

401951



memoria descriptiva

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE _____	_____
SUBCLASE _____	_____

CLASE DE REGISTRO

Una Patente de Invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE

Röhm G.m.b.H.
- soc. alemana -

RESIDENCIA Y DOMICILIO

6100 Darmstadt
(ALEMANIA) Postfach 4166

Int. Cl.: D 04 H

OBJETO

" Procedimiento para la obtención de cuerpos superficiales a partir de materiales de partida en forma de fibras suspendidas en agua. "

INVENTORES:

Dr. Herbert Fink y Dr. Manfred Munzer, ambos de nacionalidad alemana.

PRIORIDAD :

Solicitud Patente alemana P 21 21 593 del 3 de Mayo de 1971.

MC/,

401951

20



- 1.-

1

5

10

15

20

25

30

Desde que por primera vez hace aproximadamente 2.000 años en China se fabricó papel a partir de una papilla de fibras, acuosa, preparada por trituración aplastada de bagazo de morera, de esparto y trapos, ha alcanzado una gran importancia el procedimiento para preparar, a partir de una suspensión acuosa de fibras, sobre tamices, un cuerpo superficial y solidificable por prensado y desecación, en múltiples variantes. El desarrollo más rápido lo ha experimentado en ello en la época moderna la misma fabricación de papel, en la que no son nada raras velocidades de producción de más de 1.000 m/minuto en anchuras de banda de varios metros. Fundamentalmente el mismo procedimiento se utiliza también para la obtención de otros cuerpos superficiales, de los que deben mencionarse en primer lugar los materiales de mecha de fibras, pero en la fabricación de mechas deben elaborarse fibras más largas para conferir al cuerpo acabado un tacto textil. Según una propuesta de la Comisión Alemana de Normas se definen las telas de mecha -equivalentes a la norma americana para "productos no tejidos"- del siguiente modo: "Las telas de mecha son cuerpos superficiales flexibles, porosos, de fibras textiles que, eventualmente después de solidificación previa por vía mecánica (por ejemplo, por agujas o con auxilio de otros productos textiles), por pegamento de unión con ayuda de un aglutinante, por disolución inicial, por soldadura o por una combinación de estos procedimientos, están unidos entre sí".

De los distintos procedimientos de fabricación para telas de mecha, es decir los procedimientos mecánicos,

20



1
5
10
15
20
25
30

neumáticos, de mecha hilada y según el procedimiento en húmedo, se esquematizará el procedimiento últimamente mencionado, dirigido al invento descrito a continuación:

A semejanza de la fabricación del papel, se suspenden las fibras en agua, en lo que la mezcla, designada frecuentemente como "material", de agua y materias fibrosas, tiene que estar presente en una dilución extraordinariamente alta en comparación con la papilla de papel para evitar el peligro de un entrehilado, que existe en el caso de fibras más largas.- El material se aporta a la parte formadora de mecha, por ejemplo, a un tamiz oblicuo. La formación de mecha se efectúa por deposición de las fibras sobre el tamiz, aspirándose el agua y solidificándose deguidamente la mecha, mientras que en la fabricación de papel las fibras de celulosa, molidas de un modo extremadamente fino, forman una composición íntima y en ello se alcanza una solidez húmeda inicial buena mediante constitución de puentes de hidrógeno, las fibras más largas de los materiales de mecha tienen que enlazarse adicionalmente por un sistema de aglutinante. En ello se agrega el aglutinante, bien sea a la suspensión acuosa de fibras o después de la formación de hoja, sobre la mecha se aplica en una fase adicional del trabajo.

Como primeras materias para mechas de fibras se prefieren fibras químicas, en parte también en mezcla con celulosa, cuya longitud de fibra importa aproximadamente de 5 a 30 mm. Las fibras de materiales minerales, respectivamente inorgánicos, como lana mineral o vidrio deberán considerarse en el alcance del presente invento igualmente como

401951

20 ABR 1972

- 3.-

1
5
10
15
20
25
30

equivalente técnicos lisos de las fibras de celulosa, respectivamente de las fibras textiles, como por ejemplo, las fibras obtenidas de los residuos de cuero,

En la fabricación de telas de mechas según el procedimiento húmedo se hacía uso hasta ahora predominantemente de los siguientes métodos de solidificación: adición de fibras aglutinantes fusibles, adición de fibras aglutinantes hinchables en agua, adición de dispersiones de materias artificiales, que se precipitan en la suspensión de fibras y finalmente adición de dispersiones de material artificial ya precipitado.

La solidificación de telas de mecha con ayuda de aglutinantes de la clase según el invento se asemeja, por una parte, en cierto aspecto, a los dos métodos íntimamente mencionados, pero se diferencia, por otra parte, de éstos en una medida tan considerable que, en los productos en cuestión, debe verse una nueva clase de aglutinantes para la preparación de cuerpos superficiales de fibras, con cuya utilización va unida una serie de marcadas ventajas. Para hacer resaltar claramente estas ventajas debe mencionarse respecto a la precipitación de dispersiones de materias artificiales sobre las fibras en la suspensión y a la adición de dispersiones previamente precipitadas de aglutinantes del modo siguiente: Las partículas de látex no pueden formar copos de un modo rápido y completo. Esto produce considerables pérdidas de aglutinante y la presencia del así llamado "aglutinante vagabundo" - una concreción de dispersión no adheridas a las fibras, en terrones mayores. Es obvio que las proporciones de aglutinan

401951



- 4.-

1 te no fijadas producen problemas en las aguas residuales.
Además debe mencionarse que la formación de copos del látex
respecto a un tamaño uniforme de las partículas formando co-
5 pos, sólo puede regularse en límites amplios. Las proporcio-
nes inevitables de pequeños aglomerados no conducen a luga-
res de pegamento, sino que lastran la fibra sólo con agluti-
nante y empeoran así el tacto textil del material.

10 En la coagulación previa de la dispersión se re-
quieren medidas especiales con aparatos, sin que en este mé-
todo de trabajo se alcance una formación completa de copos
de todas las partículas de látex, de modo que también aquí
se manifiestan pérdidas de aglutinante y problemas de aguas
residuales. No debe omitirse que los polimerizados, actuan-
15 tes como aglutinante, también pueden precipitarse a partir
de soluciones orgánicas, pero este método de trabajo adolece
de considerables inconvenientes.

20 La ventaja unida a la utilización de dispersiones,
como aglutinante, en la preparación de materiales de mecha,
de que efectivamente por elección de los monómeros, respec-
tivamente de las mezclas de monómeros, pueden prepararse pro-
ductos que, según se desee, sean "duros" o "blandos" y corres-
pondientemente permitan producir géneros de mecha, como se
explicará todavía, también es propio de los polimerizados de
25 suspensión según el invento.

Los aglutinantes del tipo en cuestión se diferen-
cian de las dispersiones de material artificial hasta ahora
usuales porque representan suspensiones acuosas de homopoli-
merizados o copolimerizados preparados según el procedimiento

30

401951

20



- 5.-

1 de polimerización de suspensión, empleándose aquellos mate-
riales plásticos, que forman "perlas blandas". Como medida
para la blandura, respectivamente dureza, de los polimeriza-
5 dos de suspensión según el invento, pueden utilizarse en ello,
bien sea la "temperatura de transición de vidrio" T_g (glass
transición temperature) o con ayuda del ensayo de oscilación
de torsión (DIN 53445) con los valores de medición obtenidos.

La temperatura de transición de vidrio, como es co-
10 nocado, se determina dilatométricamente. Este método de me-
dición tiene el inconveniente de la considerable inexactitud
en productos con muy bajas temperaturas de transición de vi-
drio. Como los polimerizados de suspensión, que deben utili-
zarse según el invento, sin embargo, están caracterizados por
15 un valor máximo de la temperatura de transición de vidrio,
es decir como todos los polimerizados de suspensión, cuya
temperatura de transición está situada por debajo del mencio-
nado valor límite, caen bajo la protección solicitada, care-
ce de importancia práctica en el presente caso la recién men-
20 cionada ineficacia del método de determinación para la T_g .

Para la caracterización de los polimerizados en cuestión por
la temperatura de transición de vidrio en primera línea era
decisivo que ésta pueda apreciarse para numerosos compuestos
macromoleculares de obras de tablas. Por ejemplo, se mencio-
25 nan en las publicaciones "Polymer Handbook" de Bradrup y E.
H. Immergut, Interscience Publishers, a división of John
Wiley & Sons, New York, London. Sydney, 1966 en el capítulo
III -Solid State Properties, páginas 61 a 85, las temperatu-
ras de vidrio de un gran número de homopolimerizados y copo-

30

401951

20 ABR 1972



- 6.-

1 limerizados, así como la esencia y métodos de determinación de este valor característico.

5 Los homopolimerizados y copolimerizados de la clase, que debe utilizarse según el invento, por una parte, se caracteriza porque se prepara, como ya se ha expuesto, como polimerizados de suspensión, utilizándose en forma de su suspensión acuosa y, por otra parte, presenta un valor T_g de $< 35^\circ \text{C}$. ($< 308^\circ \text{K}$).

10 Los datos, ya mencionados, del ensayo de oscilación de torsión, se aprovechan en los últimos tiempos en grado creciente para la caracterización de materias plásticas. Como los polimerizados de suspensión, que deben utilizarse según el invento, pueden caracterizarse por estos valores de medida, se insistirá brevemente en su método de determinación.

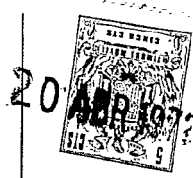
15 En el ensayo de oscilación de torsión se mide la dependencia de temperatura del módulo dinámico de empuje $G(T)$ y de la amortiguación de oscilación de torsión (T) mediante oscilaciones libres de torsión.

20 El módulo de empuje es el cociente de la tensión de empuje y de la deformación de cizallamiento. Por ello representa una medida para la rigidez de una película de polimerizado.

25 Para la caracterización del alcance de reblandecimiento se hace uso de otro valor determinable por el ensayo de oscilación de torsión, el valor $T_{\lambda \text{ max}}$. Se entiende por ello la temperatura en que recorre un máximo el decremento logarítmico de la amortiguación de la oscilación de torsión.

30

401951



- 7.-

1 El decremento de amortiguación es una medida para la fricción interna del material y se determina por la disminución de amplitudes de una oscilación de torsión amortiguada libre.

5 El valor $T_{\lambda \max}$ que corresponden a la temperatura de transición de vidrio característica, T_g de $< 35^\circ \text{C}$, importa alrededor de 60°C . Sin embargo, debe repetirse que, en casos dudosos, la temperatura de transición de vidrio debe servir de característica decisiva para los polimerizados de suspensión en cuestión.

10 La polimerización de suspensión o de perla de compuestos monómeros polimerizables puede adoptarse, como es conocido, como una polimerización de bloque bien enfriada, en que monómeros insolubles en agua, en presencia de así llamados estabilizadores de suspensión o medios distribuidores, por ejemplo, gelatinas, pectinas, almidón soluble en agua o 15 materias sintéticas de alto valor molecular o también suspendidas en agua, como talco, carbonato de magnesio o hidróxido de aluminio, mediante agitación en agua, se distribuyen en forma de finas gotitas y, bajo la acción de aceleradores solubles en el monómero, se polimerizan. En la polimerización, 20 las gotitas primeramente líquidas se hacen a modo de goma y finalmente se hacen sólidas. El objeto de la polimerización de suspensión ha sido hasta ahora en toda regla la preparación de productos sólidos, que pueden separarse de manera sencilla, por ejemplo, por filtración, de la fase acuosa y 25 que se producen como partículas "duras", es decir no adheridas, en forma de perla. La preparación de polimerizados de suspensión de "materias plásticas blandas" es decir la preparación 30

401951



- 8. -

1 de aquellos productos, que se adhieren en la separación de
la fase acuosa, hasta ahora parecía carecer de sentido, te-
niendo en cuenta el mencionado objetivo de la polimerización
5 de suspensión, es decir de poder separar y secar el polimeri-
zado de manera sencilla. La utilización precisamente de ta-
les polimerizados de perla como aglutinante para cuerpos su-
perficiales producidos de fibras, es el objeto del presente
invento.

10 No es necesario insistir más detalladamente en la
técnica de la polimerización de suspensión para explicar el
presente invento. Debe ser suficiente la mención de que el
técnico, por elección de las condiciones de polimerización,
especialmente por la intensidad de la agitación y por la cla-
15 se y cantidad del estabilizador de suspensión puede influir
sobre el tamaño de las perlas producidas y con estas medidas
tiene la posibilidad de producir perlas con un diámetro des-
de por ejemplo 1/100 hasta algunos milímetros. Mientras que
para la constitución de gotitas definidas de monómeros y para
20 evitar la adherencia de las partículas de polimerizado esfé-
ricas, producidas durante el proceso de polimerización es
ineludible añadir al sistema los ya mencionados estabilizado-
res de suspensión o medios de distribución, puede ser conve-
niente estabilizar adicionalmente la suspensión de perlas
25 acabadas en el sentido de que se impide una deposición de las
partículas de materias sólidas -cuando efectivamente su den-
sidad es mayor que aquella de la fase acuosa- respectivamente
una flotación de las partículas sólidas - en el caso de un
peso específico menor de las perlas que aquel del agua y por
30

401951²⁰

- 9.-

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30

ello.se evita una adherencia, que no puede impedirse en el caso de un prolongado tiempo de almacenaje. Se alcanza tal estabilización en perlas, cuya densidad es mayor que 1, por ejemplo, de tal modo que se agregan a la suspensión, sales solubles en agua, por ejemplo, sal común, u otras materias, que influyen sobre la densidad de la fase acuosa. Otra posibilidad de la estabilización consiste en condensar la fase acuosa. Para ello son adecuados productos naturales macromoleculares (almidón, alginatos, pectinas), sus formas modificadas (metilcelulosa, carboximetilcelulosa, etc.) y productos macromoleculares sintetizados. Son ejemplos para la clase de materiales ultimamente mencionados los copolimerizados conteniendo grupos de carboxilo o sus sales de álcali, por ejemplo, copolimerizados del ácido acrílico o metacrílico, así como polivinilpirrolidona.

De los monómeros, utilizables en el sentido del presente invento, que pueden convertirse, según el procedimiento de polimerización de suspensión, en polimerizados de perla, deben mencionarse en primera línea acrilésteres con 1 a 18 átomos de C en el resto de alcohol, ésteres metacrílicos con 4 a 18 átomos de C en el resto de alcohol, butadieno, cloruro de vinilideno o acetato de vinilo. Estos monómeros pueden polimerizarse en mezcla entre sí o también conjuntamente con aquellos monómeros que, como homopolimerizados, dan por resultado productos duros. En el caso últimamente mencionado, la proporción de cantidad, en que pueden emplearse simultáneamente monómeros, que dan por resultado homopolimerizados duros, por ejemplo, metiléster de ácido metacrílico o

401951

20 ABR 1972



- 10.-

1 etiléster de ácido metacrílico, metacrilonitrilo, acriloni-
trilo, acrilamida o metacrilamida o estírol, está limitado
por la exigencia de que la temperatura de transición de vi-
5 dro, del polimerizado producido, no debe sobrepasar el va-
lor límite, que caracteriza el invento. Debe mencionarse,
que una temperatura de transición de vidrio T_g , que caracte-
riza los polimerizados de suspensión, a utilizar según el in-
veto, por la utilización simultánea de así llamados "reblan-
10 decedores exteriores" por ejemplo, éster de ácido ftálico,
también puede ajustarse en aquellos casos, en los que el mo-
nómero a polimerizar, respectivamente la mezcla de monómeros
a polimerizar, sin adición de tales reblandecedores, condu-
ciría a polimerizados con más altas temperaturas de transi-
15 ción de vidrio.

En la constitución de los polimerizados de suspen-
sión a utilizar según el invento, pueden participar monóme-
ros, actuantes de modo reticulador, pero con la medida de
que una reticulación de la partícula suspendida sólo debe es-
20 tar presente en una medida tal, que no se impida la soldadu-
ra termoplástica de la mecha colocada. Un ejemplo para ta-
les mecanismos de reticulación es la utilización simultánea
de compuestos de metilol, respectivamente de metilóléter,
de amida de ácido acrílico y amida de ácido metacrílico o de
25 monómeros por lo menos con 2 dobles enlaces de C-C en la mo-
lécula como comonómeros. También por reacciones de injerto,
puede conseguirse una reticulación de compuestos macromolecu-
lares.

En casos especiales puede ser ventajoso combinar

30

401951

20 18/10/72

- 11.-

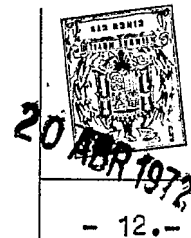
1 aglutinantes de la clase según el invento con dispersiones
de material plástico de la clase conocida, por ejemplo, para
elevar la capacidad formadora de película del material plás-
tico. También puede ser ventajosa la utilización de mezclas
5 de diferentes suspensiones de material plástico que se dife-
rencian respecto a la composición, al tamaño de las partícu-
las y al peso molecular.

Las suspensiones de material plástico de la clase
según el invento, pueden prepararse con ventaja con un con-
10 tenido de materia sólida de 50 a 70% de peso y eventualmente
realizando las mencionadas medidas de estabilización - pue-
den almacenarse y transportarse en esta forma. Las cantida-
des de los polimerizados de suspensión que deben añadirse a
15 la suspensión de fibras, formadora de mecha, pueden fluctuar
dentro de amplios límites según la naturaleza de la mecha de
fibras a constituir.

Los siguientes ejemplos explican el objeto del in-
vento, sin limitar la protección solicitada precisamente a
20 las formas de ejecución descritas. Las medidas, que se le
ofrecen al técnico, como utilización simultánea de materias
colorantes, pigmentos y semejantes, la selección de fibras
sintéticas, naturales o inorgánicas, aquí no mencionadas y
la utilización de homopolimerizados y copolimerizados aquí no
25 citados, en tanto éstos estén presentes como polimerizados de
suspensión y presenten una temperatura de vidrio, situada
debajo del valor de límite característico, amplían las posi-
bilidades de utilización de los aglutinantes según el inven-
to, sin conducir fuera del alcance de la patente. Especial-

30

401951



1 mente debe mencionarse que pueden prepararse productos casi
hechos a medida para un determinado fin de utilización por
la composición material del polimerizado de suspensión y de
5 tamaño medio de partículas. Es común para todos estos pro-
ductos que pueden almacenarse durante largo tiempo eventual-
mente por aplicación de medidas adicionales de estabiliza-
ción, depositándose también desde concentraciones extraordi-
nariamente reducidas (referido a la fase de agua) sobre las
10 fibras y allí conducen a una uniforme adherencia puntiforme
durante el proceso de desecación. En la utilización de las
suspensiones de materia plástica descritas, ya no se manifies-
ta el inconveniente de las porciones de aglutinantes vagabun-
das, conocido de la utilización de dispersiones, por lo que
15 se evitan pérdidas de aglutinante, lo mismo que problemas
de aguas residuales.

I.- Preparación de las suspensiones de material plástico a
utilizar según el invento.

20 Los polimerizados de perla, mencionados en la Ta-
bla 1, se preparan en un matraz redondo de vidrio de 2 l
con agitador triangular, respectivamente en una caldera de
100 l - V 4A con agitador de impulsor y con interruptor de
ondas. La calefacción se efectúa en el primer caso por un
baño de agua. Ambos aparatos están equipados con tanteado-
25 res de temperatura, refrigerante de reflujo e instalaciones
para el lavado con gas inerte, pudiéndose variar la velocidad
de agitación por medio de mecanismo de transmisión. En la
polimerización de monómeros, que a la temperatura de polime-
rización están presentes en forma gaseosa (por ejemplo, clo-

1
5
10
15
20
25
30

401951



- 13.-

1

ruro de vinilideno) la caldera de 100 l. se cierra de modo hermético a la presión.

La polimerización se realiza de la siguiente manera:

5

El distribuidor (estabilizador de suspensión) se disuelve, respectivamente se suspende, en la cantidad total previamente dispuesta de agua desionizada, agitando, haciendo pasar gas inerte (N_2 , respectivamente CO_2) y calentamiento a la temperatura de polimerización (65 - 80°C). Como distribuidores solubles en agua, como puede verse en la Tabla 1, se emplean acetato de polivinilo, parcialmente saponificado (nombre de comercio: Mowiol N 70 - 88) o la sal sódica de un polimerizado mixto, constituido de ácido metacrílico y uno de sus alquilésteres superiores (> 4 C en el resto de alcohol) - indicado en la Tabla 1, como PMAS: Copol.

10

15

20

Para la producción de un distribuidor insoluble en agua se precipita hidróxido de aluminio desde sulfato de aluminio mediante solución de sosa. Para mejorar la acción del distribuidor se añade 5%, calculado sobre $Al(OH)_3$ de un alquil sulfonato de C 14 a 16, en forma de la sal sódica (nombre de comercio: Statexan K 1).

25

En esta solución, respectivamente suspensión, de distribuidor se introduce la fase de monómeros, que contiene el iniciador y eventualmente reguladores de peso molecular y otras adiciones, como reblandecedores, colorantes etc. en forma disuelta, y por acción de cizalla del agitador se dispersa en forma de gotitas finas.

30

La forma y el número de revoluciones del agitador, son variables en amplios límites. Es condición previa que,

401951

20 ABR 1972

- 14.-

1 por el sistema de agitación, al lado de la dispersión del mo
número en gotitas de tamaño deseado, se efectúe una agitación
vertical tan fuerte del contenido de la caldera, que se evite
5 la formación de subida, respectivamente descenso, de las go-
titas de monómero, condicionados por diferencias de densidad
entre fase de agua y fase de monómero. Entran en considera-
ción como monómeros adecuados para la polimerización de perla
ante todo, compuestos difícilmente solubles, respectivamente
10 insolubles, en agua, pero también pueden utilizarse monóme-
ros solubles en agua como ácido acrílico o metacrílico y sus
amidas (eventualmente sustituidas) en cantidad subordinada
al mismo tiempo. Es en ello decisivo para el éxito de una
polimerización de perla que el equilibrio de distribución de
15 estos monómeros entre fase de agua y fase de monómero posibi-
lite la polimerización en la gotita de monómero. La propor-
ción de cantidad entre la fase de agua y la fase de monómero
se varía entre 4 : 1 y 1,5 : 1. En la proporción de 3 : 1
empleada como regla, resultan los siguientes valores inicia-
20 les:

2 l - matraz redondo : 900 g de agua, 300 g de monómero
100 l - caldera : 45 kg. de agua, 15 kg. de monómero.

En la elección de los medios auxiliares de la poli-
merización (iniciador, regulador) se está sometido, para la
25 preparación de las perlas blandas, solamente a las limitacio-
nes generalmente vigentes para la polimerización de perla,
por ejemplo, respecto a la conducta de disolución de estos
aditivos frente al agua y a los monómeros.

Las composiciones de los polimerizados de perla _

30

401951

20



- 15.-

1

preparados se indican en la Tabla 1.

5

Durante la polimerización se mantiene constante la temperatura exterior (baño de agua, respectivamente calefacción de circulación). La temperatura interior sube por razón del calor de polimerización liberado y alcanza, después de aproximadamente 30 - 120 minutos, un máximo, que está situado aproximadamente 10-20°C. por encima de la temperatura inicial.

10

La temperatura alcanzada se mantiene constante por regulación de la calefacción durante alrededor de 2 horas, después de lo cual el producto inicial se enfría aproximadamente a 25°C y se deja salir a un depósito de reserva.

15

Por subsiguiente separación de una parte de la fase de agua se ajusta el contenido de materia sólida de las suspensiones de perla a 50%.

20

Como regularmente existen diferencias de densidad entre el polimerizado de perla y la fase de agua, o bien se deposita o flota el polimerizado. La acción del distribuidor agregado antes de la polimerización, sin embargo, en general es suficiente para impedir una adherencia de las perlas bajo estas condiciones también en almacenaje prolongado.

25

El tamaño medio de las partículas de las perlas de polimerizado, en tanto se indica, se determina microscópicamente.

30

Para la caracterización del tamaño de la molécula, en la Tabla 1 se indica el valor η_{sp}/c medido a 20°C en cloroformo (Makromolekulare Chemie 7, página 294, 1952).

T a b l a 1

Suspensión	Aparatos	Distribuidor *	Monómero	Composición de las materias iniciales de polimerización *			Fol. temp. °C	Veloc. agit. r.p.m.	Tamaño perla mm.	π_{sp}/c 1/g	Tg °C
				Iniciador	Regulador	Aditivos					
A	Caldera	O,4 Al(OH) ₃	80 butilacrilato/ 20 Acrilonitrilo	O,3 lauroil-peróxido	O,2 dodecil-mercaptano	-	75	0,05	0,080	- 25	
B	"	"	"	"	"	-	"	0,10	0,078	- 25	
C	"	"	"	"	"	-	"	0,15	0,079	- 25	
D	"	"	"	"	"	-	"	0,20	0,077	- 25	
E	"	"	"	"	"	-	"	0,25	0,080	- 25	
F	"	"	"	"	0,5 etilhexil-tioglicolato	-	75	0,25	0,050	- 25	
G	"	"	"	"	O,1 dodecil-mercaptano	-	75	0,10	0,13	- 25	
H	Matraz	O,4 Al(OH) ₃	80 butilacrilato/ 20 metilmetacrilato	O,2 AIBN ++)	O,2 " "	O,1 Makrolex-blau.R +++)	75 75	0,10	0,083	- 23	
I	"	"	"	"	"	"	"	0,15	0,086	- 23	
K	"	"	"	"	"	"	"	0,20	0,087	- 23	
L	"	"	60 butilacrilato/ 40 metilmetacrilato	"	"	"	"	0,25	0,084	- 23	
M	"	"	45 butilacrilato/ 55 metilmetacrilato	"	"	"	75	610	0,085	+ 8	
N	"	"	"	"	"	"	75	610	0,088	+ 33	

* Todas las indicaciones de cantidades se refieren a partes de peso

** Dinitrilo de ácido azoisobutírico

+++ Nombre comercial para colorante azul.

401951

20 ABR 1972



Continuación de la T a b l a 1

Composición de las materias iniciales de
polimerización +)

Suspensión	Aparatos	Distribuidor +)	Monómero	Iniciador	Regulador	Aditivos	Temp. pol. °C.	Veloc. agitación r.p.m.	η sp/c 1/g	T _g
O	Matraz	0,1 PMAS-Cop.	75 butilacrilato/ 20 acrilonitrilo 5 metacrilamida	0,5 Lauroil-peróxido	0,4 Etilhexil-tioglicolato	-	75	610	0,10	- 15
P	"	0,4 Al (OH) ₃	95 Etilacrilato/ 3 Metilolmetacrilamida/2metacrilamida	0,2 "	0,2 Dodecil-mercaptano	-	75	610	No mesurable	- 20
Q	Caldera	0,4 Al (OH) ₃	65 Cloruro de vinilideno/35 etilacrilato	0,3 "	-	-	80	110	0,078	+ 15
R	Matraz	1,0 Mowiol	75 Etilacrilato/ 15 metilmetacrilato/10 ácido metacrílico	0,3 AIBN ++)	0,2 Tioglicol	-	75	610	No mesurable	+ 20
S	"	0,4 Al (OH) ₃	80 Butilacrilato 20 Vinilacetato	0,5 Lauroil-peróxido	0,2 Dodecil-mercaptano	-	75	610	0,13	< - 30
T	"	"	100 C ₁₂₋₁₈ -Alquil metacrilato	0,5 "	0,2 "	-	75	610	0,031	"
U	"	"	100 C ₁₂₋₁₈ -Alquil acrilato	0,5 "	0,2 "	-	75	610	0,048	"
V	"	"	100 Etilhexilacrilato	0,5 "	0,2 "	-	75	610	0,062	"
W	"	0,1 PMAS	70 Metilmetacrilato	0,2 t-butil-perpivalato	0,1 "	30 Dibutil-ftalato	65	610	0,075	+ 30
X	"	"	50 Metilmetacrilato	0,2 "	0,1 "	50 "	65	610	0,053	- 13



2161 RB

401951

171

401951



- 18.-

1

II. Fabricación de los cuerpos superficiales de materias en forma fibrosa con suspensiones de material plástico según I, como aglutinantes.

5

Se trabaja predominantemente según los siguientes procedimientos:

10

A una suspensión acuosa al 0,1% +) de fibras se agrega el aglutinante en forma de una suspensión acuosa al 50% de partículas de material plástico en forma de perlas. La cantidad empleada se rige según la deseada aplicación de aglutinante. Después de buena mezcla, se deposita la suspensión sobre un tamiz inclinado V4A (tejido de tamiz N^o. 0,16; DIN 4188) en forma de mecha y se desagua, en lo que por la velocidad de la formación de hoja se determina el peso de superficie de la mecha. En todos los casos examinados se obtiene un agua de desagüe clara.

15

20

La mecha formada se somete entonces a un tratamiento térmico, por ejemplo, sobre cilindros calentados, para evaporar el agua residual y unir, adhiriendo, las partículas de plástico con las fibras. En ello deben ajustarse las temperaturas a la dureza, respectivamente a la blandura, del material plástico empleado como aglutinante.

25

+) En el caso de que se hubieran elegido otras concentraciones de material, ésto se indica en los ejemplos.

Ejemplo 1

30

Utilizando fibras de lana de celulosa (1,7 dtex; longitud: 6 mm) y los aglutinantes A hasta G, se fabrican me

40 195 1



1
5
10
15
20
25
30

chas con un peso de 50 g/m^2 y una aplicación de aglutinante de 30%, y se secan. Seguidamente se calandran con una presión de 1 t/cm^2 a 20°C . y se tratan sobre una prensa de plancha durante 1 minuto a 170°C y a una presión de 13 p/cm^2 . Todos los géneros de mecha muestran un tacto agradablemente blando y textil. Según DIN 53857 se determina la resistencia a la rotura en pruebas de 5 cm de ancho. Los valores obtenidos se reúnen en la tabla siguiente:

Suspensión	Tamaño medio de partículas de plástico (mm)	$\tau_{sp/c}$ (l/g)	Carga de rotura (valor medio) (kp)
A	0,05	aprox. 0,08	1,0
B	0,10		1,1
C	0,15		2,1
D	0,20		1,4
E	0,25		0,7
F	0,10	0,05	1,0
B	0,10	0,08	1,1
G	0,10	0,13	1,3

Ejemplo 2

El ejemplo 1 se repite con el aglutinante C, pero con la diferencia de que se eligen aplicaciones diferentes de aglutinante. También aquí se determinan los valores de resistencia según DIN 53857.

401951

20 APR 1972

- 20.-

1

Aplicación de aglutinante (%)	Carga de rotura (kp)	Dilatación de rotura (%)
----------------------------------	-------------------------	--------------------------------

5

20	1,2	20
25	1,4	25
30	2,1	30
35	2,8	45
40	3,3	55

Ejemplo 3

10

Se repite el Ejemplo 1, con las diferencias de que con empleo del aglutinante C, a partir de fibras de lana de celulosa o de mezclas de fibras de lana de celulosa, con fibras de poliamida o de poliéster, se fabrican géneros de mecha (peso de superficie: 100 g/m^2) con una aplicación de aglutinante de 80%. La densidad de género de la suspensión de fibras importa en este caso, 0,3 %. Los valores de resistencia, medidos según DIN 53857, se reúnen en la tabla siguiente:

15

20

Fibra resp. mezcla de fibras	Proporción de mezcla (partes de peso)	Carga de rotura (kp)	Dilatación de rotura (%)
------------------------------------	---	----------------------------	--------------------------------

25

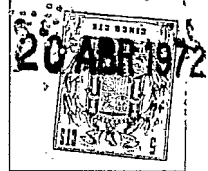
Zw (1,7 dtex; Longitud 6 mm)	100	17,3	65
ZW (1,7 dtex; longitud 6 mm)/PA (6 dtex; Longitud 3 mm)	70/30	13,5	60
ZW (1,7 dtex; Longitud 6 mm)/PES (1,7 dtex; Longitud 6 mm)	70/30	19,7	68

Ejemplo 4

30

El Ejemplo 1 se repite con la diferencia de que

401951



- 21.-

1 se emplean los aglutinantes teñidos H hasta L. En la mecha acabada permiten reconocer las partículas de color de plástico claramente la distribución uniforme de los lugares puntiformes de adherencia.

5

Suspensión	Tamaño medio de partículas de material plástico (mm)	Carga de rotura (kp)
------------	--	----------------------

H	0,10	0,2
I	0,15	0,7
10 K	0,20	0,2
L	0,25	0,3

Ejemplo 5

15 El Ejemplo 1 se repite con la diferencia de que se confeccionan mechas con los aglutinantes I, M y N. En los géneros de mecha acabados puede reconocerse manualmente de modo claro que una proporción creciente de metilmetacrilato ocasiona un resultado de tacto más duro.

Ejemplo 6

20 El Ejemplo 1 se repite con la diferencia de que como aglutinante se emplean los aglutinantes C, O y P. El peso de la mecha importó 50 g/m², la proporción de aglutinante, 50 %. Los géneros de mecha acabados se someten a un lavado fino según DIN 54014 (30 minutos a 40°C con 5 g de jabón/1 flotación en el ensayo de lavado ABK) y una limpieza química según DIN 54024 (30 minutos a 30°C en percloroetileno con adición de 3 g de reforzador de limpieza /1 flotación en el ensayo de lavado ABK). Después del lavado fino, en todos los géneros de mecha todavía se conserva la asociación de mecha.

30

401951



- 22.-

1

La mecha fabricada utilizando el aglutinante O se destruye totalmente en la limpieza química, la mecha con el aglutinante O presenta todavía una cierta coherencia de la asociación de mecha. El género de mecha con una resina acrílica auto-reticulante representada por el aglutinante P, sin embargo, es resistente frente a las solicitudes de la limpieza química según DIN 54024.

5

Ejemplo 7

10

Como se ha indicado en el Ejemplo 1, los géneros de mecha con aglutinante Q se refuerzan con creciente aplicación de aglutinante. En una aplicación de aglutinante de 30% se observa un efecto frenador de llama (Norma DIN: Determinación de la conducta de combustión e incandescencia de textiles combustibles (ensayador de arco); actualmente en proyecto).

15

Ejemplo 8

20

Empleando el aglutinante R, se fabrica un género de mecha, como se ha indicado en el Ejemplo 1. El artículo acabado se prueba respecto a su resistencia al agua según H. JORDER (Textil-Industrie 71 página 302, 1969). Se demuestra que al utilizar este copolimerizado, conteniendo grupos de carboxilo, como aglutinante, hasta la destrucción de la mecha solamente se requiere un tiempo de 60 segundos. Tal limitada resistencia al agua es de importancia para muchos artículos higiénicos.

25

Ejemplo 9

30

El ejemplo 1 se repite con utilización de los aglutinantes S hasta V. Las mechas colocadas (aplicación

401951

20 ABR 1972



- 23.-

1 de aglutinante 50%) se secan cuidadosamente a 80 - 100° C.
Muestran un tacto pegajoso y pueden unirse pegándose, en la
calandria a presión.

5 Ejemplo 10

Empleando los aglutinantes W y X, como se indica
en el ejemplo 9, se fabrican géneros de mecha. La aplicación
de aglutinante importó 50%. Ambos géneros de mecha son capa-
ces de sellado en caliente, es decir que pueden pegarse a
10 presión, a temperaturas de 140°C con tejido BW. Puede ob-
servarse claramente que con el aglutinante X puede alcanzarse
una mejor adherencia que con el aglutinante W.

N O T A . -

15 La presente patente de invención consta de las si-
guientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la obtención de cuerpos superfi-
ciales a partir de materiales de partida en forma de fibras
suspendidas en agua, con empleo de aglutinantes, caracterizado
porque una suspensión acuosa de homopolimerizados y copolime-
20 rizados en forma de perlas, preparados según el procedimiento
de polimerización de suspensión, cuya temperatura de transi-
ción de vidrio T_g (glass transition temperature) es $< 35^\circ \text{C}$,
con buena mezcla íntima se añade a la suspensión acuosa de
fibras, después de ello se depositan las fibras como mecha
25 sobre un tamiz, se deshidrata la mecha formada y seguidamente
se seca y eventualmente se somete a un tratamiento térmico
posterior.

30 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizado porque al aglutinante se agrega un material aditivo
que hace equivaler la densidad del material plástico existen-
te como polimerizado de perla.

20 ABR 1972



401951

- 24.-

1 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracteriza
do porque la viscosidad de la fase acuosa del aglutinante,
por adición de un medio espesante, se aumenta en tal medida
que las partículas de material plástico tampoco en almacena-
5 je prolongado se hunden, ni flotan ascendiendo.

 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, ca-
racterizado porque el aglutinante existente como polimerizado
de perla, en parte predominante está constituido de un éster
del ácido acrílico con 1 a 18 átomos de carbono en el resto
10 de alcohol.

 5.- Procedimiento para la obtención de cuerpos superfi-
ciales a partir de materiales de partida en forma de fibras
suspendidas en agua.

 Según se describe y reivindica en la adjunta memoria
15 descriptiva, que consta de veinticuatro hojas foliadas y es-
critas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a

20

20 ABR 1972
CARLOS ROEB
P. P.

Fdo: Francisco del Pozo

25

30