

387724



P.- 46.938

B 3560.3  
AT

**Memoria descriptiva**

SECCION TECNICA
CLASE <u>608</u>
SUBCLASE <u>F</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

entidad / ~~denominacion~~ francesa

con domicilio en 29, rue de la Fédération, Paris, Francia

por: "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE ARTICULOS DE MATERIA  
ARTIFICIAL"

(Clase Internacional C08f)

387724



El presente invento debido a Marie Françoise Blin y a Gilbert Gaussens, se refiere al endurecimiento por reticulación de polímeros acrílicos bajo el efecto de radiaciones ionizantes.

5                   Es sabido reticular monómeros vinílicos sobre polímeros acrílicos insaturados bajo la acción de radiaciones ionizantes. Así es como se sabe realizar revestimientos de superficies por adición a polímeros acrílicos insaturados de uno o varios monómeros vinílicos, por aplicación de la mezcla sobre el soporte a revestir y por se-  
10                   cado bajo la acción de las radiaciones ionizantes.

                  La reticulación de los monómeros vinílicos sobre los polímeros acrílicos insaturados por las radiaciones ionizantes es posible cualquiera que sea el espesor del  
15                   polímero acrílico. No obstante, la irradiación debe efectuarse obligatoriamente bajo vacío o bajo atmósfera inerte y, sobre todo, la preparación de los polímeros acrílicos insaturados es compleja y costosa.

                  El presente invento tiene como misión permitir  
20                   el endurecimiento de polímeros acrílicos saturados por reticulación bajo la acción de radiaciones ionizantes en presencia de aire, cualquiera que sea el espesor irradiado. La posibilidad de efectuar la irradiación en presencia de aire se traduce en una gran simplificación sobre el plano  
25                   tecnológico.

                  El invento puede recibir muy numerosas aplicaciones, entre las cuales, además de la realización de revestimientos de superficies según la patente principal, se pueden citar: la confección de materiales aislantes bajo  
30                   forma de películas, placas, etc., de materiales impreg-



nados en superficie o en profundidad, tales como hormigón, yeso, papel, maderas o materiales textiles, la fabricación de tubos, revestimientos de placas metálicas, hilos, cables, la fabricación de vidrios orgánicos, tales como lentes, vidrios de gafas, parabrisas, lunas.

5

El invento propone una composición que se endurece bajo irradiación que comprende una resina acrílica en solución en por lo menos de un monómero vinílico, caracterizada porque dicha resina está constituida por un copolímero de los ácidos acrílico y metacrílico o de sus ésteres.

10

Propone igualmente un procedimiento de fabricación de artículos de materia artificial que comprende la preparación de una resina acrílica saturada en solución en uno o varios monómeros vinílicos, la conformación de la composición obtenida y su reticulación por acción de radiaciones ionizantes, eventualmente en presencia de aire. La resina acrílica saturada es preparada por copolimerización de monómeros acrílicos y metacrílicos, es decir a partir de ácidos monocarboxílicos monoinsaturados o de sus ésteres.

15

20

Las resinas acrílicas tienen pesos moleculares comprendidos generalmente entre 3000 y 1.000.000.

En un primer modo de realización del procedimiento, la resina acrílica saturada obtenida por copolimerización de monómeros acrílicos y metacrílicos está en solución en uno o varios de los monómeros vinílicos presentes en la mezcla de partida.

25

En un segundo modo de realización del procedimiento, se añaden a la resina acrílica saturada uno o va-

30

387724



5 rios monómeros vinílicos en una proporción ponderal comprendida entre 30 y 70%. Como ejemplos de monómeros vinílicos, pueden citarse estireno, acrilonitrilo, acrilamida, acetato de vinilo, ácido acrílico, ácido metacrílico, y sus ésteres.

10 En una variante de realización, la resina es preparada a partir de monómeros acrílicos y metacrílicos y de monómeros vinílicos no acrílicos. Como ejemplo, pueden citarse estireno con ácido acrílico y ácido metacrílico o sus ésteres, o acetato de vinilo con ácido acrílico y ácido metacrílico o sus ésteres. Tales resinas contienen preferentemente 50 a 70% en peso de restos acrílicos y metacrílicos y 30 a 50% en peso de monómeros vinílicos no acrílicos.

15 Para facilitar la reticulación, se puede recomendar constituir la composición reticulable por una mezcla de resina acrílica, monómero vinílico monoinsaturado y compuestos vinílicos bifuncionales o trifuncionales, éstos últimos en una proporción ponderal comprendida generalmente entre 0,5 y 15%. Como ejemplos de monómeros vinílicos bifuncionales, pueden citarse diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-butano, ftalato de dialilo y, como ejemplos de monómeros vinílicos trifuncionales, pueden citarse triacrilato de trimetilolpropano, trimetacrilato de trimetilolpropano, cianurato de trialilo.

20  
25  
30 La viscosidad de la resina es regulada haciendo variar el peso molecular de la resina acrílica saturada que sirve de aglutinante y/o haciendo variar la concentración relativa del aglutinante en el o los monómeros -

387724



vinílicos.

En el caso de la aplicación del procedimiento, para la realización de revestimientos de superficies, la resina es aplicada en capa delgada sobre el soporte a re-  
5 vestir y reticulada bajo la acción de radiaciones ionizantes, preferentemente por un haz de electrones, cuya energía está comprendida generalmente entre 100 y 4000 KeV.

Para la confección de placas o de bloques de materiales aislantes, la resina es colada en moldes de forma apropiada, y después reticulada bajo la acción de una  
10 radiación ionizante. Se utiliza en este caso, preferentemente, la radiación gamma que es más penetrante.

La elección del tipo de radiación ionizante, rayos X, gamma, beta o electrones acelerados, es guiada por el espesor del producto a irradiar con el fin de alcanzar  
15 una homogeneidad de irradiación (dosis) según un espesor de más o menos 15%. Así, para espesores importantes a irradiar (varios centímetros) la elección de las radiaciones gamma es deseable. En el caso de pequeños espesores (inferiores o iguales al centímetro) y para irradiaciones efectuadas con ayuda de un haz de electrones acelerados, la  
20 elección de su energía es función del espesor a irradiar.

Se van a dar ahora a título no limitativo algunos ejemplos de puesta en práctica del procedimiento.

25 Ejemplo 1.- Se prepara una composición acrílica solubilizando un copolímero acrílico obtenido por copolimerización de metacrilato de metilo y de acrilato de butilo, de peso molecular elevado, 750.000, en una mezcla de monómeros de metacrilato de metilo y acrilato de butilo.

30 La composición acrílica contiene 30% de copolí-

387724



mero acrílico, 32,5% de metacrilato de metilo, 32,5% de acrilato de butilo y 5% de dimetacrilato de etilenglicol.

La viscosidad de la mezcla así obtenida está - comprendida entre 2 y 3 poises.

5 Esta mezcla es colada en un molde cuya superficie superior está al aire libre. El espesor del producto irradiado es de 1 cm.

El conjunto es irradiado con ayuda de radiaciones gamma de un manantial de cobalto 60 con una intensidad de 0,50 Mrad/hora. Para una dosis de 2 Mrads se obtiene un producto reticulado, duro, seco al tacto incluso para la superficie expuesta al aire.

10 Ejemplo 2.- Se prepara una composición acrílica a partir del copolímero acrílico descrito en el Ejemplo 1.

15 La composición acrílica contiene:

30% de copolímero acrílico;

32,5% de metacrilato de metilo;

32,5% de acrilato de butilo;

5% de ftalato de dialilo.

20 Irradiado en las mismas condiciones que se definen en el Ejemplo 1, se obtiene un producto reticulado y seco al tacto.

25 Ejemplo 3.- Se obtiene un resultado idéntico reemplazando el 5% de ftalato de dialilo del Ejemplo 2 por 5% de dimetacrilato de 1,3-butano.

30 Ejemplo 4.- Se utiliza la composición acrílica definida en el Ejemplo 1 según una presentación idéntica. El espesor del producto irradiado era de 0,6 cm. Irradiado bajo un haz de electrones acelerados de una energía de 4 MeV con una intensidad de 0,03 Mrad/segundo. Para una



dosis de 5 Mrads se obtiene un producto duro, reticulado y seco al tacto.

5 Ejemplo 5.- Se prepara una composición acrílica por copolimerización de una mezcla de monómeros de metacrilato de metilo y acrilato de etilo 50/50 en presencia de azo-bis-isobutironitrilo a 70°C. Se hace cesar la operación cuando la viscosidad de la mezcla así obtenida llega a 3 poises.

10 La composición acrílica así obtenida es irradiada en las condiciones definidas en el Ejemplo 4. Se obtiene un producto duro y reticulado.

Ejemplo 6.- Se utiliza la composición acrílica dada en el Ejemplo 1 para impregnar al aire libre sobre una cara de los elementos de yeso sobre un espesor de 3mm.

15 La irradiación se efectúa bajo un haz de electrones acelerados de 4 MeV con una intensidad de 0,1 Mrad/segundo. Para una dosis de 4 Mrad se obtiene sobre la cara tratada un yeso no susceptible de ser rayado e impermeable al agua.

20 Ejemplo 7.- A 100 partes de la mezcla dada en el Ejemplo 6 se añaden 3 partes de dimetacrilato de etilenglicol y se irradia en las mismas condiciones.

25 Ejemplo 8.- Se prepara un barniz según la técnica indicada en el ejemplo 5 a partir de los monómeros siguientes: 50 partes de metacrilato de metilo y 50 partes de acrilato de isobutilo.

El barniz así obtenido es aplicado sobre paneles de metal y de madera y es irradiado bajo un haz de electrones en las condiciones siguientes:

30 Energía de los electrones: 500 KeV

387724 5 MAR



Intensidad 0,20 Mrad/segundo  
Dosis 4 Mrad  
Atmósfera aire  
Espesor del revestimiento 40  $\mu$

5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Francia, con fecha 30 de Enero de 1970, bajo el número EN 7003420, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

10 Los puntos de Invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención, en ESPAÑA, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1ª.- Procedimiento de fabricación de artículos de materia artificial, caracterizado porque incluye la preparación de una resina acrílica saturada por copolimerización de una mezcla que contiene por lo menos 50% de una mezcla de los ácidos acrílico y metacrílico o de sus ésteres, la disolución de dicha resina en un monómero vinílico, la conformación del producto obtenido y su reticulación bajo la acción de radiaciones ionizantes.

20 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha resina es acrílica en 30 a 70%



en peso y metacrílica en 70 a 30% en peso.

5 3<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha resina es un copolímero de monómeros acrílicos y metacrílicos en 50 a 70% en peso y de monómeros vinílicos no acrílicos en 50 a 30% en peso, estando comprendida entre 30 y 70% la proporción de monómero metacrílico en el total de los monómeros acrílicos y metacrílicos.

10 4<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque dicha resina recibe la adición de un compuesto vinílico cuya molécula comprende por lo menos dos insaturaciones.

15 5<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la proporción de dicho compuesto vinílico está comprendida entre 0,5 y 15% en peso.

6<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque dicha resina tiene un peso molecular comprendido entre 3.000 y 1.000000.

20 7<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la proporción de monómero vinílico en la solución está comprendida entre 30 y 70% en peso.

25 8<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la irradiación se efectúa en presencia de aire.

9<sup>a</sup>.- Procedimiento de fabricación de artículos de materia artificial.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

387724



1971


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

MADRID;

5 MAR 1971

P.A.

Alberto de ~~Alvarez~~  
Por Potest.

  
PSO.