



11 MA

P.- 46.921

B 16 806  
U.S. 696253  
JHH. (WMP)

387760

**Memoria descriptiva**

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>B 01</u>
SUBCLASE <u>F</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de JOHN CHARLES ZOLA

~~estadounidense~~ nacionalidad norteamericana

con domicilio en 2662 Tenth Avenue, Arcadia, California,  
Estados Unidos de America.

por: " UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE RECUBRI-  
MIENTO NO ACUOSA "

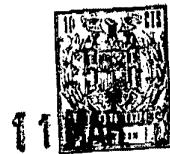


Este invento se refiere a composiciones de recubrimiento no acuosas y a métodos para preparar tales composiciones. Más particularmente, el invento se refiere a composiciones de recubrimiento no acuosas en que partículas individuales de material de recubrimiento no acuoso son dispersadas en un medio líquido no acuoso, siendo las partículas individuales dispersadas y el líquido dispersante relativamente inmiscibles entre si.

Hasta ahora, se han empleado dispersiones de materiales de recubrimiento no acuosos en medios no acuosos, y han sido útiles para proporcionar recubrimientos gruesos en una única aplicación. Plastisoles y organosoles son ejemplos comunes. (G.M. Powell y otros "Organosoles from Vinyl Resins", Official Digest of Federation of Paint and Varnish Production Clubs. (Febrero 1954), páginas 94-108). Este tipo de dispersiones ha proporcionado también un margen limitado de texturas y ha estado sujeto a diversas limitaciones. En particular, la preparación de un recubrimiento empleando dos colores separados diferentes ha requerido bien sea operaciones separadas, bien sea equipos especiales para entregar simultáneamente los materiales de diferente color. La formación de recubrimientos coherentes, libres de defectos, ha requerido dispersiones en las cuales las partículas son muy pequeñas, de 10 micras o menos. Para una fusión satisfactoria incluso de partículas pequeñas, han sido necesarias comunmente temperaturas elevadas.

En composiciones de recubrimiento de plastisoles y de organosoles del tipo descrito, es práctica común disponer cualesquiera materiales colorantes únicamente en el

387760



medio dispersante externo de modo que al entremezclar dos o más de tales dispersiones, se obtendría una mezcla de pigmentos en lugar de un efecto multicolor. Además, incluso si las partículas resinosas estuviesen pigmentadas, todavía no se podrían obtener por estos medios recubrimientos multicolores, dado que el pequeño tamaño de partículas requerido para una buena formación de películas impediría distinguir visualmente una partícula de otra, tal como es necesario para obtener un efecto multicolor.

10           Diversos recubrimientos especiales que puedan estar texturados, y algunos de los cuales pueden ser de color o matiz heterogéneo, han sido creados por técnicas que no dependen de la utilización de dispersiones de materiales de recubrimiento. (Véase Harry Burrell, "A Survey of  
15 Novelty Finishes", Organic Finishing, Volumen 16, número 12, (Diciembre 1955) páginas 15-20). Algunos de estos tales como acabados granulados o velados, están basados en composiciones de recubrimiento de elevada viscosidad las cuales, cuando son aplicadas a una superficie a pintar, son hechas incidir sobre esta superficie en forma de  
20 gotas o vetas que tienden a fusionarse entre si, pero no se igualan ni nivelan completamente antes de que se haya endurecido la película de recubrimiento. Los acabados centelleantes son de caracter algo similar, pero emplean  
25 composiciones de recubrimiento de baja viscosidad que son aplicadas de manera tal que no cubren completamente la mano de imprimación. Recubrimientos metálicos tales como los tipos opalescentes o acabados martillados dependen de la utilización de escamas de aluminio muy finas que reflejan la luz de modo algo diferente en diferentes zonas

387760

24



del recubrimiento.

Todos estos acabados especiales son o bien limitados en cuanto a la variación de color y textura que pueden proporcionar, o bien requieren varias operaciones de recubrimiento sucesivas para producir el resultado definitivo. En principio, su método de trabajo es bastante distinto de aquel en que dispersiones de materiales de recubrimientos son utilizadas para proporcionar recubrimientos multicolores o texturados en una única operación.

Se han preparado composiciones de recubrimiento multicolores disponiendo dispersiones de partículas relativamente grandes de un vehículo de recubrimiento en un medio dispersante líquido. Dichas dispersiones han requerido generalmente el empleo de un par de disolventes inmiscibles en los medios dispersado y dispersante.

Un medio para proporcionar la inmiscibilidad requerida de disolventes ha sido descrito en la memoria británica número 750.605 anterior del solicitante, que emplea agua en el medio dispersante, y en la fase dispersada utiliza diversos disolventes no acuosos que son inmiscibles con agua. Otro medio de lograr dispersiones mediante disolventes inmiscibles es el descrito en la memoria británica número 882.199, que emplea disolventes no acuosos tanto en el medio dispersado como en el medio dispersante. De acuerdo con esta patente es posible evitar materiales acuosos y obtener una aptitud de cubrición satisfactoria sobre superficies que no son humedecidas con facilidad por el agua. Las formulaciones de recubrimiento de acuerdo con esta patente están limitadas, sin embargo, de modo evidente a la utilización de materiales de recubrimiento

387760



que tienen solubilidad selectiva satisfactoria en un miembro de un grupo de pares de disolventes inmiscibles. Como en el campo no acuoso dichos pares inmiscibles son relativamente raros, al menos uno de ellos es probable que sea indeseable desde el punto de vista del costo, de la volatilidad, de la toxicidad, o de otras propiedades. Se ha encontrado también que dispersiones basadas en disolventes no acuosos inmiscibles tienen frecuentemente sólo una estabilidad mínima.

Composiciones de recubrimiento multicolores se han creado también por dispersiones en las que los disolventes empleados en diferentes fases son miscibles entre ellos. En la memoria británica número 916.983 la insolubilización de las partículas dispersadas en el medio dispersante se logra utilizando en el medio dispersante una mezcla disolvente que precipita o expulsa desde la solución al sólido del material de recubrimiento empleado en la fase dispersada. En esta precipitación del material de recubrimiento cuando la fase dispersada es mezclada con el medio dispersante, el material de recubrimiento precipitado adopta la forma de partículas fibrosas o a modo de escamas que tienen poca tendencia a coalescer entre ellas, bien sea en la composición de recubrimiento líquida o en la película depositada a partir de ella. Las partículas dispersadas precipitadas, en lugar de ello, son aglutinadas entre ellas en la película acabada por materiales de recubrimiento depositados a partir del medio dispersante.

El procedimiento de dicha memoria británica número 916.983 para lograr dispersiones útiles como composiciones de recubrimiento es inferior al de la antedicha memoria británica número 882.199 que emplea disolventes o vehículos inmiscibles

387760



en el hecho que las partículas dispersadas no se juntan con facilidad entre ellas, ni se funden homogéneamente con los materiales de recubrimiento del medio dispersante. En la película acabada, las porciones que se derivan de partículas dispersadas tienden a ser de naturaleza porosa y de forma angulosa, sobresaliendo frecuentemente en forma áspera desde la superficie de la película de recubrimiento. El aspecto general es similar al que se podría obtener de modo más económico dispersando material fibroso sólido en un vehículo de recubrimiento de una única fase.

Para asegurar buena formación de película es esencial que todas las fases de una composición de recubrimiento sean capaces de fusionarse satisfactoriamente, después de volatilización de los componentes disolventes, con componentes depositados adyacentemente a ellos. En general, esto requiere que los materiales de recubrimiento en todas las fases de la composición de recubrimiento permanezcan solvatados satisfactoriamente por los disolventes presentes en esta fase. Hasta ahora, esto no se ha logrado con disolventes no acuosos miscibles, pero se puede lograr, tal como se muestra a continuación, de acuerdo con el presente invento.

Es un objeto del presente invento superar las limitaciones en materiales de recubrimiento de la técnica anterior utilizando un concepto nuevo y distinto para producir composiciones de recubrimiento.

Otro objeto del presente invento es emplear medios no acuosos para la producción de composiciones de recubrimiento multicolores las cuales por simple secado en aire a la temperatura ambiente sean capaces de formar recubri-

387760



mientos coherentes libres de defectos, lisos o texturados, y de espesor y aptitud de cubrición variables.

5 Es un objeto más del presente invento crear composiciones de recubrimiento que comprenden dispersiones no acuosas en que la fase dispersada es inmisible con el medio dispersante, siendo los disolventes de cada fase miscibles entre ellos, y estando los materiales formadores de película de cada fase esencialmente en solución, y no siendo precipitados ni floculados por la presencia de la  
10 otra fase.

Los objetos y ventajas del presente invento que anteceden y otros serán explicados y resultarán evidentes para los técnicos en la materia a partir de la presente descripción.

15 Los resultados y efectos nuevos e inesperados de este invento resultan de composiciones de recubrimiento que emplean dos o más medios no acuosos que son relativamente inmiscibles entre ellos, pero en que los disolventes de dichos medios son miscibles entre ellos. Por el  
20 término "inmiscible", al describir los medios no acuosos, se entiende una composición de recubrimiento que comprende más de una fase, y que los componentes de recubrimiento presentes en cada fase son solvatados por los disolventes presentes en esta fase.

25 Por ejemplo, de acuerdo con una realización del invento, la composición de recubrimiento puede comprender una dispersión en que las partículas no acuosas dispersadas individuales son suficientemente fluidas para adoptar una forma lisa y redondeada, o incluso esférica. De acuerdo con otra realización, las partículas no acuosas disper



sadas pueden ser geles semifluidos o incluso relativamente firmes, pero los materiales de recubrimiento que ellas contienen no serán floculados ni precipitados en ningún grado sustancial. Dado que estos componentes de recubrimiento permanecen solvatados satisfactoriamente por los disolventes no acuosos incluso después que se ha formado la dispersión, las partículas dispersadas son capaces, durante la formación de película, de coalescer con componentes formadores de película adyacentes depositados a partir del medio dispersado o dispersante, según pueda darse el caso.

De acuerdo con lo que antecede, cuando se emplea aquí o en las reivindicaciones que siguen se pretende que el término "solvatado" abarque:

(1) que se ha retenido suficiente disolvente por la fase dispersada para formar una película continua coherente cuando se aplica a una superficie, sin la adición de un agente formador de película externo en el medio dispersante, no siendo las características de película resultantes las de partículas sólidas fibrosas o escamosas;

(2) que las partículas dispersadas de material de recubrimiento son por si mismas esencialmente una solución coloidal en lugar de un residuo precipitado, y están en la fórmula de glóbulos que retienen sustancialmente la viscosidad del material de recubrimiento antes de dispersión en lugar de la viscosidad de una solución parcialmente precipitada que resulta de emigración entre fases de disolventes o solutos;

(3) que los glóbulos de material de recubrimiento, como resultado de la afinidad del disolvente para el ma-

387760

24



terial de recubrimiento, son capaces de ser modificados en cuanto a la forma por las fuerzas de tensión interfacial, de modo que tienden a ser de forma lisa y redondeada y frecuentemente esférica en lugar de forma áspera, a modo de escamas, o de contornos irregulares, por precipitación parcial durante la dispersión;

(4) que los glóbulos de material de recubrimiento transparente, fluidos o a modo de gel, retienen sustancialmente la transparencia de una solución coloidal homogénea, en lugar del aspecto translúcido o turbio que aparece cuando ciertos componentes son expulsados de la solución;

(5) que si los glóbulos de material de recubrimiento no son a modo de gel sino fluidos, y no son protegidos por agentes estabilizadores, tienden a coalescer entre ellos en ausencia de agitación para formar glóbulos mayores o una única capa continua.

A partir de lo que antecede se cree que es evidente que en las composiciones del presente invento debe haber primero un sistema de fases múltiples para permitir la deposición de más de un color en una única operación. En segundo lugar, los componentes de cada fase deben permanecer suficientemente solvatados para permitir la formación de una película coherente, bien integrada.

Han aparecido dificultades en las composiciones de la técnica anterior por el hecho de que composiciones no acuosas inmiscibles sólo podían ser proporcionadas por utilización de disolventes inmiscibles. Cuando se utilizan disolventes miscibles, tal como en la memoria británica número 916.983, se podría evitar la disolución de la fase dispersada únicamente por utilización en el medio dispersan



te de disolventes relativamente malos que precipitasen  
parcialmente los materiales de recubrimiento de la fase  
dispersada. Se ha encontrado ahora que se pueden formar  
dispersiones que comprenden fases inmiscibles incluso  
5 cuando los disolventes de ambas fases son idénticos.

Para proporcionar fases inmiscibles que contienen  
disolventes miscibles, es necesario considerar los mate-  
riales de recubrimiento empleados en las diversas fases,  
y su relación con los disolventes utilizados para disol-  
10 verlos. Es bien sabido que materiales resinosos o polí-  
meros sólidos tienden a absorber ciertos disolventes con  
más facilidad que otros. Este principio de absorción se-  
lectiva ha sido utilizado incluso para la separación de  
ciertos disolventes desde una mezcla de líquidos misci-  
15 bles. Véase, por ejemplo, el artículo de Hwa, Meitzner y  
McBurney, "Separation of Miscible liquids by Polymeric  
Absorbents", Industrial and Engineering Chemistry, 49  
(Noviembre 1957) páginas 1828-1834, en que se utilizan  
para este fin polímeros acrílicos reticulados.

20 En el presente invento, el principio de la absor-  
ción preferente se utiliza con materiales polímeros o  
resinosos reticulados o de otros tipos para preparar un  
sistema de dos o más soluciones inmiscibles, empleando  
disolventes completamente miscibles, o incluso un único  
25 disolvente. Esto se logra utilizando, para preparar una  
o más de la pluralidad de fases, materiales de recubri-  
miento que tienen considerable afinidad para los disolven-  
tes de esa fase, y menos afinidad para los disolventes o  
materiales de recubrimiento utilizados en otra fase. Esta  
selección de materiales hace mínima la tendencia de disol-

387760

11



ventes o resinas a transferirse desde una fase a otra, lo cual conduciría a precipitación de una fase por otra o a disolución de los diferentes materiales uno en otro.

5 La separación de fases se logra disponiendo dos o más vehículos de recubrimiento que despliegan una cierta diferencia mínima en sus características de solubilidad. La naturaleza o grado de esta diferencia es afectada a la vez por los disolventes y las resinas que se escogen para las diversas fases, y es proporcionada generalmente en  
10 parte a la vez por los disolventes y por las resinas. De este modo, la inmiscibilidad de soluciones se puede lograr sin necesidad de utilizar disolventes inmiscibles.

La separación de fases de disolventes y resinas se discute comunmente en términos de los parámetros de solubilidad de los componentes. Considerando en primer lugar  
15 los disolventes sólo, la diferencia en parámetros de solubilidad de los disolventes es llamada convenientemente la diferencia disolvente, y la separación de fases aparece cuando la diferencia disolvente excede de un cierto valor que es aproximadamente el mismo para muchas combinaciones  
20 de disolventes. En la práctica de la tecnología de recubrimientos convencionales, el grado de diferencia disolvente requerido para la inmiscibilidad no se puede lograr frecuentemente con facilidad o de modo económico, y no es  
25 requerido por las composiciones del presente invento. Sin embargo, una diferencia disolvente que sea insuficiente por si misma para producir separación de fases puede ayudar sustancialmente a proporcionar la diferencia mínima requerida en características de solubilidad de soluciones formadoras de película. Los disolventes preferidos no



necesitan tener parámetros de solubilidad idénticos, pero  
deben ser al menos parcialmente miscibles entre ellos, y  
ninguno de ellos debe actuar como un agente precipitante  
para el polímero de la otra fase. Dado que diferentes po-  
5 límeros tienen diferentes exigencias de disolvente, es  
frecuentemente deseable una diferencia disolvente, y puede  
reducir la diferencia en características de solubilidad  
requerida para los agentes formadores de película.

En las presentes composiciones, la separación de  
10 fases se proporciona primordialmente por los materiales  
formadores de película de cada fase. Es característico de  
los materiales comunmente utilizados como formadores de  
película que la separación de fases aparece con diferen-  
cias en parámetros de solubilidad mucho menores que las  
15 requeridas para disolventes inmiscibles. Por utilización  
de polímeros con parámetros de solubilidad moderadamente  
diferentes, se pueden lograr con facilidad composiciones  
de dos fases con muchos pares de agentes formadores de  
película, incluso cuando se utiliza para ambas fases un  
20 disolvente común. Para lograr este fin, es importante que  
las resinas y disolventes de cada fase se eligen para  
complementarse o reforzarse mutuamente en las caracteris-  
ticas deseadas de solubilidad o solvatación. Una diferen-  
cia apropiada entre fases puede lograrse si los disolven-  
25 tes y resinas utilizados para preparar cada fase son simi-  
lares entre ellos, pero difieren de los de otras fases en  
factores que determinan características de solubilidad,  
tales como el grado de polaridad o la densidad de energía  
cohesiva (energía de evaporación por unidad de volumen).  
Esta diferencia entre fases depende especialmente de las

387760



resinas empleadas en cada fase, y para una selección determinada de resinas tiende a hacerse mayor al aumentar la concentración de resina.

5 Por ejemplo, si se desea formar una dispersión en que una fase es un barniz de nitrocelulosa, se puede pensar para la otra fase en una resina que no sea completamente compatible con la nitrocelulosa. Dado que la nitrocelulosa es relativamente polar, y tiene un parámetro de solubilidad relativamente elevado, (vease H.Burrell, 10 Official Digest (Noviembre, 1957) páginas 1069-1076, E.P. Lieberman, Official Digest (Enero 1962) páginas 30-50, y Arthur K. Doolittle, The Technology of Solvents and Plasticizers, páginas 796-837), una resina apropiada para la fase complementaria es deseablemente menos polar, o 15 una que tiene un menor parámetro de solubilidad. Si se utilizan diferentes disolventes en fases diferentes, esto servirá también para los disolventes, pero sus respectivas densidades de energía cohesiva no serán tan diferentes que los hagan inmiscibles entre ellos, o que provoque que el 20 medio dispersante precipite al material de recubrimiento de la fase dispersada. En el Ejemplo I que se da más abajo por ejemplo, se encontró que una resina vinílica era suficientemente diferente de la nitrocelulosa para permitir la utilización del mismo sistema disolvente en ambas fases.

25 Para seleccionar resinas apropiadas para utilizarse conjuntamente, es preferible que estas no sean extremadamente incompatibles entre ellas, dado que entonces se podría perjudicar la formación de película. En algunos casos, tal como en el Ejemplo V dado más abajo, puede ser deseable utilizar combinaciones de resina en una o más de las



fases con el fin de alcanzar con facilidad un grado apropiado de incompatibilidad. Es significativo, sin embargo, el hecho de que el presente invento hace posible la utilización de combinaciones de resina que generalmente, en utilización de composiciones de recubrimiento convencionales serían evitadas. En particular, la utilización de dispersiones de partículas pequeñas hace posible lograr películas brillantes cuando se emplean resinas incompatibles que en utilización normal producirían películas de aspecto indeseablemente heterogéneo. Las partículas dispersadas, por ejemplo, pueden ser demasiado pequeñas para ser distinguibles por si mismas, pero dan lugar todavía a dibujos multicolores claramente visibles por el proceso de aglomeración u orientación parcial durante el curado de la película.

Las composiciones de recubrimiento del presente invento se forman a partir de la utilización de polímeros incompatibles que son disueltos en disolventes orgánicos miscibles para proporcionar un acabado decorativo en cualquiera de un número deseado de dibujos sobre un substrato.

En el campo de los recubrimientos, se entiende comúnmente que el término "incompatible" se refiere al desarrollo de películas turbias u opacas después de evaporación del disolvente desde una solución de polímero. Las películas turbias u opacas se deben al hecho de que aunque la solución es inicialmente homogénea, tiene lugar separación de fases en algún momento antes de que esté completa la volatilización. Durante el proceso de secado, la concentración de algunos componentes se ha hecho suficientemente grande para desarrollar soluciones inmisci-



bles. En el pasado, la utilización de polímeros incompatibles ha sido evitada de modo general a causa de que las partículas que se separan son extremadamente pequeñas por lo que es probable que la película resultante sea algo turbia, opaca o de bajo brillo. En algunos casos, la película puede mostrar también reducida integridad física.

Se ha determinado que se pueden utilizar polímeros incompatibles para producir películas decorativas enteramente satisfactorias, con la condición de que las zonas de heterogeneidad sean macroscópicas en lugar de microscópicas. En el presente invento, el material productor de acabado decorativo comprende una dispersión de fases múltiples en que cada fase está coloreada o es de un aspecto diferente que el del resto de las fases de la misma.

Para proporcionar el acabado decorativo requerido, al menos algunas de las zonas separadas discretas depositadas a partir de dicha dispersión deben ser sustancialmente mayores que de dimensiones coloidales. El área mínima de visibilidad normal no es definida con facilidad, dado que depende de un cierto número de factores incluyendo iluminación, contraste de colores, configuración geométrica de los elementos, etc. Por ejemplo, el ángulo de visibilidad mínimo para un elemento lineal es comúnmente menor que el ángulo de visibilidad mínimo para un punto que tiene la misma dimensión mínima. También, en las presentes composiciones, elementos de dibujo claramente visibles resultan frecuentemente de la agrupación o conglomeración parcial de zonas de color básicas que en una disposición más uniforme no contrastan nítidamente con sus partes circundantes. Para la mayoría de los



dibujos preferidos, sin embargo, un número sustancial de las zonas discretas básicas separadas deberán tener dimensiones de al menos 25-50 micras, o mayores.

5 Un medio de preparar el material productor de acabado consiste en entremezclar los vehículos formadores de película que comprenden sus diversas fases, agitándolos conjuntamente para formar una dispersión antes de la aplicación sobre una superficie. Después de aplicación de esta dispersión, algunas de las zonas discretas separadas  
10 en el acabado decorativo pueden tener dimensiones similares a las de los cuerpos dispersados originales. Frecuentemente, sin embargo, las zonas discretas del recubrimiento decorativo diferirán de dichos cuerpos bien sea en el tamaño bien sea en la forma, bien sea en ambas cosas a la vez. En algunos casos, las zonas de color discontinuo en el recubrimiento corresponderán a la fase continua de la dispersión.  
15

A causa de la naturaleza susceptible de fluir de ambas fases de las presentes composiciones, los elementos  
20 originales son deformados frecuentemente por el proceso de aplicación, y los elementos aplicados son frecuentemente modificados o reordenados antes de que la película se cure por fuerzas de tensión superficial, convención, gravedad o similares. En el acabado decorativo, zonas de aspecto contrastante son formadas generalmente en parte  
25 por la coalescencia de gotitas dispersadas durante la volatilización del disolvente. A causa de estos factores, el dibujo resultante depende ampliamente del método de aplicación, y en cierto grado de la textura y de la propiedad absorbente del sustrato.

# 387760



Como ilustración de la gama de dispersiones que se pueden preparar de acuerdo con este invento, la tabla siguiente enumera algunos de los pares de vehículos de recubrimiento que son inmiscibles entre ellos.

5 ALGUNOS EJEMPLOS DE SISTEMAS O PARES DE RESINAS Y DISOLVENTES INMISCIBLES.

	<u>Primera fase</u>	<u>Segunda fase</u>
10	1 Aceite de linaza bruto (sin disolvente volátil)	Resina de melamina-formaldehído en xileno-butanol
	2 Aceite de linaza bruto en tolueno	Resina alcídica estirenada en tolueno
	3 Aceite de linaza oxidado en tolueno	Resina alcídica estirenada en tolueno
15	4 Aceite de linaza oxidado en esencias minerales inodoras	Aceite de ricino deshidratado en esencias minerales inodoras.
	5 Aceite de linaza oxidado en esencias minerales inodoras	Aceite de linaza modificado con ciclopentadieno en esencias minerales inodoras
20	6 Aceite de linaza polimerizado en vacio en tolueno	Resina alcídica estirenada en tolueno.
	7 Aceite de linaza polimerizado en vacio en esencias minerales inodoras	Resina alcídica con aceite de linaza-soja encalada en esencias minerales y esencias minerales inodoras.
	8 Aceite de linaza polimerizado en vacio en esencias minerales	Aceite de soja estirenado en esencias minerales.
25	9 Aceite de ricino deshidratado en tolueno	Resina de melamina-Formaldehído en xileno-butanol
	10 Poliuretano (tipo previamente reaccionado) en xileno	Caucho natural clorado en tolueno
	11 Acetato-butirato de celulosa (29,5% acetilo, 17% butirilo) en 1-nitropropano	Copolímero de cloruro de vinilo acetato de vinilo (cloruro de vinilo 87%; acetato de vinilo 13% en 1-nitropropano

387760



11 MAR 1971

	12 Nitrocelulosa (nitrógeno 11,8-12,2% en acetato de butilo	Resina de butadieno-estireno de baja viscosidad en acetato de butilo
	13 Resina de éster acrílico en tolueno	Resina de estireno-butadieno de baja viscosidad en tolueno
5	14 Resina de éster acrílico en mezcla de disolventes de acetato de etilenglicol monoetil-éter y tolueno (2 partes por 3 partes en peso)	Resina de poliéster lineal en mezcla de disolventes de acetato de etilen glicol monoetil éter y tolueno (2 partes por 3 partes en peso)
	15 Caucho natural colorado en xileno	Resina de silicona en xileno
10	15a Caucho natural clorado en xileno	Copolímero de estireno-butadieno en xileno
	16 Caucho natural clorado en metil-isobutilcetona	Resina de melamina-formaldehido en xileno-butanol
	17 Copolímero de estireno-butadieno en xileno	Poli-etileno clorosulfonado en xileno
	17a Copolímero de estireno-butadieno en xileno	Poliuretano (tipo previamente reaccionado) en xileno
15	17b Copolímero de estireno-butadieno en xileno	Aceite de linaza oxilado en xileno
	18 Copolímero de estireno-butadieno en metil isobutil cetona	Resina de melamina-formaldehido en xileno-butanol
	19 Resina de silicona en xileno	Copolímero de cloruro de vinilocloruro de vinilideno en xileno
20	19a Resina de silicona en xileno	Poli-etileno clorosulfonato en xileno.
	19b Resina de silicona en xileno	Poliuretano (tipo previamente reaccionado) en xileno
	19c Resina de silicona en xileno	Aceite de linaza oxidado en xileno
25	20 Polímero de metacrilato de isobutilo en xileno	Copolímero de estireno-butadieno en xileno
	20a Polímero de metacrilato de isobutilo en xileno	Resina alcídica estirenada en xileno
	20b Polímero de metacrilato de isobutilo en xileno	Poli-etileno clorosulfonado en xileno
	20c Polímero de metacrilato de isobutilo en xileno	Aceite de linaza oxidado en xileno

387760



- 21 Acetato-butirato de celulosa (13% acetilo; 37% butirilo) en xileno-metilisobutilcetona Copolímero de cloruro de viniloacetato de vinilo (87% cloruro de vinilo; 13% acetato de vinilo) en xileno-metilisobutilcetona.
- 21a Acetato-butirato de celulosa (13% acetilo; 37% butirilo) en xileno-metilisobutilcetona Polietileno clorosulfonado en xileno-metilisobutilcetona
- 5 21b Acetato-butirato de celulosa (13% acetilo; 37% butirilo) en xileno-metilisobutilcetona Copolímero de estireno-butadieno en xileno-metilisobutilcetona
- 21c Acetato-butirato de celulosa (13% acetilo; 37% butirilo) en xileno-metilisobutilcetona Resina de silicona en xileno-metilisobutilcetona
- 10 22 Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Copolímero de cloruro de vinilideno-acrilonitrilo en dioxano
- 22a Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Polivinilbutiral (9-13% hidroxilo; 0-2,5% acetato; 88% butiral) en dioxano
- 15 22b Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Copolímero de cloruro de vinilo-acetato de vinilo (87% cloruro de vinilo; 13% acetato de vinilo en xileno-metilisobutilcetona
- 22c Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Acetato-Butirato de celulosa (13% acetilo; 37% butirilo) en xileno-metilisobutilcetona
- 20 22d Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Polímero de metacrilato de isobutilo en xileno
- 22e Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Copolímero de estireno-butadieno en xileno.
- 25 22f Resina de poliéster (tipo lineal de alto peso molecular) en dioxano Resina de melamina-formaldehído en xileno-butanol

Además de la acomodación entre disolventes y resinas que tienen características de solubilidad similares, es



posible aumentar la afinidad entre disolvente y resina  
aumentando el peso molecular efectivo de la resina, espe-  
cialmente si esto se realiza por reticulación. Esto tiende  
a favorecer la inmiscibilidad de fases por el hecho de que  
5 reduce, en primer lugar, la tendencia de la fase dispersa-  
da a disolverse en el medio dispersante y, en segundo lu-  
gar, la tendencia de diferentes fases a intercambiar com-  
ponentes que podrían conducir a precipitación de materia-  
les disueltos. Este método de proceder es necesario gene-  
ralmente en casos en que se desea formar dispersiones en  
10 las que no se utilizan materiales de recubrimiento en el  
medio dispersante, o en que dichos materiales de recubri-  
miento tienen características de solubilidad no ampliamen-  
te diferentes de las utilizadas en la fase dispersada.  
15 Mediante la utilización de materiales polímeros de elevado  
peso molecular o reticulados en la fase dispersada, es  
posible proporcionar dispersiones en que las partículas  
dispersadas son geles blandos, semifluidos, y no se re-  
quieren necesariamente materiales formadores de película  
20 en el medio dispersante para asegurar separación de fases.  
Si se desean materiales de recubrimiento en la fase exter-  
na o dispersante, estos pueden ser del mismo tipo que la  
resina utilizada en la fase interna, pero más fácilmente  
solubles en el disolvente a causa de su peso molecular  
25 más bajo o su grado de reticulación más bajo que la resina  
en la fase dispersada. Por lo tanto, el estado de peso mo-  
lecular más elevado de la resina en la fase dispersada la  
hace menos soluble en el disolvente y tiende a formar un  
gel solvatado; mientras que en la fase dispersante el peso  
molecular más reducido de la resina puede permitir que

387760



esta se disuelva en el disolvente. Haciendo posible utilizar una resina del mismo tipo en ambos medios, dispersado y dispersante, este procedimiento hace mínima cualesquiera dificultades que puedan proceder de incompatibilidad indeseables de resinas de diferentes tipos.

La clase de material gelatinoso que se ha encontrado útil como una o más de las fases de las composiciones de recubrimiento del invento se puede lograr de diversas maneras. Puede ser preparada por el hinchamiento de material resinoso que no se disuelva completamente en el disolvente seleccionado. Puede ser preparada también a partir de una solución de resina, la cual por algún tratamiento es convertida en un material gelatinoso del tipo deseado. Por ejemplo, un vehículo de recubrimiento fluido de tipo convencional puede ser gelificado por ulterior polimerización, oxidación, reacción con óxidos metálicos, o reacción con agentes de reticulación tales como quelato de aluminio o titanato de tetrabutilo. En casos en que el material gelatinoso es preparado a partir de una solución fluida, se debe hacer observar que éste está altamente solvatado, y por lo tanto es de carácter y propiedades diferentes a los de materiales floculados o precipitados que también se pueden preparar a partir de solución de acuerdo con métodos de la técnica anterior.

En algunos casos, se pueden preparar materiales gelatinosos deseables disolviendo meramente ciertas resinas en disolventes apropiados a temperaturas elevadas, y dejando enfriar las soluciones. De este modo se pueden obtener geles bien solvatados a partir de materiales de recubrimiento que no podrían ser disueltos ni incluso hin-

17-9-73

387760



chados satisfactoriamente a la temperatura ambiente normal.

Para preparar el material gelatinoso deseado, es indiferente en principio que este se obtenga por el hinchamiento de resinas sólidas o por la gelatinización de soluciones. En cualquiera de los casos el resultado es similar, aunque en algun caso dado un procedimiento puede ser más conveniente que el otro.

No es invariablemente necesario que la utilización de materiales de elevado peso molecular en la formación de composiciones de recubrimiento de fases múltiples requiera un componente gelatinoso. En ciertos casos puede aparecer un sistema de dos fases en el que ambas fases sean líquidas, estando presentes en ambas fases la misma resina y el mismo disolvente, pero en proporciones diferentes. Por ejemplo, resinas epoxídicas de elevado peso molecular en ciertos disolventes forman soluciones de una única fase dentro de ciertas concentraciones, y sistemas de dos fases líquidas con concentraciones más bajas. Tales materiales son útiles para preparar composiciones de recubrimiento de fases múltiples.

Se sobreentenderá que la práctica de este invento no está restringida a ningún medio particular de formar sistemas de fases múltiples no acuosos. Pueden ser útiles cualesquiera procedimientos que den lugar a dos o más fases en que los materiales de recubrimiento sean solvata- dos por los disolventes presentes, y no se requieren disolventes inmiscibles.

Como resultado de los medios empleados en este invento para lograr separación o inmiscibilidad de fases, resultan numerosas posibilidades y efectos que son ventajosos

387760 24



en la práctica y que subrayan la distinción entre el presente principio y los utilizados hasta ahora. En dispersiones anteriores, la separación de fases dependía principalmente de una diferencia en los disolventes utilizados en fases diferentes. Por lo tanto, era imposible formar dispersiones en las que se pudieran utilizar en ambas fases disolventes similares. Incluso en las dispersiones de la memoria británica número 916.983, en las que no se requieren disolventes inmiscibles, se utilizan disolventes hidrocarbonados en el medio dispersante, y se requieren disolventes para barnices (cetonas y alcoholes) en la fase dispersada. En el presente invento es posible lograr dispersiones en que disolventes hidrocarbonados económicos constituyen el material volátil de ambas fases, o dispersiones en que disolventes más fuertes tales como cetonas y ésteres constituyen proporciones considerables de ambas fases.

En dispersiones de la técnica anterior, que llevaban material colorante en la fase externa, era difícil alcanzar efectos multicolores nítidos y claros, dado que los materiales derivados del medio dispersante tendían a superponerse y oscurecer a los derivados de la fase dispersada. Este efecto se debe aparentemente a la similaridad de fases, dado que es eliminado esencialmente en las dispersiones del presente invento, que emplean una mayor diferencia entre fases. Por utilización de este principio, se pueden obtener efectos multicolores nítidos y distinguibles en los que la fase externa constituye uno de los colores esenciales. Tal como se explicará a continuación, esto es necesario para ciertos efectos valiosos y únicos en su género asociados con dispersiones no estables.

17-9-73

387760

11



Por utilización del presente principio, es posible producir dispersiones multicolores en las que no se requiere en la fase externa agente formador de película.

Esto se logra teniendo al menos dos fases dispersadas,

5 insolubles en la fase dispersante y que no se entremezclan entre ellas, siendo dichas fases dispersadas de colores diferentes. Esto elimina cualesquiera problemas de superposición o de incompatibilidad. En las dispersiones no acuosas anteriores, se consideraba necesario ningún agente  
10 formador de película en la fase externa para aglutinar conjuntamente las partículas dispersadas precipitadas.

Hasta ahora, las composiciones de recubrimiento para películas multicolores han requerido dispersiones estables. Sin diferencia suficiente entre fases, se podrían preparar  
15 buenos efectos multicolores únicamente por utilización de partículas dispersadas de colores diferentes, que no se fusionaban ni intercambiaban color entre ellas. La dispersión estable es un tipo valioso de composición de recubrimiento multicolor considerable por este invento.

20 La dispersión no estable o transitoria es un medio nuevo y único en su género creado por este invento para producir recubrimientos multicolores. En este tipo de dispersión, mientras las dos fases no acuosas permanecen diferentes entre ellas, las partículas no acuosas dispersadas tienden a coalescer o aglomerarse en la ausencia de  
25 agitación, formando algunas veces una capa continua separada, pero siendo redispersadas con agitación ulterior. Ambas fases la interna y la externa pueden estar coloreadas, o una fase puede estar coloreada y la otra puede ser utilizada como un vehículo transparente. En cualquier caso,

387760

11



cada color permanece esencialmente separado y distinguible.

El efecto multicolor no es destruido de este modo por la fusión de partículas dispersadas, pero durante la formación de película el dibujo obtenido depende ampliamente de la naturaleza y del grado de coalescencia o aglomeración de partículas para formar conglomerados. Este varía también con el tipo de aplicación, siendo comunes efectos estriados cuando la composición es aplicada con brocha, mientras que resulta frecuentemente un dibujo más aleatorio de la aplicación por pulverización. La dispersión no estable es particularmente única en su género por el hecho de que permite la coloración de cualquiera de las fases sin modificar a la otra, incluso después que la dispersión haya sido formada.

Es notable el hecho de que los principios del presente invento hacen posible utilizar muchas combinaciones de vehículos que serían evitados en utilización convencional. Se ha observado hasta ahora que algunas veces se pueden utilizar mezclas incompatibles si se disponen medios apropiados para controlar la dispersión de componentes. Por ejemplo, componentes incompatibles han sido dispersados en materiales termoplásticos a temperaturas elevadas sin coalescer para formar grandes partículas a la temperatura ambiente. Ahora, los procedimientos de este invento amplían grandemente la gama de vehículos que se pueden utilizar satisfactoriamente de modo conjunto en el campo de recubrimientos de superficies, controlando el grado de incompatibilidad de componentes, y el grado de estabilidad de dispersiones. La estabilidad es afectada por los vehículos utilizados, por sus viscosidades, por sus densida-



des, etc., pero puede ser modificada también por la utilización de agentes estabilizadores tal como se describe más abajo.

#### MATERIALES

5

Para llevar a cabo las finalidades de este invento, se pueden emplear tres tipos generales de materiales:

#### Materiales formadores de película.

10

Vehículos útiles para practicar este invento son frecuentemente de tipo convencional, dependiendo su idoneidad principalmente de la selección de resinas y disolventes no acuosos que se han de utilizar en conjunción entre ellos. En algunos casos se pueden utilizar resinas convencionales con disolventes diferentes de los acostumbradamente empleados. En otros casos se puede requerir algún tratamiento de un vehículo convencional, tal que pueda dar lugar a polimerización o reticulación adicional de la resina o polímero. La formulación de los vehículos escogidos, con respecto a materiales de carga, pigmentos y agentes secantes, se lleva a cabo generalmente de manera convencional, excepto en lo que se hace observar a continuación al describir métodos de preparación.

15

20

25

Con el ejercicio de una selectividad apropiada, se puede utilizar una amplia variedad de materiales de recubrimiento. Estos incluyen no solamente tipos solubles en disolventes, sino también tipos dispersables en disolventes tales como organosoles, en que una parte o la totalidad del material de recubrimiento se encuentra en la forma de pequeñas partículas dispersadas. Si están presentes en la fase dispersada, por ejemplo, estas pequeñas partículas

387760



dispersadas serán aglomeradas dentro de las partículas mayores, que están dispersadas en la fase continua.

Agentes de gelificación

5           Estos son materiales que actúan para reducir la solubilidad de un material de recubrimiento en un disolvente no acuoso particular. Son frecuentemente agentes polimerizantes, oxidantes o reticuladores que tienden a aumentar el peso molecular efectivo del material de recubrimiento. Por ejemplo, algunos agentes que algunas veces son efectivos son peróxidos o activadores de radiación tales como sales de plomo o manganeso de ácidos grasos orgánicos, óxidos metálicos tales como los de plomo, calcio o magnesio; ciertos compuestos de cobre, quelatos de aluminio, titanato de tetrabutilo y similares. Sin embargo, la gelificación no está limitada necesariamente a la formación de enlaces primarios, y puede proceder de, o ser ayudada por otros tipos de asociación o interacción, bien sea con resinas bien sea con disolventes.

10

15

20           Los geles se pueden obtener también por utilización de resinas que son insolubles en disolventes a la temperatura ambiente, pero solubles a temperaturas elevadas.

Agentes estabilizadores.

25           Si se desean dispersiones estables, algunas veces son deseables agentes estabilizadores en el medio dispersante para inhibir la coalescencia de las partículas dispersadas. Aunque ordinariamente se puede utilizar materiales formadores de película con esta aptitud en concentraciones hasta de 50% o más, los agentes estabilizadores pueden ser de la naturaleza de materiales no formadores



de película que son eficaces en concentraciones de aproximadamente 0,1 a 15%. Materiales no formadores de película útiles como agentes estabilizadores son frecuentemente coloides liofílicos tales como sílice coloidal o arcillas modificadas con compuestos orgánicos. Pueden incluir también dispersiones de partículas gelificadas pequeñas de polímeros orgánicos en disolventes que no los disuelven completamente. Algunos de estos son materiales oleofresinosos gelificados tales como "Thixcin" (que se cree que es aceite de ricino hidrogenado). La palabra "Thixcin" es una marca comercial registrada. Materiales útiles en calidad de agentes estabilizadores tienden frecuentemente a aumentar la viscosidad o tixotropía del medio dispersante, reduciendo la tendencia a la sedimentación de las partículas dispersadas.

En ciertos casos, pueden ser también ventajosos agentes estabilizadores para preparar dispersiones no estables, cuando es deseable reducir la velocidad o grado de aglomeración de partículas dispersadas. Además de materiales formadores de película y de coloides liofílicos, agentes tensioactivos solubles en disolventes orgánicos pueden ser especialmente útiles para inhibir la coalescencia de partículas dispersadas sin impedir la aglomeración. Algunos materiales que actúan de este modo son ésteres orgánicos de cadena larga comúnmente conocidos y utilizados como agentes tensioactivos. Controlando el grado de aglomeración de partículas dispersadas, se puede obtener un dibujo visible en la superficie recubierta a partir de pequeñas partículas que por si mismas son esencialmente invisibles a simple vista, pero tienden a aglomerarse para

387760



formar conglomerados visibles.

METODO DE PREPARAR DISPERSIONES

Las dispersiones de este invento pueden ser prepara-  
5 das con equipos mezcladores convencionales comúnmente uti-  
lizados en la industria de los recubrimientos. En general,  
el método de preparación implica la formulación de uno o  
más vehículos de recubrimiento, la adición de uno o más  
de estos a otro, y una agitación moderada para producir  
10 una dispersión. Se pueden obtener dispersiones satisfac-  
torias con agitadores ordinarios de tipo de paletas rota-  
torias. Puede utilizarse cualquier otro método apropiado  
de agitación tal como sacudimiento, volteo, etc.

Para preparar algunas de las dispersiones de este  
15 invento, una etapa implica tratamiento de la composición  
a dispersar con los agentes gelificadores o espesantes  
arriba descritos. Cuando se requiere, a dicho tratamiento  
sigue frecuentemente cualquier formulación convencional,  
tal como incorporación de materiales de carga o pigmentos.  
20 Cuando la composición ha sido formulada y tratada apropia-  
damente, está dispuesta para la adición al medio dispersan-  
te.

En el tipo estable de dispersión, el tamaño de par-  
tículas dispersadas es un factor importante para determi-  
25 nar el aspecto del recubrimiento aplicado. El tamaño de  
partículas es determinado ampliamente por las viscosidades  
de los vehículos, y por el tipo de agitación utilizado  
para producir la dispersión. El tamaño de partículas tien-  
de a disminuir especialmente con agitación más vigorosa,  
tal como la que se produce con paletas mayores, con velo-



5 cidad acrecentada o con un tiempo de agitación acrecentado. Otros factores que afectan al tamaño de partículas son la viscosidad y la temperatura de las fases dispersada y dispersante, y la proporción de sus volúmenes. Con agitación constante, el tamaño de partículas tiende a aumentar con mayor viscosidad de la fase dispersada, con menor viscosidad del medio dispersante, y con menor proporción de fase dispersada a fase dispersante.

10 En el tipo inestable de dispersión, el tamaño de partículas es variable, y dependiente del tratamiento recien- te. En la dispersión, tal como se aplica, el tamaño medio de partículas se encuentra generalmente por debajo del margen de visibilidad distinguible. El tamaño de partículas efectivo en el recubrimiento acabado depende am-  
15 pliamente del grado de aglomeración. El tamaño de partículas final o aparente tiende a aumentar especialmente con menor viscosidad y con volatilidad reducida del medio dispersante.

20 La forma de las partículas es variable, y depende ampliamente de que la fase dispersada sea fluida o sea gelatinosa. En el tipo inestable de dispersión, las partículas son frecuentemente de forma esférica o redondeada, y de contorno liso. Si la fase dispersada es viscosa o gelatinosa, las partículas pueden ser de forma irregular.

25 La viscosidad y otras propiedades de estas dispersiones son afectadas por la proporción en volumen de fase dispersada a fase dispersante. La proporción escogida dependerá de los materiales utilizados, y de la aplicación o dibujo que se desean. Proporciones muy elevadas aumentan los problemas de estabilización y tienden a proporcionar

387760



elevadas viscosidades. Si no hay agente formador de película en la fase externa o dispersante, proporciones muy bajas conducen a efectos discontinuos o difusos de las partículas dispersadas. Para la mayor parte de las aplicaciones, una proporción deseable de fase dispersada a fase dispersante se encontrará entre 0,5:1 y 4:1, en términos de partes en volumen.

Otro factor que frecuentemente requiere consideración es la densidad relativa de las fases dispersada y dispersante. En muchos casos, tal como en dispersiones múltiples en que se desea una mezcla uniforme de componentes, todas las fases deberán tener preferiblemente densidades aproximadamente iguales, para impedir una distribución no uniforme al ser utilizadas. En otros casos se puede preferir una diferencia entre las densidades, tal como en composiciones de recubrimiento proyectadas para producir un revestimiento transparente. En dispersiones no estables, la densidad es un factor importante a considerar, igual que las viscosidades y las tensiones superficiales de las diversas fases.

Para preparar dispersiones por hinchamiento de partículas resinosas discretas en lugar de por dispersión de un vehículo líquido en otro, se requieren procedimientos algo diferentes para introducir materia colorante en las partículas dispersadas. En algunos casos, el material susceptible de ser hinchado por disolvente puede ser coloreado antes de formación de las partículas al tamaño y a la forma que se requieren para el proceso de hinchamiento. Por ejemplo, un material termoplástico puede ser pigmentado a temperaturas y presiones elevadas, seguido por frota



miento o desmenuzamiento a temperaturas más bajas para formar partículas del tamaño deseado. El hinchamiento y dispersión de las partículas en el medio dispersante deseado completa a continuación la composición. Para la producción de dibujos llamativos, la mayor parte de las partículas dispersadas serán suficientemente grandes para ser visualmente distinguibles entre ellas, y muchas de ellas pueden ser considerablemente mayores.

Por la utilización de colorantes solubles en disolventes en lugar de pigmentos, se pueden producir partículas con cualquier color deseado a partir de un único material de recubrimiento transparente que tenga un tamaño de partículas apropiado. Mediante este procedimiento, las partículas de recubrimiento son tratadas con una solución de colorante que puede penetrar en las partículas o puede ser absorbido por ellas, sin disolverlas ni reblandecerlas apreciablemente. Después de este tratamiento, las partículas coloreadas son retiradas del baño de colorante y son secadas por volatilización. A continuación, son hinchadas por un disolvente o vehículo de recubrimiento apropiado, y son agitadas dentro de un medio dispersante apropiado, que no disuelve a las partículas ni extrae la materia colorante incorporada. Los colorantes útiles para este proceso serán solubles en un disolvente que tenga cierta afinidad para el material de recubrimiento, pero serán sustancialmente insolubles en el disolvente del medio dispersante final.

Para preparar composiciones de recubrimiento multicolores de tipo estable o de tipo transitorio, tanto el medio dispersado como el medio dispersante pueden estar

387760



coloreados, o uno puede estar coloreado y el otro puede ser incoloro. En el tipo estable de dispersión, el medio dispersante es frecuentemente incoloro. En la dispersión transitoria éste es frecuentemente coloreado. Composiciones de recubrimiento en que el medio dispersante es un vehículo de recubrimiento transparente proporcionan un medio para aplicar, en una única operación, un dibujo coloreado con revestimiento transparente. Para esta aplicación es preferible generalmente que la densidad del medio dispersante sea menor que la de la fase dispersada.

Quando está completa la preparación, las composiciones de recubrimiento pueden ser aplicadas de manera convencional, tal como pulverización por aplicación con brocha, por inmersión, por recubrimiento con rodillos, por aplicación a partir de recipientes de aerosol bajo presión.

Con el fin de describir con mayor claridad la naturaleza del presente invento, se proporcionan los siguientes ejemplos que ilustran el invento. Se deberá sobreentender, sin embargo, que esto se efectúa sólo a título de ejemplo y no se pretende ni delinear el alcance del invento ni limitar el ámbito de las reivindicaciones siguientes. A menos que se indique otra cosa, todas las partes de ingredientes están expresadas en términos de partes en peso.

Ejemplo I. Composición de recubrimiento de nitrocelulosaresina vinílica multicolor.

Composición A - Vehículo de nitrocelulosa amarillo

7-9-71

387760



Partes en peso

	Nitrocelulosa (11,8% - 12,2% de nitrógeno, 5-6,5 de viscosidad sec., 30% de alcohol butílico)	5,2
5	ftalato de dibutilo	3,5
	Acetato de butilo	45,2
	Tolueno	45,2
	Oxido de hierro amarillo	<u>0,9</u>
10	Total	100

Composición B - Vehículo de resina vinílica rojo

15	Copolímero de cloruro de vinilo-acetato de vinilo parcialmente saponificado (cloruro, de vinilo 91%; acetato de vinilo 3%; alcohol vinílico 6%) "Bakelite" VAGH	16,5
	ftalato de dibutilo	4,9
	Acetato de butilo	38,5
20	Tolueno	38,5
	Oxido de hierro rojo	<u>1,6</u>
	Total	100

25 La palabra "Bakelite" es una marca comercial registrada.

Composición C - Recubrimiento de nitrocelulosa - resina vinílica multicolor de color amarillo-rojo

38 partes de composición B fueron añadidas a 62

387760



partes de Composición A, y la mezcla resultante fue agitada con agitación moderada hasta que se obtuvo una dispersión (composición C) de aspecto uniforme. La composición C fue pulverizada sobre un panel de acero estañado con una pistola para barniz ordinaria. Al solidificar, la partícula mostró un dibujo multicolor claramente visible

En este ejemplo, la inmiscibilidad de las composiciones A y B es proporcionada por las resinas de recubrimiento, dado que se emplean mezclas disolventes prácticamente idénticas en los dos vehículos.

Este ejemplo ilustra el tipo inestable de dispersión.

Ejemplo II.

Composición de recubrimiento de epóxido - poliuretano multicolor.

Composición A - Vehículo de resina epoxídica rojo

Partes en peso

Resina de epiclorhidrina-bisfenol A (peso molecular, 900-1000)	37,5
Tolueno	28,1
Acetato de etilen glicol monoetil éter	28,1
Oxido de hierro rojo	<u>6,3</u>
Total	100

Composición B - Vehículo de poliuretano amarillo

Solución de resina de poliuretano del tipo de un único envase estable, de curado con oxígeno sin isocianato libre, 50% de sólidos en xileno) (Spencer Kellogg XP-1197)	80
Acetato de etilen glicol monoetil éter	10
Pasta colorante, amarillo cromo medio en aceite de linaza, 70% de pigmento	<u>10</u>
Total	100



Composición C - Recubrimiento de epóxido - poliuretano multicolor de color rojo-amarillo.

5 50 partes de composición A fueron añadidas a 50 partes de composición B, y la mezcla resultante fue agitada con agitación moderada hasta que se obtuvo una dispersión (composición C) de aspecto uniforme. La composición C fue aplicada con brocha sobre un panel de acero estañado con una brocha de pintura ordinaria. Esto proporcionó una película lisa en que un dibujo multicolorado de estriaciones era fácilmente visible a simple vista. El examen con  
10 microscopio mostró que este dibujo estaba formado por la orientación de partículas dispersadas que durante la solidificación de la película se habían agregado a conglomerados relativamente grandes sin completa coalescencia. Estos conglomerados eran de un tamaño tal que eran ser  
15 fácilmente distinguidos a simple vista, aunque muchas de las partículas individuales no podían ser distinguidas.

Este ejemplo ilustra la posibilidad de lograr una película multicolor brillante, y la formación de un dibujo claramente visible mediante la orientación y la aglomeración de partículas demasiado pequeñas por si mismas para ser visibles con facilidad a simple vista. La inmiscibilidad de las composiciones A y B es proporcionada principalmente por las resinas de recubrimiento, aunque las composiciones disolventes de las dos fases sean algo diferentes.

25 Este ejemplo ilustra el tipo inestable de dispersión.

Ejemplo III.

Composición de recubrimiento de resina alcídica-estireno butadieno multicolor.

# 387760



11

## Composición A - Vehículo de resina alcídica amarillo

		<u>Partes en peso</u>
	Oxido de hierro amarillo	8,50
	Cromato de potasio y bario	4,27
5	Resina alcídica de soja-tung (52% de aceite, 35% de anhídrido ftálico, 50% de sólida en esencias minerales) Reichhold's Beckosol 1-531	35,60
	Resina alcídica fenolada (28% de aceite de linaza, 27% de anhídrido ftálico, 60% de sólidos en nafta con elevado poder disolvente, índice de butanol Kauri 68) Reichhold's Beckosol 1341	30,56
10	Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri 94; margen de destilación 137-167°C)	17,00
	Dipenteno	2,42
	Agente contra la formación de pieles	0,24
	Secante de naftenato de cobalto en disolvente mineral, cobalto 6%	0,37
15	Secante de naftenato de plomo en disolvente mineral, plomo 24%	0,74
	Secante de naftenato de manganeso en disolvente mineral, manganeso 6%	0,12
	Secante de naftenato de calcio en disolvente mineral, calcio 4%	0,18
		<hr/>
20	Total	100

## Composición B - Vehículo de butadieno-estireno verde.

		<u>Partes en peso</u>
	Oxido de cromo verde	10,2
25	Silicato de aluminio	10,4
	Dimetil-dioctadecil-amonio-bentonita	0,20
	Resina de estireno-butadieno (tipo de baja viscosidad) la viscosidad de la solución, al 33-1/3% de resina en xileno, requiere	



	195 a 240 segundos para ser evacuada del vaso Ford nº 4 a 25º C) Pliolite S-5A	11,70
	Resina de estireno-butadieno (tipo de elevada viscosidad) (85% de estireno y 15% de butadieno, punto de reblandecimiento 49º C) Pliolite S-6B	1,70
	Resina polifenilica clorada ("Aroclor" 5460)	5,00
	Bifenilo clorado ("Aroclor" 1254)	0,75
5	Fosfato de tricresilo	1,30
	Aceite de tuna	1,00
	Esencias minerales	8,60
	Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol kauri, 72; margen de destilación 161-204º C.	48,74
10	Dipenteno	0,30
	Acetona	0,06
	Secante de naftenato de cobalto en disolvente mineral (contenido de cobalto 6%)	0,02
	Secante de naftenato de manganeso en disolvente mineral (contenido de manganeso 6%)	<u>0,03</u>
15	Total	100

La palabra "Aroclor" es una marca comercial registrada.

Composición C - Recubrimiento de resina alcidica-estireno butadieno multicolor amarillo-verde.

20 Partes iguales de las composiciones A y B fueron entremezcladas y agitadas hasta que se obtuvo una dispersión de aspecto uniforme. Con prontitud después que se hubo interrumpido la agitación, la composición C resultante fue pulverizada y aplicada con brocha sobre paneles de

25 acero estañados, utilizando una pistola para barniz o una brocha de pintura ordinaria. La aplicación con brocha proporcionó una película multicoloreada estriada en que las zonas individuales de amarillo y verde eran claramente visibles a simple vista. La pulverización proporcionó un

387760

11



dibujo menos orientado.

En este ejemplo la inmiscibilidad de las composiciones A y B es proporcionada esencialmente por los materiales de recubrimiento empleados en los diferentes vehículos. Las composiciones disolventes de las dos fases son bastante similares.

En este ejemplo ilustra el tipo inestable de dispersión.

EJEMPLO IV.

10

Composición de recubrimiento de resina alcídica-etil celulosa multicolor.

Composición A - Vehículo de resina alcídica amarillo

15

Resina alcídica modificada con colofonia (34% de aceite de soja, 44% de anhídrido ftálico, 50% de sólidos en xileno) Reichhold' s Beckosol 1303-50

50,9

Oxido de hierro amarillo

2,5

Xileno

45,7

20

Secante de naftenato de cobalto en disolvente mineral, cobalto 6%

0,26

Secante de naftenato de manganeso en disolvente mineral, manganeso 6%

0,26

Secante de naftenato de plomo en disolvente mineral, plomo, 24%

0,38

Total

100

25

Composición B - Vehículo de etilcelulosa rojo

Etilcelulosa (49,0 + % contenido de etoxilo, viscosidad 100 cps)

10

Oxido de hierro rojo

1,2

Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 72; margen de destilación

974077

387760

17



161-2042C

88,8

Total

100

Composición C - Recubrimiento de resina alcídica - etil-celulosa multicolor amarillo-rojo

5

67 partes de composición A fueron entremezcladas con 33 partes de composición B, y fueron agitadas con moderada agitación hasta que se obtuvo una dispersión de aspecto uniforme. Poco después de interrupción de la agitación la composición C resultante fue pulverizada y aplicada con brocha sobre paneles de acero estañados, utilizando una pistola para barniz o una brocha de pintura ordinaria. En cualquiera de los casos, apareció un efecto multicolor visible después de solidificar o curar la película. La aplicación con brocha produjo estriaciones, mientras que la pulverización proporcionó un dibujo no orientado.

10

15

En este ejemplo, la inmiscibilidad de fases depende principalmente de las resinas utilizadas en las diferentes fases. El ejemplo ilustra el tipo inestable de dispersión.

20

EJEMPLO V.

Composición de recubrimiento de resina acrílica modificada con resina vinilica-alcídica-poliéster multicolor.

25

Composición A - Vehículo acrílico modificado con resina vinilica-alcídica, roja.

Partes en peso

Copolímero de cloruro de vinilo-acetato de vinilo parcialmente saponificado (cloruro de vinilo 91%; acetato de vinilo 3%; alcohol vinílico 6%). (El grado de saponificación es indicado por la proporción de acetato de

387760

11



vinilo, (3%) a alcohol vinílico (6%),  
obteniéndose este último por la saponificación del primero). (La viscosidad intrínseca en ciclohexanona a 20°C es aproximadamente 0,55) "Bakelite" VAGH 10,8

Resina acrílica modificada con resina alcídica, aceite semioxidante, 50% de sólidos en xileno (Lustrasol 4280, Reichhold) 36,1

5 Oxido de hierro rojo 2,4

Alcohol isopropílico 14,4

Acetona 36,1

Secante de naftenato de cobalto en disolvente mineral; cobalto 6% 0,2

10 Total 100

Composición B - Vehículo de poliéster amarillo

Resina de poliéster lineal, margen de reblandecimiento 67-71°C (Vitel PE-200) 24,4

15 Oxido de hierro amarillo 2,4

Tolueno 48,8

Metilisobutilcetona 24,4

Total 100

20 Composición C - Recurbimiento de resina acrílica modificada con resina vinílica-alcídica-poliéster multicolor rojo-amarillo

25 Partes iguales de las composiciones A y B fueron entremezcladas y agitadas hasta que se obtuvo una dispersión de aspecto uniforme. Con prontitud después que se interrumpió la agitación, la composición C resultante fue aplicada con brocha sobre un panel de acero estañado con una brocha de pintura ordinaria, produciendo una película continua con efecto granulado multicolor claramente visible que se asemejaba al de la madera.

El calentamiento del panel a 121°C durante varios



minutos aumentó considerablemente el brillo de la película.

En este ejemplo, la resina de copolímero vinílico fue utilizada para aumentar la compatibilidad entre la fase de poliéster y la fase acrílica modificada con resina alcídica, permitiendo una formación de película integral en el estado seco sin entremezclado en el estado en solución. Este ejemplo ilustra el tipo inestable de dispersión.

10

EJEMPLO VI.

Composición de recubrimiento de resina alcídica estirenada-etilcelulosa-estireno butadieno multicolor.

15

Composición A - Vehículo dispersante de resina alcídica estirenada amarillo.

Partes en peso

Resina alcídica estirenada, 45% de sólidos en tolueno (Styresol 4240 - Reichhold) 48,8

20

Pasta colorante, amarillo cromo medio en aceite de linaza, 70% de pigmento 2,4

Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri 72; margen de destilación 161-204°C) 48,8

Total 100

25

Composición B - Vehículo de etilcelulosa rojo.

Etilcelulosa (49,0+% etoxilo, viscosidad 100 cps.) 7,9

Oxido de hierro rojo 1,6

387760



Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 72; margen de destilación 161-204°C)	70,8
Alcohol butílico	<u>19,7</u>
Total	100

5 Composición C: Vehículo de estireno-butadieno negro

	<u>Partes en peso</u>
Resina de estireno-butadieno (baja viscosidad) Pliolite S-5A	26,3
Negro de humo de lámpara	2,8
10 Bifenilo dorado ("Aroclor" 1254)	2,9
Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 72; margen de destilación 161-204°C)	<u>68,0</u>
Total	100

15 Composición D - Recubrimiento de resina alídica estirena - etil celulosa-estireno butadieno multicolor amarillo-rojo-negro.

Composición A	75
Composición B	12,5
Composición C	<u>12,5</u>
20 Total	100

Las composiciones B y C fueron añadidas a la composición A en el orden enumerado, con agitación después de cada adición para dispersar el material añadido, proporcionando de este modo la composición D.

25

La composición D fue aplicada con brocha y por pulverización sobre paneles de acero estañados, produciendo películas multicoloreadas que eran estriadas cuando fueron aplicadas con brocha y de dibujo más regular cuando fueron aplicadas por pulverización.



En este ejemplo se utilizan tres vehículos inmiscibles en lugar de dos. Esto permite extender el tipo no estable de dispersión a una composición de recubrimiento tricolor. La inmiscibilidad es proporcionada principalmente por las resinas de recubrimiento, pero se añade un disolvente no hidrocarbonado a una de las fases para mantener sus características de fluidez cuando se pone en contacto con el vehículo dispersante.

Este ejemplo ilustra el tipo inestable de dispersión.

10

EJEMPLO VIIComposición de recubrimiento de resina alcídica multicolor.Composición A - Vehículo de resina alcídica verde.Partes en peso

15	Resina alcídica modificada con colofonia 42% de aceite vegetal; 40% de sólidos en esencias minerales inodoras). Reichhold OP-849-40	71,7
	Pigmento verde de cromo claro	2,8
	Esencias minerales inodoras (índice de butanol Kauri, 27; margen de destilación 183-199°C)	24,6
20	Estos componentes fueron formulados, y luego agitados durante la adición de Titanato de tetrabutilo	<u>1,5</u>
	Total	100

Continuándose la agitación, la mezcla fue calentada a 82°C, luego fue enfriada y fue dejada reposar durante la noche.

25

Composición B - Vehículo de resina alcídica amarillo

Este fue preparado de la misma manera que la composición A, sustituyendo el pigmento amarillo de cromo medio por pigmento verde de cromo claro.

387760



Composición C - Dispersión de resina alcídica verde.

A 43 partes de esencias minerales inodoras, se añadieron 57 partes de composición A, y la mezcla resultante fue agitada con agitación mecánica moderada hasta que se obtuvo el tamaño medio de partículas deseado.

5

Composición D - Dispersión de resina alcídica amarilla.

Esta fue preparada de la misma manera que la composición C, utilizando la composición B en lugar de la composición A.

10

Composición E.- Recubrimiento de resina alcídica multicolor verde-amarillo

Partes iguales de las composiciones C y D fueron entremezcladas, y agitadas hasta que se obtuvo una dispersión uniforme.

15

La composición E fue pulverizada sobre cartón con una pistola para barniz normal. Las partículas verdes y amarillas se veían con facilidad a simple vista después que la película de recubrimiento se hubo endurecido "in situ".

20

En este ejemplo se utiliza una resina de recubrimiento únicamente en la fase dispersada. La dispersión es hecha posible tratando esta resina para reducir su solubilidad en el medio dispersante, sin destruir su afinidad para el disolvente.

25

Este ejemplo ilustra el tipo estable de dispersión.

EJEMPLO VIII

Composición de recubrimiento de estireno-butadieno multicolor.



Composición A - Medio dispersante de estireno-butadieno blanco.

	<u>Partes en peso</u>
	5,1
	5,2
5	0,10
	5,85
	0,85
10	2,50
	0,38
	0,65
	0,50
	24,30
15	54,37
	0,15
	0,03
20	0,01
	0,01
	<u>100</u>
	Total

La palabra "Aroclor" es una marca comercial registrada.

25 Composición B - Gránulos de estireno-butadieno hinchados rojos y azules.

Gránulos coloreados de resina de estireno-butadieno de elevada viscosidad fueron preparados sumergiendo algunos de los gránulos de resina en soluciones en alcohol etílico de colorante rojo, y sumergiendo otros gránulos en solu-

387760



ciones en alcohol etílico de colorante azul. Los gránulos coloreados fueron luego retirados de las soluciones alcohólicas de colorante y fueron secados. Los gránulos secos fueron mezclados entre ellos, y se añadieron disolventes hidrocarbonados apropiados del siguiente modo:

	<u>Partes en peso</u>
5	
Resina de estireno-butadieno roja	3
Resina de estireno-butadieno azul	3
Esencias minerales (índice de butanol Kauri, 36; (margen de ebullición 160-187°C)	18
10	
Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 72; margen de destilación 161-204°C)	<u>76</u>
Total	100

Los gránulos coloreados fueron ablandados e hinchados por esta mezcla de disolventes, pero permanecieron separados entre ellos, y retuvieron sus colores particulares propios.

Composición C - Recubrimiento de estireno-butadieno multicolor rojo-azul.blanco.

44 partes de composición B fueron añadidas a 56 partes de composición A, y el conjunto fue agitado para proporcionar una mezcla uniforme (composición C). Por aplicación mediante pulverización con una pistola para barniz ordinaria, la composición C proporcionó una película de recubrimiento en que se distinguían con facilidad entre si secciones rojas, blancas y azules al observar a simple vista.

Este ejemplo ilustra la producción de composiciones de recubrimiento multicolores por hinchamiento de partículas previamente formadas, en lugar de formar dichas partículas por dispersión de un vehículo fluido en otro.



Las partículas de resina a dispersar son de un carácter que no requiere tratamiento ulterior para impedir su disolución en el medio dispersante.

Este ejemplo ilustra el tipo estable de dispersión.

5 El ejemplo que sigue ilustra la preparación de una dispersión estable por utilización de cambio de temperatura para alterar la solubilidad de la fase dispersada.

EJEMPLO IX.

Composición de recubrimiento de resina vinílica multicolor.

10

Composición A - Medio dispersante

	<u>Partes en peso</u>
Metilisobutil cetona	36
Xileno	<u>64</u>
Total	100

15

Composición B - Vehículo de resina vinílica blanco.

Resina de cloruro de vinilo, tipo de dispersión ("Bakelite" QXKV-2)	4,6
4-metoxi-4-metil-pentanona-2	26,1
20 Xileno	50,6

20

La resina de cloruro de vinilo fue agitada dentro del disolvente de cetona a la temperatura ambiente, luego fue calentada en un baño María hirviendo hasta que tuvo lugar disolución. A continuación se añadió el xileno en incrementos con agitación moderada.

25

Resina de copolímero vinílico ("Bakelite" VMCC) tipo de solución (composición aproximada: cloruro de vinilo 84%; acetato de vinilo 15%, ácido maleico, 0,8%)	4,6
Metilisobutilcetona	4,6
Xileno	4,6

387760



La resina de copolímero vinílico fue disuelta de manera convencional, y la solución fue añadida al anterior vehículo.

Dióxido de titanio	1,8
Glicolato de metil-ftalil-etilo	<u>3,1</u>
5 Total	100

El pigmento fue dispersado en el plastificante, luego se añadió al vehículo anterior con moderada agitación mecánica. El vehículo completado fue dejado enfriar y envejecer hasta que se curó para formar un gel blando.

10 La palabra "Bakelite" es una marca comercial registrada  
Composición C - Vehículo de resina vinílica azul.

Este fue preparado de la misma manera que la composición B, pero con sustitución por O, 1 partes del pigmento azul de ftalocianina, de una cantidad igual de dióxido de titanio.

15 Composición D - dispersión de resina vinílica  
blanca.

55 partes de composición B fueron dispersadas en 45 partes de composición A, y la mezcla fue agitada con moderada agitación mecánica hasta que se obtuvo el deseado tamaño medio de partículas.

20 Composición E. - Dispersión de resina vinílica Azul

Esta fue preparada de la misma manera que la composición D, pero utilizando la composición C en lugar de la composición B.

25 Composición F.- Recubrimiento de resina vinílica  
multicolor blanco-azul.

40 partes de composición D fueron mezcladas con 60 partes de composición E, y la mezcla fue agitada hasta



que se obtuvo una dispersión uniforme.

La composición F fue pulverizada sobre un panel de acero estañado, produciendo una película multicolor en que las partículas azules y blancas eran fácilmente distinguidas a simple vista.

5 Este ejemplo ilustra la utilización de una resina (la resina vinílica de tipo de dispersión) para modificar la solubilidad de otra resina (la resina de tipo de solución) cuando se utiliza en conjunción con ésta.

10

EJEMPLO X.

Composición de recubrimiento de barniz epoxídico multicolor.

Composición A - Vehículo de resina epoxídica rojo.

15

Partes en peso

Solución de resina de epiclorhidrina-bisfenol A (40% de sólidos en metiletil cetona, Shell Eponol 55-B-40, peso molecular aproximado - 200.000)	55,2
Metiletil cetona	33,2
Oxido de hierro rojo	3,3
Solución de titanato de tetrabutilo (recientemente preparada, al 1,5% en metiletilcetona)	<u>8,3</u>
Total	100

20

25

El barniz apoxídico fue pigmentado de manera convencional. Luego se añadió la solución de titanato de tetrabutilo, y la mezcla fue envejecida durante varias horas.

387760



Composición B - Vehículo de resina epoxídica amarillo

Esta fue preparada de la misma manera que la composición A, sustituyendo el óxido de hierro rojo por óxido de hierro amarillo.

5

Composición C - Dispersión de resina epoxídica roja.

Dispersión de arcilla liofílica en metiletilcetona, 3,3% de sólidos (National Lead "Bentone" 38 - amonio cuaternario - montmorillonita) 54,5

Composición A 27,3

10

Dispersión de arcilla al 10% ("Bentone" 38) en metiletil-cetona 18,2

Total 100

La palabra "Bentone" es una marca comercial registrada.

15

La composición A fue bien agitada con la dispersión de arcilla al 3,3%. Luego se añadió la dispersión de arcilla al 10%, y se continuó la agitación hasta que el barniz estaba dispersado y roto en partículas del tamaño medio deseado.

20

Composición D - Dispersión de resina epoxídica amarilla

Esta fue preparada de la misma manera que la composición C, pero utilizando la composición B en lugar de la composición A.

25

Composición E - Recubrimiento de barniz epoxídico multi-color rojo-amarillo.

Partes iguales de las composiciones C y D fueron entremezcladas, y la mezcla fue agitada hasta que se



obtuvo una dispersión uniforme.

La composición E fue pulverizada sobre un panel de acero estañado produciendo una película multicolor en que las partículas rojas y las partículas amarillas se distingúan con facilidad a simple vista.

5 Este ejemplo ilustra la formación de fases inmiscibles por dilución de una solución de resina con un disolvente para la que ésta tiene tolerancia limitada. Tal como se muestra aquí, este puede ser el mismo disolvente que el de la solución original, en lugar de un disolvente precipitante. Con Eponol 55 en metil etil cetona, tiende a tener lugar separación de fases por debajo de una concentración de aproximadamente 22-24% de sólidos.

10 Este ejemplo ilustra el tipo estable de dispersión. El titanato de tetrabutilo y la arcilla liofílica se emplean para favorecer la estabilidad requerida.

EJEMPLO XI.

20 Composición de recubrimiento de viniltolueno/butadieno-acrídica multicolor.

Composición A - Vehículo de viniltolueno/butadieno rojo.

	<u>Partes en peso</u>
Resina de viniltolueno/butadieno (Marbon 1100 T MV)	22
25 Oxido de hierro rojo	10
Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 72; margen de destilación 160-206°C)	<u>68</u>
Total	100

# 387760



## Composición B - Vehículo acrílico blanco

### Partes en peso

	Resina acrílica, 40% de sólidos en disolvente de petróleo aromático (Rohm Haas F-10)	65,8
5	Dióxido de titanio	17,5
	Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 72; margen de destilación 160-206°C)	<u>16,7</u>
	Total	100,0

10 Resina suministrada en disolvente de petróleo aromático de índice de butanol Kauri 70; margen de destilación, 177-210°C.

## Composición C - Recubrimiento de viniltolueno/butadieno-acrílico multicolor rojo-blanco

15 33 partes de composición B fueron añadidas a 67 partes de composición A, y la mezcla fue agitada con moderada agitación hasta que se obtuvo una dispersión de aspecto uniforme. La composición C fue aplicada a una superficie no porosa por pulverización con brocha, y por  
20 recubrimiento con rodillo para producir dibujos multicolores claramente visibles. El dibujo variaba según el método de aplicación. La pulverización produjo un efecto puntillado de grano fino no orientado, la aplicación con brocha produjo un dibujo estriado, y el recubrimiento con  
25 rodillo proporcionó un aspecto moteado en que la separación de los elementos de dibujo se asemejaba a la forma geométrica de la superficie utilizada como aplicador.

En este ejemplo, un disolvente de petróleo aromático era satisfactorio para utilizarse con el agente formador de película de cada fase. La calidad utilizada como dilu



yente se aproximaba estrechamente a la del disolvente en que se suministraba la resina acrílica.

EJEMPLO XII

5 Composición de recubrimiento de estireno/butadieno-resina alcídica multicolor.

Composición A. - Vehículo de estireno/butadieno negro.

	<u>Partes en peso</u>
10 Resina de estireno/butadieno (Goodyear Pliolite S-5A)	19,9
Virutas de color, 40% de negro de humo de lámpara en resina de estireno/butadieno	14,2
Tolueno	23,0
Esencias minerales	33,0
15 Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 90; margen de destilación 183-211°C)	<u>9,9</u>
Total	100,0

Composición B - Vehículo de resina alcídica transparente

20 Resina alcídica larga en aceite (65% aceite de soja, 24% anhídrido ftálico, 70% sólidos en esencias minerales; Reichhold 10-045)	71,1
Tolueno	14,2
Esencias minerales	14,2
25 Secante de naftenato de cobalto en disolvente mineral; 6% de cobalto	0,36
Secante de naftenato de plomo en disolvente mineral; 24% de plomo	<u>0,14</u>
Total	100,0

387760



Composición C - Vehículo de estireno/butadieno negro dispersado en resina alcídica transparente.

Partes iguales de las composiciones A y B fueron entremezcladas y agitadas con moderada agitación. Esto produjo una dispersión en que la composición A adoptó la forma de un material a modo de serpentina viscoso suspendido en la composición B. En ausencia de agitación; el material dispersado se sedimentó y coalesció lentamente, pero hubiera podido ser redispersado con facilidad por agitación.

Después de pulverización mediante una pistola para barniz ordinaria, la composición C formó un dibujo que se asemejaba a un retículo a través del cual era visible el substrato. El efecto era controlable pero se podía obtener una variedad de dibujos por medio de ajustes en las presiones de pulverización, en la velocidad de flujo de la dispersión y en la distancia de la pistola de pulverización a la superficie del substrato.

EJEMPLO XIII.

Composición de recubrimiento de estireno/butadieno-resina alcídica multicolor.

Composición A - Vehículo de estireno/butadieno negro.

Partes en peso

Resina de estireno/butadieno, alta viscosidad (Marbon HV)	18,5
Virutas de color, 40% de negro de humo de lámparas en resina de estireno/butadieno	13,2



Tolueno	21,6
Esencias minerales	37,5
Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 90; margen de destilación 183-211°C)	<u>9,2</u>
Total	100,0

5

Composición B - Vehículo de resina alcídica blanco

Resina alcídica largo en aceite (65% aceite de soja, 24% anhídrido ftálico, 70% sólidos en esencias minerales; Reichhold 10-045)	51,7
10 Dióxido de titanio	27,1
Disolvente de petróleo aromático (índice de butanol Kauri, 92; margen de destilación, 143-171°C)	20,7
Secante de naftenato de cobalto en disolvente mineral; 6% de cobalto,	0,36
15 Secante de naftenato de plomo en disolvente mineral, 24% de plomo	<u>0,14</u>
Total	100,00

Composición C - Recubrimiento de estireno/butadieno-resina alcídica multicolor negro-blanco.

20

Partes iguales de las composiciones A y B fueron entremezcladas y agitadas con moderada agitación hasta que se obtuvo una dispersión de aspecto uniforme. Al pulverizar mediante una pistola para barniz ordinaria, la composición C produjo un recubrimiento multicolor en que zonas negras y blancas eran fácilmente distinguibles entre ellas, con o sin cubrición completa, del substrato.

25

En esta composición, una operación de velado produjo una película húmeda de espesor no uniforme. Tuvo lugar separación de fases de modo más extenso en las porciones más gruesas de la película, proporcionando zonas

387760



con diversas formas irregulares que eran claramente diferentes en el color a las regiones en que tuvo lugar menos separación de fases. Se obtuvieron con facilidad zonas discretas hasta de 6 mm o mayores. Estas regiones de diferente color podrían ser modificadas en cuanto al tamaño y a la proporción relativa, no solamente por cambios de composición sino también por el proceso de pulverización, por ejemplo por variaciones en las presiones de aire, en el espesor del recubrimiento aplicado, etc.

La composición C podría ser utilizada para acumular películas gruesas sin corrimiento de la pintura, y exhibía buena retención sin penetración sustancial cuando era aplicada sobre superficies porosas. Cuando se había de aplicar una película relativamente gruesa, se obtenía una mejor formación de dibujo aplicando primero una mano pegajosa, seguida por una mano con dibujo de espesor moderado.

En el presente invento tal como se ilustra en los ejemplos aquí descritos, el modo de aplicar la dispersión, así como las viscosidades relativas de sus fases, determinan en un grado sustancial el dibujo decorativo que se obtendrá cuando la dispersión es aplicada a un substrato.

Cuando las dos fases del presente invento son relativamente poco densas, las películas formadas por aplicación son relativamente lisas o de textura muy ligera. El contraste de color visible de la película depositada se encuentra en la forma de un puntillado de grano fino. Los elementos de color visibles son debidos a coalescencia de partículas finamente dispersadas de cada fase. El margen de viscosidad es el que puede ser pulverizado, aplicado con brocha, o aplicado con rodillo.

Cuando la viscosidad de una de las fases es aumen-

387760

387760



tada a una muy densa de 1000-10.000 centipoises o mayor,  
al mezclar dicha fase con una relativamente poco densa,  
la fase muy densa se hace la fase dispersada y la fase  
poco densa se hace el medio dispersante o vehículo portador.  
Según aumenta la viscosidad de la fase dispersada,  
5 las partículas dispersadas aumentan de tamaño con el mismo  
grado de agitación, y la visibilidad de color de la  
película aplicada depende menos de la coalescencia de partículas  
que cuando ambas fases son relativamente poco densas.

10 Los términos y expresiones que se han empleado se  
utilizan a modo de descripción y no de limitación y no se  
pretende en la utilización de tales términos y expresiones,  
excluir cualesquiera equivalentes de las características  
mostradas y descritas o de porciones de las mismas,  
15 sino que se admite que son posibles diversas modificaciones  
dentro del alcance del invento reivindicado.

#### REIVINDICACIONES

20

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años son los siguientes:

25

1.- Un método para preparar una composición de recubrimiento no acuosa, caracterizado por mezclar partículas no acuosas individuales en un medio dispersante no acuoso para formar una dispersión, siendo tanto dichas partículas no acuosas individuales como dicho medio dispersante

387760



no acuoso mutuamente inmiscibles y comprendiendo un disol  
vente orgánico, siendo dichos disolventes orgánicos de  
dichas partículas y dicho medio dispersante miscibles  
entre ellos, comprendiendo al menos dichas partículas no  
acuosas un material de recubrimiento que es solvatado por  
5 el disolvente orgánico contenido en ellas, estando colo-  
reada al menos una de las fases, dispersada y dispersante,  
y teniendo color diferente del de la otra fase.

2.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1,  
caracterizado por el hecho de que los disolventes orgáni-  
cos utilizados en las partículas no acuosas individuales  
10 y en el medio dispersante no acuoso son hidrocarburos.

3.- Un método de acuerdo con las reivindicaciones  
1 o 2, caracterizado por el hecho de que los disolventes  
orgánicos utilizados en las partículas no acuosas indivi-  
15 duales y en el medio dispersante no acuoso son sustancial-  
mente idénticos.

4.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las  
reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho  
de que las partículas no acuosas individuales y el medio  
20 dispersante no acuoso son hechos mutuamente inmiscibles  
por medio de la acción solvatante de un disolvente orgá-  
nico comprendido dentro de una de dichas partículas no  
acuosas individuales y de dicho medio dispersante no acuo-  
so sobre una resina contenida en ellas.

5.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las  
precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho  
de que al menos algunas de las partículas no acuosas in-  
dividuales dispersadas están coloreadas y son de color  
diferente al del medio dispersante.

6.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las

37-9-71

387760



971

precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dichas partículas no acuosas comprenden partículas individuales de un material de recubrimiento resinoso hinchado por la acción solvatante de dicho disolvente orgánico contenido en ellas.

5           7.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que al menos algunas de dichas partículas no acuosas forman aglomerados de partículas menores de un material de recubrimiento.

10           8.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dichas partículas no acuosas comprenden partículas de un material de recubrimiento que están solvatadas por el disolvente orgánico contenido en ellas y las partículas solvatadas son hechas más inmiscibles en dicho medio dispersante por la presencia de un agente gelificante.

15           9.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que tanto dichas partículas no acuosas como dicho medio dispersante no acuoso comprenden un material formador de película.

20           10.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el disolvente orgánico de dichas partículas no acuosas individuales es uno en que el material de recubrimiento de dichas partículas es más soluble a una temperatura elevada que a la temperatura ambiente, y en que dichas partículas no acuosas son hechas inmiscibles en dicho medio dispersante no acuoso disolviendo dicho material de recubrimiento de dichas partículas en dicho disolvente

6-3-71

*h/r*

387760



orgánico de dichas partículas, y dejándolas enfriar a la temperatura ambiente.

5 11.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por incluirse además un estabilizador en dicho medio dispersante no acuoso para impedir cualquier coalescencia sustancial de dichas partículas antes de la utilización de dicha composición de recubrimiento.

10 12.- Un método de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado por el hecho de que dicho material de recubrimiento de dichas partículas no acuosas individuales es uno que es capaz de reticulación y dichas partículas son hechas inmiscibles en dicho medio dispersante por la utilización de un agente de reticulación.

15 13.- Un método de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizado por el hecho de que la inmiscibilidad de dichas partículas no acuosas y de dicho medio dispersante no acuoso es debida al menos en parte a incompatibilidad de dichos materiales formadores de película en dichas partículas dispersadas y en dicho medio dispersante entre ellos.

20 14.- Un método de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado por el hecho de que dichas partículas dispersadas consisten en un material de recubrimiento fluido que es subdividible por agitación o fuerza de cizallamiento para formar diminutos glóbulos que tienden a coalescer a la forma de aglomerados que son visibles a simple vista cuando dicha composición es aplicada sobre una superficie.

25 15.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que la dispersión es formada mezclando al menos dos

*hoyi*

387760



medios no acuosos que son inmiscibles entre ellos, com-  
prendiendo al menos uno de dichos medios un material de  
recubrimiento y comprendiendo todos dichos medios disol-  
ventes orgánicos que son miscibles entre ellos, siendo  
5 dicho material de recubrimiento solvatado por el disol-  
vente orgánico contenido en él, y agitando la mezcla re-  
sultante para formar dicha dispersión de dicho material  
de recubrimiento.

16.- Un método para preparar una composición de re-  
10 cubrimiento no acuosa.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antece-  
de, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de sesenta y dos hojas escritas  
a máquina por una sola cara.

Madrid, 11 MAR. 1971

p.a.

Alberto de Elizaburu  
por Poder