"
(agente tensioactivo catiónico)		
ftelato de dibutilo	<u>63,25</u>	"
	<u>100,00</u>	"

30.



Se añadió dióxido de titanio a la mezcla del agente tensioactivo catiónico y ftalato de dibutilo agitando la mezcla fue completa.

2. Manufactura de emulsión de base con colorante blanco.

5.	Emulsión estabilizada con alcohol	
	polivinílico (v.g., Mowilith D 50)	67,5
	Dispersión de dióxido de titanio/ ftalato de dibutilo (de 1)	12,25
	Agua	<u>20,25</u>
10.		<u>100,00</u>

Se añadieron 10 partes de agua a la emulsión agitando la mezcla. Después se añadió, agitando la mezcla, la mitad de la cantidad de dispersión de plastificante. El resto del agua se añadió y después se añadió lentamente el resto de la dispersión de plastificante.

15.

3. Manufactura de dispersión catiónica de colorante.

	Colorante	
	(v.g., polvo permanente rojo FGR)	50,00
	Agente tensioactivo catiónico	
20.	(v.g., Ethoduomeen T25)	0,5
	Agua	<u>49,5</u>
		<u>100,00</u>

El colorante se añadió a la mezcla de agente tensioactivo catiónico/agua con agitación a gran velocidad hasta que la dispersión fue completa.

25.

La dispersión de colorante procedente de 3 se utilizó para dar color a la base de color blanco procedente de 2 añadiendo la dispersión con agitación hasta obtener la tonalidad necesaria.

30.

La base de color blanco resultante se pudo



utilizar después para formar pinturas policromas, según se describe en los ejemplos 1 a 3.

EJEMPLO 5 -

Se manufacturó una pintura de emulsión blanca

5. básica consistente en:
- |     |                                          |       |
|-----|------------------------------------------|-------|
|     | Tioxide RGR-2                            |       |
|     | (colorante de dióxido de titanio blanco) | 25,00 |
|     | 2% Natrosol 250 HHR                      |       |
|     | (celulosa de hidroxietilo de gran vis-   |       |
| 10. | cosidad)                                 | 18,75 |
|     | Revacryl (marca registrada)1A (emulsión  |       |
|     | acrílica pura estabilizada de una for-   |       |
|     | ma coloidal con un 51% de sólidos)       | 25,00 |
|     | Agua                                     | 31,25 |
15. utilizando equipo normal y de un modo también normal.
- Entonces se preparó una emulsión roja y una emulsión azul tiñendo emulsiones de la composición anterior con un tinte rojo y azul Colanyl, respectivamente.
- Entonces se preparó una pintura de tres colores que tenía la composición:
- |     |                                           |       |
|-----|-------------------------------------------|-------|
| 20. | Solución al 25% de "LAPONITE S" (arcilla) | 17,00 |
|     | Solución al 5 % de Tetron (agente humec-  |       |
|     | tante de pirofosfato tetrasódico)         | 6,75  |
|     | Pintura de emulsión blanca                | 67,75 |
25. Pintura de emulsión roja 4,25
- Pintura de emulsión azul. 4,25

del modo que sigue:

30. Se combinaron las soluciones de LAPONITE "S" y Tetron y se añadió la emulsión blanca agitando la mezcla lentamente (50 r.p.m.). Después se añadieron las



emulsiones roja y azul y se continuó agitando la mezcla hasta que se hubo obtenido el tamaño deseado de partículas.

5. Después se añadieron 10 partes en peso de Revacryl 1A como estabilizador y aglutinante complementario.

La pintura así obtenida se pulverizó sobre una pared.

10. Dió una superficie consistente en un fondo blanco que tenía puntos de color rojos y azules.

EJEMPLO 6 -

Se preparó de un modo normal una pintura de emulsión blanca básica consistente en:

	Tioxide RCR-2	5,00
15.	2 % Natrosol 250 HHR	80,00
	Revacryl 1A	15,00

y se tiñó de color verde utilizando un colorante Colanyl.

Después se preparó una pintura policroma consistente en:

20.	15 % "LAPONITE S"	20,00
	5 % Tetron	5,00
	Pintura blanca (como en el ejemplo 1)	50,00
	Pintura verde	10,00
25.	Agua	15,00

del modo siguiente:

30. Se combinaron las soluciones de "LAPONITE S" y Tetron y se añadió agitando lentamente la emulsión blanca descrita en el ejemplo 1 (que comprendía 18,75 partes de Natrosol 250 HHR al 2%). La pintura de emul-



si3n verde, segun se ha descrito anteriormente, se aña-  
di3 entonces y se agit3 lentamente (50 r.p.m.) y se con-  
tinu3 agitando hasta obtener el tama3o deseado de par-  
t3cula.

5. Despu3s se a3adieron 10 partes de Revacryl 1A  
como agente estabilizador y aglutinante.

La pintura di3 un fondo azul con tachones o  
puntos de color verde cuando se pulveriz3 sobre una su-  
perficie de ensayo.

10. EJEMPLO 7 -

Se manufactur3 una pintura de emulsi3n blanca  
b3sica como en el ejemplo 5. Despu3s se prepar3 una pin-  
tura de emulsi3n amarilla tifiendo parte de 3sta con una  
dispersi3n amarilla de Colanyl.

15. Se prepar3 una pintura policroma que ten3a la  
composici3n siguiente:

Soluci3n al 15% de "LAPONITE S"	10,00
Soluci3n al 5% de Tetron	5,00
Pintura blanca	62,00
Pintura amarilla	3,00
Soluci3n al 3% de Cellofas B600 (celulosa de carboximetilo s3dico)	8,00
Agua	12,00

del modo siguiente:

25. Se combinaron las soluciones de "LAPONITE S"  
y Tetron y se a3adi3 la emulsi3n blanca agitando la mez-  
cla lentamente. La pintura de emulsi3n amarilla prepara-  
da, segun se ha descrito anteriormente, se a3adi3 des-  
pu3s y se continu3 agitando lentamente (50 r.p.m.) para  
30. producir el tama3o deseado de part3culas. La soluci3n



de Cellofas y el agua se añadieron y combinaron en la pintura agitando la mezcla lentamente. Finalmente se añadieron 10 partes de Revacryl 1A como estabilizador y aglutinante.

5. Se observará que se pueden conseguir diversos efectos superficiales variando las proporciones y colores de las diferentes emulsiones utilizadas.

- N O T A -

10. 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 tres
15. solicitudes de patente presentadas en Inglaterra, con fechas 25 de junio de 1968, 17 de octubre de 1968 y 7 de marzo de 1969, bajo los N<sup>os</sup>. 30272/68, 49366/68 y 12168/69, respectivamente, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por
20. lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PINTURAS; caracterizándose por lo siguiente:

25. 1<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de pinturas, caracterizado porque se hace precipitar o gelificar una solución o emulsión acuosa coloreada o pigmentada y, si fuera necesario, el precipitado o gel pigmentado o coloreado así formado se tritura para formar una dispersión.

30. 2<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación



1ª, caracterizado porque se hacen precipitar o gelificar, al menos, dos soluciones o emulsiones acuosas coloreadas diferentes formando una pintura multicolor que comprende, al menos, dos fases acuosas separadas internas en una fase externa acuosa.

5. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque una emulsión acuosa coloreada, estabilizada mediante un coloide protector, se mezcla con una solución acuosa que reacciona con el coloide protector haciendo que la emulsión gelifique y, si fuera necesario, el gel así formado se tritura produciendo de este modo una dispersión que comprende una fase en dispersión interna de la emulsión coloreada.

10. 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque la emulsión acuosa comprende un homopolímero o copolímero de acetato de vinilo o de otro compuesto con insaturación etilénica.

15. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se añade un aglutinante formador de película adicional a la fase externa de la dispersión de pintura producida para mejorar las propiedades de la pintura.

20. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque se añade hasta un 20% de aglutinante formador de película basado en el peso total de la pintura.

25. 7ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5ª o 6ª, caracterizado porque el aglutinante formador de película complementario es una emulsión de polímero.

30.



8ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 5ª a 7ª, caracterizado porque el aglutinante formador de película tiene color.

5. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque la emulsión acuosa comprende alcohol polivinílico y se mezcla con bórax para producir la gelificación.

10. 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 9ª, caracterizado porque el bórax se disuelve en una solución espesadora homogénea de un éter de celulosa y las emulsiones de color que contienen alcohol polivinílico se añaden a la solución espesadora sucesivamente.

15. 11ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 9ª o 10ª, caracterizado porque se da color a la emulsión dispersando un colorante seco en un plastificante y plastificando la emulsión.

20. 12ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 9ª o 10ª, caracterizado porque se da color a la emulsión dispersando  $TiO_2$  en un plastificante, plastificando la emulsión y añadiendo después un colorante dispersable en agua a la emulsión.

25. 13ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9ª a 12ª, caracterizado porque la dispersión de colorante contiene un agente tensioactivo catiónico.

14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9ª a 13ª, caracterizado porque se añade un agente tixotrópico a la dispersión de pintura formada.

30. 15ª.- Procedimiento según cualquiera de las

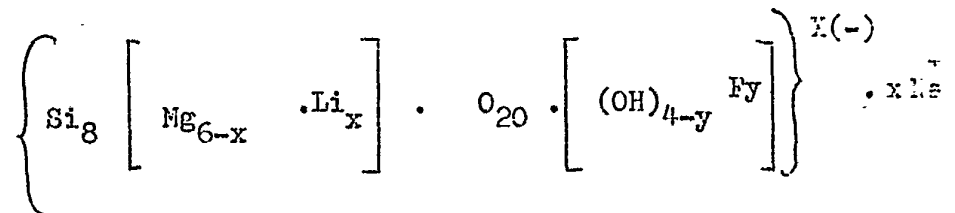


reivindicación 1ª a 8ª, caracterizado porque se mezcla una emulsión de color que contiene un éter de celulosa con una solución o dispersión de una arcilla, de modo que se forme una fase interna acuosa de color en una fase externa acuosa consistente en la dispersión o solución de arcilla.

5. 16ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el éter de celulosa es hidroxietilcelulosa.

10. 17ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 15ª o 16ª, caracterizado porque la arcilla es una arcilla natural o sintética del tipo de la montmorillonita.

15. 18ª.- Procedimiento según la reivindicación 17ª, caracterizado porque la arcilla es un silicato de sodio-magnesio, de fórmula



en la que x es superior a 0 pero inferior a 6 e y es de 1 a 4.

19ª.- Procedimiento según la reivindicación 18ª, caracterizado porque la arcilla es "LAPONISE S".

20. 20ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 15ª a 19ª, caracterizado porque la fase externa contiene, al menos, un 0,5 % en peso de arcilla.

25. 21ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 15ª a 20ª, caracterizado porque se

- 1 MAR



añade un agente tensioactivo aniónico a la pintura formada para reducir su tendencia a espesarse al quedar almacenada.

5. 22<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 15<sup>a</sup> a 21<sup>a</sup>, caracterizado porque la emulsión que contiene éter de celulosa comprende, aproximadamente, de un 5 a un 45 % en peso de colorantes o pigmentos, de un 0,2 a un 1,7 % en peso de éter de celulosa y de un 5 a un 25% en peso de polímero.

10. 23<sup>a</sup>.-Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 15<sup>a</sup> a 22<sup>a</sup>, caracterizado porque se añade estabilizador complementario a la pintura producida.

15. 24<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 23<sup>a</sup>, caracterizado porque el estabilizador adicional o complementario es carboximetilcelulosa sódica.

25<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de pinturas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 27 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 1 MAR. 1971

HARLOW CHEMICAL COMPANY LIMITED.

L. GOMEZ ACEBO Y MODEY  
a. n. Firmador F. Hernández Ruiz