



382210

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION P. C.  
CLASE C08  
SUBCLASE J

No. 382.210

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: SOCIEDAD ANONIMA ALBA, FABRICA DE PIN-  
TURAS, ESMALTES Y BARNICES.

RESIDENCIA: Centenera 2750, BUENOS AIRES, Argentina

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE

UN NUEVO MATERIAL POLIMERICO MULTICELU-  
LAR.

Prioridad: Patente argentina n.º 223.800 del 29.8.69

ML.

382210



1 La presente invención se refiere a un nuevo mate-  
rial polimérico multicelular. Más específicamente, la pre-  
sente invención tiene por objeto un nuevo material polimé-  
rico multicelular que consiste en partículas de material po-  
5 límérico de tamaño comprendido entre 500 micrones como máxi-  
mo y 0,02 micrones como mínimo. Estas partículas contienen  
en su interior por lo menos una celda de tamaño menor de -  
200 micrones de diámetro medio. En la forma más concreta de  
realización, las partículas contienen una pluralidad de cel-  
10 das de tamaño menor de 200 micrones de diámetro medio.

Otro de los objetos de la presente invención es un  
procedimiento para la preparación del material polimérico  
multicelular mencionado más arriba.

15 Otro objeto aún de la presente invención es un ma-  
terial de recubrimiento que incorpora al material poliméri-  
co multicelular mencionado más arriba. Este material de recu-  
brimiento está compuesto por partículas poliméricas multice-  
lulares del tipo antes indicado en combinación con una emul-  
sión polimérica ligante o un polímero ligante en solución.

20 Las ventajas de este material de recubrimiento que  
utiliza el nuevo material polimérico multicelular se eviden-  
ciarán en el curso de la presente descripción.

25 Son conocidos y se aprovechan ciertos materiales na-  
turales y artificiales que presentan una estructura física  
alveolada, tal como las esponjas naturales y las espumas -  
plásticas. Las propiedades útiles dependen de la naturaleza  
del componente sólido y de la forma, tamaño y distribución  
de los alveolos o celdillas.

30 Si mediante un proceso especial se obtienen celdi-  
llas de tamaño cada vez menor, para un mismo volumen total

382210



1976

1 de celdillas, se hará cada vez más evidente un fenómeno óptico resultante de la difracción múltiple de la luz que dará como resultado final una opacidad o capacidad de ocultar, a través de un cierto espesor, los contrastes de color y luminosidad de lo que está detrás.

5 Para lograr este mismo efecto, técnicamente conocido como poder cubriente o cubritivo, en ciertos productos industriales tales como pinturas, plásticos, fibras artificiales o vidrios, se recurre normalmente al uso de sustancias denominadas pigmentos, generalmente en estado fino de división, que la experiencia ha mostrado como más indicados para obtener las propiedades deseadas.

10 El objeto de esta patente es un material polimérico en forma de pequeñas partículas que presentan una estructura celular. El tamaño de las celdillas y de las partículas resultantes hace que el material sea útil para obtener o contribuir al poder cubriente, opacidad y blancura en productos tales como pinturas, materiales plásticos, películas y fibras artificiales. Además contribuyen a disminuir el peso específico y mejoran la capacidad de aislación térmica y acústica de los productos mencionados.

15  
20  
25  
30 Individualmente cada partícula se puede describir como un cuerpo esférico o irregular, aproximadamente isométrico, en cuyo interior se encuentran una o varias cavidades o celdillas. El volumen de cada celdilla y el tamaño de las partículas se regula de manera que resulte el más apropiado para el uso deseado. Esta regulación se logra mediante el manejo de las variables del proceso. Así, en el caso de desear obtener pinturas de características superficiales que den como resultado la ausencia de brillo o reflejos, es convenient-

382210



1972

1 te el uso de partículas de tamaño relativamente grande y por  
el contrario, cuando se desea que la superficie sea brillan-  
te o reflectante, las partículas microcelulares deberán ser  
de tamaño mínimo.

5 El efecto óptico resultante de la estructura física  
descripta es debido a la multiplicidad de interfases entre  
sustancias de índice de refracción diferentes, tal como agua  
polímero o aire-polímero. Esto da por resultado que los ra-  
yos luminosos que inciden sobre las partículas en una cierta  
10 dirección se difractan repetidas veces en todas direcciones,  
produciéndose una difusión de la luz. Este fenómeno es simi-  
lar al que ocurre con los pigmentos "blancos": al difractar-  
se todas las radiaciones incidentes se tiene una sensación  
visual conocida como color blanco, tal como el color blanco  
15 de ciertos tejidos, espuma, papel, etc.

Por supuesto, el fenómeno completo es más complica-  
do desde el punto de vista físico pero el resultado evidente  
es el buscado cuando se siguen los detalles del proceso que  
se describe, que por las características del mismo definimos  
20 como de doble emulsión. En este proceso se prepara una emul-  
sión de un líquido no miscible en una solución de un políme-  
ro y esta emulsión se emulsiona a su vez en un líquido no -  
miscible con el disolvente, es decir que dicha emulsión se  
emulsiona en un líquido no miscible con el disolvente y con-  
25 tiene dentro de sus partículas una emulsión de un líquido no  
miscible con el disolvente.

Por ejemplo, usando un polímero no soluble en agua,  
se puede emplear ventajosamente el agua como líquido no mis-  
cible. El método de fabricación comprende, en este caso, la  
30 preparación de una solución de un polímero en un disolvente

382210



1 volátil apropiado, de punto de ebullición menor que el del  
agua. Esta solución es agitada fuertemente mientras se le  
agrega agua lentamente, en presencia de agentes tensioacti-  
vos apropiados con el fin de formar una emulsión del tipo -  
5 "agua en aceite". Continuando el agregado lento de agua se  
llega a producir la inversión parcial de la primera emulsión  
obteniéndose un sistema que posee agua como fase continua en  
la que se encuentran dispersas pequeñas gotas de solución de  
polímero que contienen en su interior agua emulsionada. Es-  
10 ta descripción física de las partículas se puede comprobar  
por observación microscópica. El material así obtenido se so-  
mete a un proceso de eliminación del disolvente volátil y  
parte del agua por calentamiento a presión reducida con agi-  
tación. Finalmente, si se desea puede separarse las partí-  
15 culas del medio continuo y secarse totalmente.

La combinación del tamaño de las partículas con su  
estructura microcelular es lo que hace a este producto apli-  
cable con ventajas a pinturas, plásticos, películas y fibras.  
Su presentación en forma de polvo seco hace posible su agre-  
20 gado a composiciones diversas, tal como pinturas en emulsión  
o en solución, por los medios normales que utiliza la indus-  
tria para la incorporación y homogenización de polvos y lí-  
quidos.

Una ventaja adicional muy importante se da cuando  
25 se usa la dispersión acuosa de estas partículas poliméricas  
alveoladas en la preparación de pinturas al agua, en cuyo ca-  
so no se requiere otra operación que una mezcla simple, eli-  
minándose el proceso de dispersión de un sólido en un líqui-  
do. El uso de este material da como resultado adicional la  
30 disminución del peso específico de los productos finales, -

382210



1 que en la generalidad de los casos es económicamente venta-  
joso, especialmente para productos que se venden por volumen  
pero cuyas materias primas se adquieren por peso.

5 Los siguientes ejemplos son ilustrativos de los -  
principios y de la práctica de la invención. Sin embargo, el  
alcance de la invención no está limitado a los detalles espe-  
cíficos de estos ejemplos.

EJEMPLO I

10 En un balón de vidrio de 5 litros de capacidad, con  
tres bocas, calentado eléctricamente, provisto de agitador,  
termómetro, trampa de Dean y Stark y refrigerante, se colo-  
can 1015 gramos de metacrilato de metilo recientemente desti-  
lado; 10,2 gramos de ácido metacrílico libre de inhibidor;  
15 1320 gramos de benceno y 4,2 gramos de peróxido de benzoilo;  
esta mezcla se calienta con agitación a su temperatura de re-  
flujo durante 3 horas, luego se agrega 25,5 gramos de bence-  
no conteniendo 0,9 gramos de peróxido de benzoilo, continuan-  
do el calentamiento durante otras 3 horas. Al cabo de dicho  
tiempo se hace un agregado y calentamiento similar al ante-  
rior, al que se repite por tercera vez. El producto final es  
20 ajustado en no volátiles al 46% y viscosidad Gardner a 25°C  
mayor que Z-6, según la técnica de medición de viscosidad -  
por el método del tiempo de ascensión de la burbuja (A.S.T.M.  
Standards, Parte 21, pág. 321 (1.968) norma D 1545-63).

25 350 gramos de solución de resina obtenida según el  
procedimiento anterior se colocan en un recipiente metálico,  
de forma cilíndrica, de aproximadamente 11 cm. de diámetro,  
provisto de un agitador de disco de alta velocidad, del tipo  
"Cowles Hi-Shear" fabricado por Morehouse Cowles, Inc., de  
30 5 cm de diámetro. Se agita a 2300 r.p.m., agregando al mismo

382210

21



1 tiempo una mezcla, formada por 21 gramos de trietanol amina  
y 1 gramo de alquil aril sulfonato de sodio al 33% ("Quimo-  
lene de sodio" de Cía..Química). La mezcla se homogeiniza du-  
rante 30 segundos, comenzando entonces el agregado de 500 -  
5 gramos de agua, a una velocidad promedio de 30 mililitros -  
por minuto.

La emulsión así obtenida, está formada por pequeñas  
gotas de solución de resina, dispersadas en agua. En el in-  
terior de dichas gotas, se puede observar microscópicamente,  
10 una fina dispersión de agua.

La emulsión se pasa a un balón de 5 litros colocado  
en un baño de agua y provisto de salida para vacío, agitador  
y termómetro. Se hace vacío (no mayor de 420 mm. para evitar  
espuma), se agita a aproximadamente 100 r.p.m. y comienza a  
15 calentar muy lentamente el baño durante tres horas, sin pa-  
sar de los 70°C.

Realizada esta operación puede separarse el mate-  
rial constituido por pequeñas partículas poliméricas alveo-  
ladas.

20 EJEMPLO 2

Con el mismo equipo, drogas y procedimiento utili-  
zados en el ejemplo anterior preparar una solución de resina  
con fórmula: 1015 gramos de metacrilato de metilo; 20,4 gra-  
mos de ácido metacrílico; 1320 gramos de benceno y 4,2 gra-  
25 mos de peróxido de benzoilo. Hacer los agregados de benceno  
y peróxido de benzoilo como se indicó anteriormente; ajustar  
el producto a las mismas constantes que las del ejemplo an-  
terior.

Colocar en el emulsor descrito en el ejemplo 1, -  
30 289 gramos de solución de resina preparada; agitar a 2300 -

382210



1 r.p.m. agregar una mezcla homogénea de 103,8 gramos de al-  
quil aril poliglicol éter sulfonato de sodio (Tritón X 200  
de Rohm y Haas Co.) y 29,4 gramos de agua. Al cabo de 30 se-  
5 gundos se comienza el agregado de 461,8 gramos de agua en la  
forma descripta en el ejemplo 1. Se continúa el proceso de  
acuerdo al citado ejemplo.

EJEMPLO 3

10 En un balón de vidrio de 5 litros de capacidad, con  
tres bocas, provisto de agitador, trampa de Dean y Stark y  
refrigerante, calentado eléctricamente, colocar 900 gramos  
de benceno, llevar a reflujo y, en este momento comenzar la  
incorporación, desde una ampolla de decantación, de una so-  
lución formada por 1470 gramos de estireno destilado, 100 -  
15 gramos de ácido metacrílico libre de inhibidor y 4,5 gramos  
de peróxido de benzoilo. El tiempo de agregado de dicha so-  
lución debe ser aproximadamente 1 hora y 30 minutos.

20 Finalizado el agregado se continúa el calentamien-  
to durante tres horas, al cabo de las cuales se incorpora -  
una solución (A) de 1,5 gramos de peróxido de benzoilo en  
45 ml de benceno. Se sigue calentando dos horas más y se re-  
pite el agregado (A). Se calienta otras 2 horas, obteniéndose  
se una resina de viscosidad Gardner a 25°C mayor que Z-6. Se  
ajustan los no volátiles a 50%.

25 268 gramos de la solución de resina preparada; se  
colocan en el emulsor del ejemplo 1. Se agita a 2300 r.p.m.  
se agrega una mezcla homogénea de 21,2 gramos de trietanolami-  
na y 1,8 gramos de alquil aril poliglicol éter sulfonato  
de amonio (Penopon CO 436, producido por General Aniline and  
30 Film Corporat.). Se continúa la agitación y luego a 30 segun-  
dos se comienza el agregado de 300 gramos de agua (I). Se

382210



1 continúa agitando y se incorpora una solución (II) de 2,6  
gramos de alcohol polivinílico (Mowiol 3098 - Hoechst) en  
229,5 gramos de agua y luego (III) 176,6 gramos de agua. La  
velocidad promedio de incorporación de (I), (II) y (III) de-  
5 be ser de 30 ml por minuto. Finalizada esta operación puede  
observarse una emulsión de gotas de solución de resina, cada  
una de las cuales contiene en su interior una fina disper-  
sión acuosa.

Este material es pasado al equipo de evaporación de  
10 solvente descrito en el ejemplo 1. En este caso, la tempera-  
tura no deberá exceder los 45-50°C.

EJEMPLO 4

15 300 gramos de sólidos de la resina cuya preparación  
se describe en el ejemplo 1, se disuelven en 450 gramos de  
cloruro de metileno. Se coloca esta solución en el emulsor  
descrito en el ejemplo 1. Se agrega una mezcla de 18 gramos  
de trietanol amina y 2 gramos de alquil aril sulfonato de so-  
dio al 33% (Quimolene de sodio de Cía. Química). Se homogei-  
niza durante 30 segundos. Se comienza el agregado de 300 ml  
20 de agua a una velocidad media de 30 ml por minuto. Luego se  
agrega una solución de 39 gramos de alcohol polivinílico (-  
por ejemplo Gohsenol GL-05 de Nippon Synthetic Chem. Ind. Co.)  
en 500 ml de agua a una velocidad media de agregado de 30 ml  
por minuto. La emulsión resultante se pasa a un balón de 5  
25 litros similar al usado en los ejemplos anteriores para pro-  
ceder a la evaporación del solvente de la resina. En este -  
caso durante la primera hora la temperatura no debe pasar de  
40-45°C y luego se calienta durante dos horas más entre 60  
y 65°C. El material pulverulento obtenido se separa por cual-  
quiera de los métodos indicados en el ejemplo 1.  
30



382210

1

EJEMPLO 5

En un recipiente, se prepara una mezcla de 250 gramos de material seco, obtenido según el ejemplo 1, 2 ó 3 y 300 gramos de emulsión de acetato de polivinilo al 50% con 10% de ftalato de dibutilo (Mowilith DC02 de Hoechst) y agua hasta viscosidad apropiada. La mezcla anterior puede usarse como recubrimiento orgánico superficial, aplicándose a pincel, rodillo, etc., con poder cubriente y color satisfactorio.

5

10

EJEMPLO 6

50 gramos de una solución de una resina formadora de película soluble en agua al 50% de no volátiles (por ejemplo Linaqua de Spencer Kellogg, USA) se mezclan con 50 gramos de material obtenido según el ejemplo 1, 2, 3 ó 4. Se agregan los secantes indicados por los fabricantes. Se obtiene una mezcla que puede usarse como revestimiento orgánico, aplicándose por métodos descritos en el ejemplo 5 y que tiene buen poder cubritivo y color satisfactorio.

15

20

EJEMPLO 7

50 gramos de una solución de resina alquíd secante al aire con 50% de no volátiles, en aguarrás mineral, (por ejemplo Beckosol Nº 1334 de Reichhold Chem. Inc. USA) se mezclan con 50 gramos del producto obtenido según los ejemplos 1, 2, 3 ó 4 previamente secado. Se agregan secantes y aguarrás mineral en cantidad suficiente para obtener una viscosidad adecuada. Se obtiene un recubrimiento orgánico blanco, cubriente y aplicable por cualquiera de los métodos descritos en el ejemplo 5.

25

30

EJEMPLO 8

En un recipiente metálico con agitador se disper-

382210



1 san 90 partes de la mezcla del ejemplo 4; 5 partes de bióxido  
do de titanio rutilo; 6 partes de carbonato de calcio (malla  
400) y 0,1 parte de azul de ftalocianina (por ejemplo el F  
5 61, fabricado por Rapp y García). Se puede agregar disper-  
santes, mojantes, agentes antiespuma, fungicidas y desinfectantes  
y espesantes, según se acostumbra en la preparación  
de pinturas al látex y agua hasta llevar a la viscosidad -  
apropiada. Se obtiene en esa forma una pintura celeste.

10 En resumen, la Patente de invención que se solicita,  
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

15 1.- Un procedimiento para la preparación de un nuevo  
material polimérico multicelular en forma de partículas  
cuyo tamaño está comprendido entre 500 micrones como máximo  
y 0,02 micrones como mínimo, cuyas partículas contienen en  
su interior, por lo menos, una celda de tamaño menor de 200  
micrones de diámetro medio, caracterizado por aplicar la técnica  
de doble emulsión de un polímero disuelto en un solvente  
20 te en el cual se emulsiona un líquido no miscible con dicho  
polímero y solvente; la emulsión resultante se emulsiona a  
su vez en dicho líquido no miscible y en otro líquido no miscible  
con el polímero y el disolvente de la solución original  
posteriormente se evapora el disolvente del polímero y parte  
25 de o la totalidad del líquido contenido dentro de las celdas  
de partículas.

30 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado  
porque las partículas se separan previamente de la fase continua  
mediante filtración, decantación o centrifugación.

3.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado

*[Handwritten signature]*

382210



1 terizado porque el polímero es un copolímero de metacrilato  
de metilo y ácido metacrílico y el solvente es benceno sien  
do el agua líquido no miscible con dicho polímero y solven  
te.

5 4.- El procedimiento de la reivindicación 1, carac  
terizado porque el polímero es un copolímero de metacrilato  
de metilo y ácido metacrílico y el solvente de la resina es  
cloruro de metileno, siendo el agua no solvente de la resi  
na y del solvente.

10 5.- El procedimiento de la reivindicación 1, carac  
terizado porque el polímero es un copolímero de estireno y  
ácido metacrílico disuelto en benceno siendo el agua el no  
solvente.

15 6.- Se reivindica por último, como objeto sobre el  
que ha de recaer la patente de invención que se solicita:  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN NUEVO MATERIAL  
POLIMERICO MULTICELULAR.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente Memoria descriptiva, que consta de doce páginas me  
canografiadas.

Madrid, 27 de julio de 1.970

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30