

369346

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C-08</u> <u>D-01</u>
SUBCLASE <u>H</u> <u>F</u>

P.- 42.137

Nº 80280
U.S. Serial Nº 743.954
Case D-2429

1969

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de CPC INTERNATIONAL INC.

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana.

con domicilio en International Plaza, Englewood Cliffs, Nueva Jersey, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UNA ESTRUCTURA COMPUESTA". (Clase Internacional C08h).



La presente invención se refiere a aumentar la fuerza de unión entre un material poliolefínico y un látex carboxilado. En general, implica un procedimiento que emplea una polialcohlenimina para aumentar sustancialmente la fuerza de unión entre una estructura compuesta que comprende un material poliolefínico y un látex carboxilado.

Tal como aquí se utiliza, el término "material poliolefínico" significa un material sintético sólido constituido esencialmente por poliolefina cristalina. Tal material puede encontrarse en diversas formas, tales como, por ejemplo, fibras, película, etcétera. Las características del material poliolefínico incluyen un grado relativamente bajo de absorbanza de agua, carencia de carga iónica, y carencia de grupos funcionales. Un material poliolefínico preferido es el polipropileno isotáctico.

Materiales poliolefínicos, por ejemplo, fibra de polipropileno, se utilizan en muchas aplicaciones diferentes. Por ejemplo, actualmente se emplea la fibra de polipropileno en alfombras, vestidos, tapicería, y aplicaciones similares. En muchas aplicaciones, un material poliolefínico es una parte, o componente, de una estructura compuesta. En algunas de tales aplicaciones es deseable unir, esto es, asociar o conectar, un material poliolefínico y una composición de látex. Por ejemplo, algunas alfombras son estructuras compuestas de fibra de polipropileno reforzada con una composición de látex. Composiciones de látex de polímeros carboxilados, por ejemplo, se utilizan como materiales de refuerzo o recubrimientos para diversos productos textiles poliolefínicos.



Debido a algunas de las características inherentes del material poliolefínico, es difícil obtener una estructura compuesta que exhiba un alto grado de fuerza de unión entre el componente de material poliolefínico de la estructura y el componente de látex carboxilado de la misma estructura. Tal como se utiliza aquí, "fuerza de unión" es la fuerza requerida para separar el componente seco y curado de látex carboxilado del componente de material poliolefínico.

Es el propósito de la presente invención proporcionar un procedimiento para aumentar la fuerza de unión entre un material poliolefínico y un látex carboxilado con objeto de producir estructuras compuestas mejoradas de tal material poliolefínico, p.ej., fibra de polipropileno y látices carboxilados.

Tal como aquí se emplea, el término "látex carboxilado" se refiere a una dispersión acuosa de un polímero carboxilado que contiene una pequeña proporción de un ácido carboxílico. Tales látices se preparan por polimerización de uno o más monómeros tales como estireno, butadieno, acetato de vinilo, cloruro de vinilo, o ésteres acrílicos y metacrílicos, y un monómero de un ácido carboxílico insaturado polimerizable por adición tal como los ácidos acrílico, metacrílico, fumárico, maleico, itacónico, o crotónico. Los látices carboxilados pueden prepararse por polimerizaciones convencionales en masa, en solución, en suspensión o en emulsión, formando cadenas de polímero que tienen grupos carboxilo colgantes o pendientes. En general, estos látices carboxilados contendrán al menos aproximadamente uno por ciento en peso de grupos car-



boxilo y no más de aproximadamente 5% en peso de grupos carboxilo. Además, tales látices pueden incluir una pequeña cantidad de un compuesto adicional tal como un compuesto de aziridinilo, p.ej., trietilenmelamina, para mejorar una o más características del látex. Cuando se emplean -
5 látices carboxilados en aplicaciones de reforzado de alfombras, el látex está corrientemente "cargado" con un material de carga, tal como arcilla.

Se ha descubierto ahora que pueden prepararse estructuras compuestas de un material poliolefínico y látex carboxilado por un procedimiento que emplea cantidades muy pequeñas de una polialcohlenimina, preferiblemente polietilenimina. Las estructuras resultantes exhiben una fuerza de unión aumentada.

En resumen, el procedimiento de la presente invención implica la producción de una película o capa prácticamente monomolecular de una polialcohlenimina sobre un material poliolefínico de tal manera que la película cubre prácticamente la totalidad de la superficie del material poliolefínico y de tal manera que la película se
20 seca de forma prácticamente instantánea después de su aplicación. Se cree que la película monomolecular de polietilenimina reacciona de algún modo con los grupos carboxilo presentes en el látex carboxilado para formar una molécula hidrofóbica relativamente grande que es el "puente" -
25 que proporciona la unión, o conexión, entre el material poliolefínico y el látex carboxilado.

Se conocen en la técnica polialcohleniminas adecuadas para su empleo en la presente invención, las
30 cuales no forman parte per se de la presente invención.



Se prefiere la polietilenimina debido a su disponibilidad en cantidades comerciales. No obstante, polialcohleniminas tales como polímeros de propilenimina, butilenimina, propiletilenimina, benciletilenimina, y otras que contienen los grupos etilenimina repetidos de una molécula polímera, caracterizan las polialcohleniminas adecuadas para uso en la presente invención. En general, la polialcohlenimina tendrá un peso molecular, de aproximadamente - 1000 como mínimo. La polietilenimina se encuentra a veces en el mercado en forma de un concentrado acuoso; por ejemplo, como una composición constituida por agua y aproximadamente 33,3% en peso de ingrediente activo (polietilenimina). Tales concentrados acuosos son adecuados para uso en la presente invención. Ejemplos de polietileniminas preparadas comercialmente adecuadas para uso en la presente invención con "polymin P" fabricada por la Badische Aniline Corp. (Alemania) y "PEI-1000", fabricada por la Dow Chemical Company. La determinación del peso molecular de polietileniminas se describe en el "Journal of Organic Chemistry", Volumen 9, págs. 141-146, (1944).

En el procedimiento de la presente invención, - la polietilenimina (u otra polialcohlenimina) se aplica al material poliolefínico de tal manera que se forma una película monomolecular prácticamente sobre toda la superficie del material poliolefínico. Es indeseable una película más gruesa, dado que presenta problemas de secado y que afecta también desfavorablemente a la fuerza de unión.

Un método conveniente de aplicar una película - monomolecular de la polietilenimina emplea un disolvente. Un disolvente adecuado diluye o fluidifica la polietilenimina y facilita así la aplicación de una película monomolecular. Tal disolvente deberá actuar también humedecien-



do la superficie del material poliolefínico. Aparte de estas características, un disolvente adecuado debería secarse también con relativa rapidez. Se ha encontrado que los alcoholes inferiores, tales como, por ejemplo, metanol y alcohol tert-butílico, son disolventes eminentemente satisfactorios.

Preferiblemente, se emplea una solución relativamente diluída de polietilenimina en el disolvente; por ejemplo, se emplea una solución que tiene una concentración comprendida aproximadamente entre 0,1% en peso y 2,0% en peso (referida a sólidos) de polialcohlenimina, preferiblemente aproximadamente 0,5% en peso de polietilenimina.

Pueden emplearse diversos métodos para proporcionar al material poliolefínico una película monomolecular de una polialcohlenimina. Por ejemplo, el material poliolefínico puede estirarse a través de un baño, impregnarse o pulverizarse con una solución o dispersión de una polialcohlenimina. Es deseable que el sistema sea homogéneo. - Esto puede conseguirse, por ejemplo, por agitación o mezclado. Cuando se añade un concentrado acuoso de polietilenimina a metanol, en muchos casos se produce un sistema turbio con un residuo insoluble. En tales casos, se ha descubierto que la adición de una pequeña cantidad de agua - puede impartir homogeneidad al sistema.

En una realización preferida de la presente invención, la película monomolecular se aplica estirando el material poliolefínico a través de un baño constituido por metanol que contiene aproximadamente 0,5% en peso de polietilenimina y aproximadamente 5,5% en peso de agua. Por ejemplo, una fibra (o hilo) de polipropileno puede estirarse



69

5 a través de tal baño a una velocidad suficiente para asegurar que prácticamente toda la superficie de la fibra - queda recubierta con una película monomolecular. Después de salir del baño, la fibra de polipropileno que contiene la película monomolecular de polietilenimina se seca, por ejemplo, por aire y/o calor, a fin de eliminar el disolvente y de evitar la pegajosidad o adherencia. Si la fibra de polipropileno recubierta ha de enrollarse sobre un carrete, por ejemplo, es importante que éste suficientemente
10 seca antes de enrollarla, a fin de que la fibra recubierta no se pegue a sí misma.

15 Un método que proporciona una película monomolecular de polietilenimina prácticamente sobre la totalidad de la superficie de una fibra de polipropileno se ilustra en el ejemplo siguiente. Todas las partes y porcentajes - se expresan en peso.

EJEMPLO I

20 Una bobina de hilo de polipropileno se hace pasar estirándola a través de una cuba de solución que contiene:

1,5% de Dow PEI 1000 (un concentrado acuoso que contiene aproximadamente 33% en peso de polietilenimina).

4,5 de agua

94,0% de metanol.

25 Una varilla de acero inoxidable bajo la superficie de la solución asegura que el hilo se sumerge. El hilo se enrolla nuevamente sobre otra bobina, colocada a 180 cm. de la cuba, a una velocidad de aproximadamente 60 cm. hasta
30 300 cm. por segundo.



Puede examinarse el hilo a fin de comprobar la uniformidad del tratamiento por inspección visual bajo una luz negra ordinaria. Cualesquiera áreas no tratadas muestran un color púrpura característico, mientras que las áreas tratadas aparecen blancas.

5

EJEMPLO II

Una aplicación de la fibra de polipropileno recubierta preparada en el ejemplo I es en la fabricación de alfombras. Puede seguirse un procedimiento convencional para la fabricación de alfombras, con la excepción de que la urdimbre empleada en el procedimiento es fibra de polipropileno que contiene una película monomolecular de polietilenimina aplicada como en el Ejemplo I, en lugar de una urdimbre de polipropileno sin tratar. Después de tejer la alfombra, se aplica un látex carboxilado como refuerzo utilizando técnicas convencionales.

10

15

EJEMPLO III

En este ejemplo, el punto es hilo de polipropileno preparado a partir de fibra de polipropileno, y la alfombra se prepara de la manera usual excepto que después del tejido, el dorso de la alfombra se pulveriza con la solución de tratamiento, para proporcionar una película monomolecular de polietilenimina, antes de la aplicación de un cañamazo adhesivo o refuerzo de látex carboxilado.

20

25

EJEMPLO IV

En este ejemplo, se utiliza muselina de polipropileno para el tejido de fibras distintas del polipropileno. Antes del tejido, la muselina se provee de una película monomolecular de polietilenimina por pulverización, inmersión o laminado.

30



EJEMPLO V

5 Para ilustrar la efectividad del procedimiento de la presente invención en el aumento de la fuerza de unión entre un material poliolefínico y un látex carboxilado, muestras de la alfombra preparada en el Ejemplo II se sometieron a ensayos de resistencia a la tracción y los resultados se compararon con los resultados obtenidos cuando se utilizó alfombra de polipropileno que contenía un refuerzo similar de látex carboxilado, pero sin una capa monomolecular de polietilenimina. El "compuesto" empleado en este ejemplo estaba constituido por (a) 100 partes de un látex carboxilado y (b) 110 partes de blanco de España Núm. 10. El compuesto diluyó con agua hasta 50% de sólidos, y se espeso a 1500 centipoises con un espesador de poliacrilato. En cada uno de los cuatro ensayos (A, B, C, D) se empleó un látex carboxilado comercial diferente, de la clase empleada ordinariamente en aplicaciones de reforzado de alfombras.

20 Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla I.

Alfombra reforzada con compuesto preparado a partir de látex carboxilado comercial.	<u>Tabla I</u>	
	fuerza de unión * hilo tratado	fuerza de unión * hilo sin tratar
A	28	24
B	30	24
C	33	26
D	37	29

25 * Determinada mediante un ensayo que consiste en: reunir en 3 hebras en la dirección de la trama. Suspender el hilo con un dispositivo que mida fuerza en kilogramos. Ti-



rar hasta que la alfombra se separa y anotar el valor má-
ximo alcanzado.

5 Como lo indican los resultados de la Tabla I, se
obtienen resultados inesperablemente mejorados por el uso
de la presente invención.

10 En las consideraciones y ejemplos anteriores,
se describió generalmente fibra de polipropileno como el
material poliolefínico. No obstante, la presente invención
es igualmente aplicable a otros materiales poliolefínicos
y a formas físicas distintas de las fibras. La presente -
15 invención tendrá utilidad no sólo en la aplicación que ha
servido de ejemplo, de preparación de alfombras de poli-
propileno reforzadas con látex carboxilado, sino también
en muchas otras aplicaciones. Por ejemplo, la fibra de po-
lipropileno puede hacerse adecuada para uso en aplicacio-
20 nes de cordones para neumáticos de automóvil por medio de
la presente invención.

Esta solicitud que corresponde a la presentada
en Estados Unidos de América con fecha 11 de Julio de 1968,
25 bajo el número 743.954, se acoge a los beneficios del Ar-
tículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25 - REIVINDICACIONES -

30 Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-



te de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

- 5 1.- Un procedimiento para producir una estructura compuesta de fuerza de unión incrementada entre un material poliolefínico y un látex carboxilado, caracterizado por el hecho de que se proporciona una película prácticamente monomolecular de una polialcohlenimina sobre la superficie de dicha poliolefina.
- 10 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha película se proporciona haciendo pasar dicho material a través de una solución de una polialcohlenimina, formándose así una película húmeda, y eliminando luego el disolvente de dicha película húmeda, proporcionándose así una película prácticamente seca.
- 15 3.- El procedimiento de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que dicho disolvente es un alcohol inferior tal como metanol o alcohol t-butílico.
- 20 4.- El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado por el hecho de que dicha solución comprende aproximadamente 0,1% en peso a aproximadamente 2,0% en peso de polialcohlenimina, tal como polietilenimina.
- 25 5.- El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que dicha poliolefina es polipropileno.
- 6.- El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que dicho material poliolefínico es fibra de polipropileno.
- 30 7.- El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que dicho



látex carboxilado comprende una dispersión acuosa de un po
límico carboxilado y, accionalmente, una cantidad sustan-
cial de material de carga.

5 8.- El procedimiento de cualquiera de las reivin-
dicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que dicho
látex carboxilado contiene aproximadamente de 1% en peso a
aproximadamente 5% en peso de grupos carboxilo.


10 9.- El procedimiento de cualquiera de las reivin-
dicaciones 1 a 8, caracterizado por el hecho de que dicho
látex carboxilado es un copolímero en emulsión acuosa de es
tireno y butadieno, que contiene aproximadamente 3% en peso
de grupos carboxilo.

15 10.- Un procedimiento para producir una estructu-
ra compuesta.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a má-
quina por una sola cara.

Madrid, 10 MAR 1971
P.A.


Alberto de Lamadrid
Por Poderes