

406679



Int. Cl.²: C09G//D04H

F.C. 27-6-75

No. 406.679

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC.

RESIDENCIA: P. O. Box 538 ALLENTOWN (PENNSYLVA

NIA) 18105 U S A

ENUNCIADO: MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDI

MIENTO DE TEXTURACION DE FELPUDOS Y

ALFOMBRAS.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 195 018 del 2-11-71

TR

406679



1

Esta invención se refiere a adhesivos mejorados para uso con felpudos y alfombras y como agentes de forrado de tejidos. Más especialmente, esta invención se refiere al uso de emulsiones de copolímero de acetato de vinilo-etileno, de bajo precio de coste, con una T_v comprendida entre -35°C y -10°C aproximadamente, así como a dichas emulsiones conteniendo cargas adecuadas como adhesivos estratificadores retardantes de la combustión para felpudos y alfombras, como agentes para el forrado de tejidos y como aglutinantes de géneros no tejidos.

5

10

Las composiciones adhesivas son esenciales para la estructura de la mayor parte de los felpudos y alfombras. El hilo sintético afelpado no puede funcionar como alfombra sin la presencia de un adhesivo de látex para fijar los mechones así como encolar el tejido secundario al material afelpado primario. Las resinas para este uso son preferiblemente aplicadas en forma de emulsión para reducir los costes y contribuir a controlar la penetración en las fibras textiles. Para adaptarse a las condiciones económicas, esta aplicación de resina debe realizarse de la forma más barata posible.

15

20

25

Fundamentalmente, en la actualidad la industria está utilizando dos tipos de construcción de forros o telas de fondo: (a) un tejido secundario es estratificado mediante el uso de un adhesivo de látex al tejido primario o (b) se aplica directamente una capa de látex espumado sobre el adhesivo fijador de la fibra, que cuando se seca y cura crea un acolchado esponjoso como parte integrante de la alfombra terminada. Para cualquier tipo de construcción de forro o tela de fondo, la resina empleada como adhesivo de

30

406679



1 látex debe conservar su flexibilidad después de la aplica-
ción y no volverse frágil o blanda y pegajosa.

5 Las alfombras afelpadas de doble forro son fabrica-
das generalmente remallando hilos de fibras de pelo a tra-
vés de una base textil tejida o no tejida, de poco precio,
conocida como substrato primario. El hilo es remallado a
través del substrato primario de forma continua, constitu-
yendo una hilera completa de pelo en la alfombra. El hilo
es anudado fuertemente contra la cara inferior del substrato
10 primario, pero los bucles pueden permanecer unidos o ser
cortados, según se desee una alfombra de felpa de rizo o de
pelo cortado. Las fibras de pelo son después sujetadas al
substrato primario en esta disposición mediante la aplica-
ción de adhesivo. La alfombra afelpada de doble forro es
15 completada aplicando a la cara inferior húmeda del substra-
to primario un nuevo material de forro conocido como tejido
secundario o scrim. El scrim, que sirve para mejorar la es-
tabilidad dimensional y el aspecto de la alfombra, es nor-
malmente adherido a la cara inferior del substrato primario
20 mediante el mismo adhesivo que sirve para fijar las fibras
de pelo al substrato primario. El estratificado resultante
de substrato primario con las fibras de pelo remalladas a
su través, un adhesivo y el scrim constituye la alfombra de
doble forro.

25 En la actualidad, se emplean principalmente copolí-
meros de estireno-butadieno carboxilado como adhesivos es-
tratificadores para felpudos y alfombras y han sustituido en
alto grado al caucho natural para estas aplicaciones. El
látex sintético preparado a partir de polímeros de estireno-
30 butadieno carboxilado presenta varios inconvenientes impor-



406679

1 tantes. Uno de los inconvenientes de los adhesivos conven-
cionales de látex de estireno-butadieno carboxilado es que
llevan asociado un intenso olor a amoniaco. Además, con fre-
cuencia las alfombras terminadas presentan un fuerte y desa-
5 gradable olor a estireno. Los adhesivos de polímero de buta-
dieno-estireno carboxilado también pueden contener cierta
insaturación residual que tiende a producir unas caracterís-
ticas de envejecimiento poco satisfactorias y da lugar a
una pérdida de flexibilidad. De hecho, la polimerización que
10 se produce como resultado de esta insaturación residual ha
hecho que los forros de los felpudos y alfombras se vuelvan
rígidos como el cartón al cabo de solamente algunos años.

El advenimiento de ciertos materiales sintéticos a
la industria de las alfombras, que permite utilizar una al-
15 fombra tanto en el interior como a la intemperie, ha dado
lugar a nuevos problemas en relación con la preparación de
tejidos para alfombras. El polipropileno es un material re-
lativamente barato que, en casi todos los aspectos, es bas-
tante satisfactorio para uso como la fibra de pelo, el subs-
trato primario y el scrim o substrato secundario de una al-
20 fombra. Sin embargo, el polipropileno presenta un problema
de adhesión, ya que las composiciones de látex normalmente
empleadas en la manufactura de alfombras no se adhieren
bien a la superficie del polipropileno. Las alfombras pre-
paradas empleando polipropileno y mezclas de látex conven-
25 cionales están expuestas a deslaminaciones del substrato
secundario o scrim. Con objeto de resolver este problema,
se ha sugerido el empleo de múltiples capas adhesivas em-
palmadas, que da lugar a costes de producción más altos.

30 Otro campo de uso de los adhesivos de esta naturale-



406679

1 za general es la preparación de géneros no tejidos, donde
sirven como ligandos . Estos géneros no tejidos pueden ser
del tipo no duradero, como los sucedáneos de tejidos de un
solo uso o pueden ser del llamado tipo duradero con una du-
5 ración útil prolongada, preparándose estos géneros con adhe-
sivos suplementados con un polímero protector adecuado, por
ejemplo uno o más de los polímeros acrílicos.

10 Todavía otro campo de uso de los adhesivos de esta
naturaleza general es el forrado de tejidos. Este tipo de
uso comprende el forrado de tejidos para cortinas y tapi-
cería, para comunicarles o mejorar las características como
tacto y/o duración.

15 Prácticamente en la totalidad de estos usos, el pro-
ducto puede ser inflamable y algunos productos lo son más
que otros. Con frecuencia el grado de inflamabilidad es el
que dicta si un producto es o no aceptable. En general es
deseable una inflamabilidad baja y se han establecido lími-
tes de inflamabilidad bastante estrictos para alfombras, cor-
tinajes y similares en edificios públicos y especialmente
20 en hospitales.

25 Un objeto de esta invención es proporcionar compo-
siciones adhesivas mejoradas para aplicaciones de forrado
de felpudos y alfombras.

30 Otro objeto de esta invención es proporcionar compo-
siciones adhesivas de bajo coste para aplicaciones de forra-
do de alfombras, que poseen características mejoradas en
comparación con los adhesivos convencionales.

 Otro objeto de esta invención es proporcionar emul-
siones particulares de copolímero de acetato de vinilo-eti-
leno, que encuentran aplicación como adhesivos y adhesivos



ABR. 1975

406679

1 retardantes de la combustión en el forrado de tejidos y alfombras.

5 Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar adhesivos copoliméricos de bajo coste para tejidos y forros de alfombras, que poseen excelentes características retardantes de la combustión y/o adhesión respecto a los materiales naturales y sintéticos, buena resistencia al envejecimiento y prácticamente carecen de características de olor continuado.

10 Todavía otro objeto de esta invención es proporcionar adhesivos para tejidos y forros de alfombras preparados a partir de emulsiones de copolímero de acetato de vinilo-etileno que pueden ser cargadas hasta una alta proporción de carga y pueden poseer excelentes características retardantes de la combustión, manteniendo sin embargo buenas características de adhesión y una excelente resistencia al agrietamiento en frío.

15 Todavía otro objeto más de esta invención es proporcionar adhesivos para tejidos y forros de alfombras preparados a partir de emulsiones de copolímeros a base de acetato de vinilo y etileno, que tienen una temperatura de transición vítrea (T_v) comprendido entre -35°C y -10°C aproximadamente.

20 De acuerdo con esta invención, se preparan emulsiones de copolímero blando a base de acetato de vinilo y etileno, que pueden ser utilizadas como adhesivos de tejidos y que tienen una temperatura de transición vítrea (T_v) comprendida entre -35°C y -10°C aproximadamente. La cantidad de acetato de vinilo en la emulsión de copolímero está comprendida entre alrededor de 20 y 70 partes en peso y la can-

30

406679



1 tidad correspondiente de etileno en el copolímero es entre
30 y 80 partes en peso. Las emulsiones de copolímero de ace-
tato de vinilo-etileno se preparan con un agente espesador
y un dispersante y también pueden ser formuladas con uno o
5 más de los ingredientes convencionales en las mezclas de
látex como cargas, agentes antiespumantes, agentes de pega-
jidad, etc. Para los adhesivos de aplicación general, si
se desea, puede incluirse en las emulsiones de copolímero
entre 0 y alrededor de 500 partes en peso de carga por cada
10 100 partes en peso de resina. Estas emulsiones pueden carac-
terizarse además por sus propiedades retardantes de la com-
bustión, distribuyendo en las mismas alrededor de 30 a 500
partes en peso de carga por cada 100 partes en peso seco
de copolímero, como se define más adelante.

15 Las emulsiones de copolímero cargadas resultantes
forman adhesivos mejorados para tejidos y forros de alfom-
bras, con ventajosas características de adhesión, retardan-
cia de la combustión, resistencia al envejecimiento y olor,
buena compatibilidad con los colorantes y bajo coste. Ade-
20 más, las composiciones adhesivas de esta invención pueden
ser aplicadas utilizando el equipo convencional.

25 En términos amplios, la cantidad de acetato de vi-
nilo presente en el copolímero está comprendida aproxima-
damente entre 20 y 70 partes en peso, siendo la cantidad co-
rrespondiente de etileno presente en el copolímero alrede-
dor de 30 a 80 partes en peso. Un copolímero preferido con-
tiene aproximadamente entre 35 y 65 partes en peso de ace-
tato de vinilo y entre 65 y 35 partes en peso de etileno.
Un copolímero especialmente preferido contiene alrededor de
30 65 partes en peso de acetato de vinilo y alrededor de 35 par-

406679



1 tes en peso de estileno. Las emulsiones de copolimero resul-
tantes tienen una temperatura de transición vítrea (T_v) com-
prendida entre -35° y -10°C aproximadamente. La temperatura
de transición vítrea, denominada T_v , es la temperatura por
5 encima de la cual un material polimérico presenta caracte-
rísticas cauchíferas.

Otra característica deseable de las composiciones
adhesivas de esta invención es el descubrimiento de una
inesperada mejora en las propiedades de retraso de la com-
10 bustión de estas composiciones, obtenida mediante el empleo
de ciertas cargas que, aunque eran conocidas antes de ahora
en las composiciones de utilidad similar pero de constitu-
yentes y formulaciones diferentes, presentan en este adhe-
sivo una mejora sustancial de las propiedades de retraso de
la combustión. No se conoce ninguna explicación científica
15 probada aunque se han propuesto varias teorías, tales como
la teoría modestamente plausible de un tipo de sinergismo
existente en la combinación de estas cargas con el copolíme-
ro que tiene que comenzar con una energía de combustión re-
lativamente pequeña. Cualquiera que sea la razón, este efec-
20 to se obtiene mediante el uso de aproximadamente 30 a 500
partes en peso de material de carga, definido más adelante,
por cada 100 partes en peso seco de la resina de la emul-
sión. Estos materiales de carga son los que presentan pro-
piedades compatibles con su uso en el adhesivo de la inven-
25 ción, mientras que su energía de combustión es entre 0 y ne-
gativa. Estos materiales de carga pueden ser silicatos hi-
dratados de alúmina, dióxido de titanio, trihidrato de alú-
mina, yeso, sulfato bórico, fosfato hidrógeno diamónico y
sulfamato amónico. Como parte o como la totalidad de estos
30

406679



ABR 1976

1 sistemas de carga pueden incluirse otros agentes especifi-
cos, como los que contienen fósforo o antimonio junto con
donadores de halógeno apropiados y su uso en una pequeña
proporción junto con una gran proporción de los materiales
5 de carga menos costosos resulta sorprendentemente beneficio-
so para aumentar el retraso de la combustión con las consi-
guientes ventajas económicas.

10 Cuando se desea obtener propiedades retardantes de
la combustión, las cargas especialmente preferidas son
aquellas que, en las condiciones de combustión, se descompo-
nen o proporcionan de otra forma sustancias polares. Así, el
trihidrato de alúmina es un buen ejemplo del tipo preferido
y se ha encontrado que es especialmente eficaz.

15 Como las emulsiones de copolímero de esta invención
pueden ser cargadas hasta una proporción de carga excepcio-
nalmente alta, superior a 400 partes en peso por cada 100
partes en peso seco de resina, pueden conseguirse notables
ventajas económicas utilizando cantidades relativamente
grandes de cargas baratas en las formulaciones de emulsio-
20 nes de copolímeros. Incluso con un nivel de carga muy alto,
las emulsiones de copolímero presentan todavía buena adhe-
sión y resistencia al agrietamiento en frío.

25 En la preparación de la emulsión pueden emplearse
agentes espesadores convencionales, como poliácridatos de
sodio e hidroxietilcelulosa, en una proporción comprendida
aproximadamente entre 0,1 partes y 4 partes por 100 partes
de peso seco de resina, es decir, de copolímero de acetato
de vinilo-etileno. Puede emplearse un agente dispersante o
defloculante, como pirofosfato tetrasódico, en una propor-
30 ción de alrededor de 0,1 a 3 partes en peso por 100 partes

406679



1 de resina. También pueden incluirse en las emulsiones de co-
polímero pequeñas cantidades de otros aditivos convencionales
como estabilizantes, pigmentos como óxido de titanio y lito-
pón y antiespumantes. Las emulsiones de copolímero pueden
5 ser preparadas con o sin agente tensoactivo. La preparación
de estas emulsiones implica típicamente el uso de un líquido
adecuado, v.g. agua, como fase externa disolvente; habitual-
mente en una proporción comprendida aproximadamente entre 20
y 150 partes en peso por 100 partes en peso de la resina
10 polimérica (calculado en seco). Cuando se emplea alcohol po-
livinílico, por ejemplo, como coloide protector durante la
copolimerización, no es necesario agregar un agente tensoac-
tivo. Si no se emplea este coloide protector, puede utilizar-
se un agente tensoactivo como los del tipo no iónico o anió-
nico. Sin embargo, no es necesario el uso de antioxidantes
15 en contraste con la necesidad de los mismos en las emulsi-
ones convencionales de copolímero de estireno-butadieno.

Pueden utilizarse técnicas convencionales y conoci-
das de polimerización en emulsión para preparar las emulsi-
20 nes de copolímero de acetato de vinilo-etileno de esta inven-
ción. Algunas veces es ventajoso incorporar pequeñas canti-
dades (es decir, hasta alrededor del 5 % en peso) de otro
u otros monómeros con los comonómeros acetato de vinilo y
etileno. Como ejemplos de los monómeros que pueden ser agre-
gados se encuentran el ácido maleico, en una proporción del
25 0 al 1 % en peso y el cianurato de trialilo en una propor-
ción del 0 al 0,3 % en peso, aproximadamente.

De forma análoga, pueden emplearse técnicas de apli-
cación convencionales, es decir, las mismas técnicas de
30 aplicación empleadas para las resinas de estireno-butadieno.

-11-
406679



ABR. 1978

1 Las composiciones adhesivas pueden ser aplicadas a la parte
posterior de los tejidos para cortinajes o tapicería o, en
la fabricación de alfombras, a la cara inferior del combina-
do de substrato primario y fibra de pelo mediante un rodillo
5 de contacto, cuyo empleo es corriente en los procesos conver-
sionales de forrado de alfombras para cubrir o impregnar las
fibras de yute del substrato primario y separar el exceso de
composición adhesiva. Naturalmente, pueden utilizarse otros
10 métodos adecuados de aplicación como untado con una cuchi-
lla, pulverización, etc. La cantidad de composición adhesiva
aplicada normalmente es justamente suficiente para obtener
una adhesión adecuada de las fibras de pelo al substrato
primario. Naturalmente, también puede utilizarse un exceso
15 de composición adhesiva pero es antieconómico y requiere
tiempos de secado mayores mediante lámparas de infrarrojo
o estufas de aire caliente o una combinación de ambos sis-
temas. Pueden utilizarse los pesos de revestimiento conven-
cionales en las alfombras. Típicamente, el peso del reves-
timiento puede variar entre unas 23 y 37 onzas por yarda
20 cuadrada (780 y 1254 g/m²). El método de aplicar las compo-
siciones de forro de alfombras a los diversos tipos de ma-
terial para alfombras puede variar de una compañía a otra.
Algunas compañías prefieren utilizar una composición para
forro de alfombras con una viscosidad de trabajo de 12.000
25 a 15.000 centipoises. Otras compañías prefieren utilizar
viscosidades menores próximas a 2000 centipoises. También
pueden emplearse técnicas de fusión en caliente, en cuyo
caso la mezcla de la carga y la resina es efectuada habi-
tualmente fundiendo primero la resina, agregando la carga a
30 la masa fundida y después aplicando la mezcla de forma co-

406679



1 nocida al tejido o tejidos.

Los adhesivos preparados de acuerdo con esta invención pueden ser aplicados a las alfombras hechas de cualquiera de las fibras habituales, como nylon, acrilán, poliéster y lana y pueden ser empleados con todos los tejidos de fondo normales, incluido el yute y el polipropileno. Las emulsiones de copolímero de acetato de vinilo-etileno presentan una ventaja muy clara como adhesivo estratificador para las alfombras de interiores y exteriores de polipropileno, superando el problema especialmente grave de la deslaminación, asociado a las alfombras de polipropileno.

Algunas de las características importantes de los adhesivos estratificadores son determinadas por los llamados ensayos de pelado T, sujeción del mechón y formación de bolitas.

El pelado T es un valor obtenido cuando el forro secundario es arrancado del forro primario y es determinado utilizando una máquina Scott. La adhesión del scrim o forro secundario al substrato primario es denominada "resistencia al pelado". Este término se utiliza en su sentido normal en la industria de manufactura de alfombras, para referirse a la fuerza requerida para arrancar por pelado una tira de dos componentes adheridos, de 2" (5 cm) de anchura, que han sido envejecidos durante 24 horas. Se mide agarrando uno de los componentes en cada mordaza del aparato tensil Scott y después separando las mordazas a una velocidad de 2"/minuto (5 cm/minuto). Normalmente se obtiene un valor comprendido entre 8 y 40 libras (3,628 y 18,144 kg). Normalmente cuanto más ligero sea el peso del revestimiento, menor es el pelado T.

30

406679



ABR. 1975

1 La sujeción del mechón es una determinación de la
capacidad de una composición de forrado de alfombras para
retener la fibra unida al forro primario y al secundario.
La sujeción del mechón es determinada utilizando un aparato
5 Scott para tirar de una sección de la fibra y medir la fuer-
za requerida para arrancar la fibra de la estructura. Normal-
mente, los valores para el látex de caucho de estireno-buta-
dieno varían entre 10 y 30 libras de tracción (4,536 y
13,608 kg). A 35 libras de tracción (15,876 kg), los hilos
10 utilizados en la fabricación de alfombras se rompen habi-
tualmente.

El ensayo de formación de bolitas o envoltura de mechones
es una determinación de la capacidad de la composición para
el forrado de alfombras para envolver completamente a las
15 fibras individuales. Si las fibras de la construcción no
están completamente envueltas, un frotado suave de la alfom-
bra produce cabos sueltos de fibra que tienen tendencia a
formar pequeñas bolas de fibra o "bolitas".

Las propiedades de inflamabilidad pueden ser deter-
minadas mediante diversos métodos tales que puedan ponerse
20 de manifiesto las características retardantes de la combus-
tión mediante una comparación adecuada. Un método de ensayo
apropiado es el método ASTM D2863-70, Inflamabilidad de
Plásticos Usando el Método del Índice de Oxígeno. Por este
25 método la mínima cantidad de oxígeno en una lenta corrien-
te de oxígeno y nitrógeno es la necesaria para mantener jus-
tamente la combustión de una muestra de ensayo físicamente
autosoportada. Así, cuanto mayor sea la cantidad de oxígeno
requerida, menor es la inflamabilidad de la muestra de en-
30 sayo.

406679



1 Otro aspecto importante relacionado con la inflama-
bilidad de las composiciones de plástico es el del humo
desprendido durante la combustión o descomposición térmica.
Un método apropiado indicativo de las características de
5 formación de humo es el identificado como ASTM D2843-70
Medida de la Densidad del Humo procedente de la Combustión
o Descomposición de los Plásticos. Las medidas se expresan
como la pérdida de transmisión de la luz a través de un vo-
lumen recogido del humo producido bajo condiciones normali-
zadas controladas.

10 La invención será ilustrada mediante los siguientes
ejemplos, entendiéndose que no hay ninguna intención de que-
dar necesariamente limitados por ninguno de los detalles de
los mismos, ya que pueden introducirse variaciones dentro
15 del alcance de la invención. Las características físicas
del copolímero de acetato de vinilo-etileno citadas en lo
que sigue y que no han sido identificadas por ninguno de los
métodos de ensayo previamente mencionados, son determinadas
por métodos de ensayo convencionales. En los ejemplos, todas
20 las partes se dan en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

Se prepara una emulsión de copolímero de acetato de
vinilo-etileno protegida con alcohol polivinílico, por copo-
limerización en emulsión de forma que contenga acetato de
vinilo y etileno en los siguientes porcentajes:

25	Acetato de vinilo (por saponificación)	63,8 %
	Etileno (diferencia)	36,2 %

Empleando el copolímero mencionado de acetato de vi-
nilo-etileno, se prepara una emulsión de copolímero con una
T_v de -20°C y se formula en composición adhesiva de acuerdo
30

406679



APR 1975

1 con la siguiente receta:

Sólidos	Ingredientes	Libras en seco (kg)	Libras en mojado (kg)
51,0 %	Copolímero de acetato de vinilo-etileno	120	235
5	Hidróxido amónico	0	1,8
	Agua	0	62
5 %	Pirofosfato tetrasódico	0,6	12,0
100 %	Antiespumante	0,6	0,6
100 %	Carbonato cálcico	390	390
10 12,0 %	Espesasador (del tipo de ácido poliacrílico)	1,3	11,0

15 En comparación con la viscosidad de las mezclas de butadieno-estireno, que normalmente es del orden de 13.000 a 15.000 centipoises, la viscosidad de la emulsión preparada de acuerdo con el procedimiento anterior es aproximadamente de 17.000 a 20.000 centipoises.

20 Se preparan 9000 pies lineales (2.743 m) de alfombra de 12 pies (3,66 m) de anchura. Los forros primario y secundario son de yute, la fibra es de nylon de diferentes construcciones, a saber mechón, pelo cortado y regular. Las velocidades de la máquina se ajustan a su valor normal de 15 pies/minuto (4,57 m/minuto) para la aplicación del adhesivo a base de emulsión de copolímero.

25 El género para alfombras resultante tiene una adhesión excelente. Las resistencias al pelado T son mucho mayores que las obtenidas generalmente con los materiales normales de estireno-butadieno carboxilado. Los valores de la sujeción del mechón son normalmente superiores en 5 libras (2,268 kg) a los de los materiales de látex de estireno-butadieno carboxilado normales. Los ensayos de formación de bolitas indican que se obtiene alrededor del 90 al 100 %

30

406679



1975

1 de envoltura de los mechones en todas las fibras.

Además de sus otras ventajas, la emulsión de copolímero de acetato de vinilo-etileno se formula con facilidad. Asimismo, la estabilidad de la viscosidad es excelente durante periodos de tiempo más prolongados. Tanto la emulsión de copolímero como el género final para alfombras son inodoros, en contraste directo con los látex de butadieno-estireno que habitualmente presentan un olor amoniacal y que producen alfombras con un olor desagradable a estireno durante largos periodos de tiempo. Los estudios de duración en almacenamiento indican que las emulsiones de copolímero de etileno-acetato de vinilo presentan una excelente estabilidad. Estos estudios de duración en almacenamiento también demuestran que al cabo de 4 días se mantienen esencialmente las mismas características.

10

15

EJEMPLO 2

20

De acuerdo con el procedimiento de este ejemplo, se utiliza la adición retrasada parcial del monómero acetato de vinilo para preparar una emulsión de copolímero de acetato de vinilo-etileno conteniendo 0,5 % de ácido maleico y 0,1 % de cianurato de triálilo, empleando agentes tensoactivos aniónicos.

25

A la mezcla de reacción se añaden inmediatamente el 10 % del acetato de vinilo y la totalidad de los agentes tensoactivos. Se añade un 3,5 % en peso de agente tensoactivo aniónico, calculado sobre el peso total de los monómeros principales. La carga de una caldera a una presión de 1000 psi (70 kg/cm²) comprende 4 libras (1814 g) de acetato de vinilo, 11 libras 6 onzas (4160 g) de agente tensoactivo aniónico, 172 g de vinilsulfonato sódico (25 %), 185 g de

30



406679

1 poli(vinilsulfonato sódico) (25 %), 130 g de $K_2S_2O_8$, 0,5 g de sulfato ferroso amónico y 42 libras (19,0 kg) de agua desionizada.

5 Las sustancias reaccionantes cargadas en la caldera a presión son purgadas dos veces con 20 psi (1,4 kg/cm²) de nitrógeno y dos veces con 20 psi (1,4 kg/cm²) de etileno, mientras se agita a 200 revoluciones por minuto. Después la carga se calienta a 50°C. La presión de etileno se ajusta a 950 psi (66,8 kg/cm²) y se mantiene a esta presión durante 10 toda la operación. La polimerización se inicia con una solución al 1 % de sulfoxilato sódico-formaldehído, constituida por: 50 g de sulfoxilato sódico-formaldehído, 40 ml de hidróxido amónico y 5000 ml de agua desionizada. Una vez iniciada la polimerización, se realizan dos adiciones retardadas a lo largo de un periodo de 3 horas, manteniendo la cantidad de monómero acetato de vinilo libre entre 5 y 7 %. La 15 primera adición retardada comprende 36 libras (16,330 kg) de acetato de vinilo y 30 g de cianurato de triálilo. La segunda adición retardada comprende 130 g de anhídrido maleico, 185 g de vinilsulfonato sódico, 130 g de $K_2S_2O_8$ y 20 1040 g de agua desionizada. La temperatura de reacción se mantiene a 50°C con una temperatura de la camisa de refrigeración de 40°C durante las dos primeras horas y a 25°C durante el resto de la reacción. El pH de la emulsión se mantiene entre 2,5 y 3,0. Después de la primera hora de reacción, se utiliza una solución de sulfoxilato sódico-formaldehído al 5 %. Esta solución está constituida por 250 g de sulfoxilato sódico-formaldehído, 50 ml de hidróxido amónico y 5000 g de agua desionizada.

25 Una vez completadas las dos adiciones retardadas y 30



406679

1 cuando la proporción de monómero acetato de vinilo libre se
aproxima al 2,0 %, la emulsión se enfría a 30-34°C, se ajusta
el pH de la misma a 5,5 y se evacúa el etileno de la cal-
dera de reacción. Después la emulsión se transfiere a una
5 columna de destilación y el acetato de vinilo residual que
no ha reaccionado se polimeriza bajo condiciones atmosféricas
hasta menos del 0,5 %. Para la reacción completa se utiliza
un total de 205 g del catalizador $K_2S_2O_8$ y 60 g de sul-
foxilato sódico-formaldehído.

10 Las propiedades de la emulsión resultante se encuentran a continuación.

Monómero libre	0,4 %
Viscosidad	40,2 centipoises a 60 revoluciones por minuto.
	46,0 centipoises a 12 revoluciones por minuto.
T_v	-25°C
Acetato de vinilo	61,2 % (por saponificación).

EJEMPLO 3

20 Se prepara una emulsión de copolímero de acetato de vinilo-etileno, conteniendo 0,5 % de ácido maleico y 0,15 % de cianurato de trialilo, utilizando agentes tensoactivos no iónicos. Se emplea un procedimiento de adición parcialmente retardada del monómero, dejando para más tarde la adición del 90 % del acetato de vinilo. La adición del ácido maleico es totalmente retardada mientras que los agentes tensoactivos no iónicos se añaden poco a poco.

25 En un reactor a presión de 1000 psi (70 kg/cm²) se cargan los siguientes materiales: 4,2 libras (1905 g) de acetato de vinilo, 1730 g de agente tensoactivo no iónico, 180 g de vinilsulfonato sódico (25 %), 200 g de $K_2S_2O_8$,

30



406679

1 0,5 g de sulfato ferroso amónico y 47 libras (21,319 kg)
de agua desionizada. Las sustancias reaccionantes se pur-
gan dos veces con 20 psi (1,4 kg/cm²) de nitrógeno y dos ve-
ces con 20 psi (1,4 kg/cm²) de etileno, mientras se agita a
5 150 revoluciones por minuto. La carga se calienta a 50°C y
la presión de etileno en la caldera se ajusta a 950 psi
(66,8 kg/cm²) y se mantiene a esta presión durante toda la
reacción. La polimerización se inicia con una solución al
10 1 % de sulfoxilato sódico-formaldehído constituida por 50 g
de sulfoxilato sódico-formaldehído, 40 ml de hidróxido amó-
nico y 5000 g de agua.

Una vez iniciada la reacción, se realizan dos adi-
ciones retardadas a lo largo de un periodo de 4 horas, man-
teniendo la proporción de monómero acetato de vinilo libre
15 entre 6 y 10 %. La primera adición retardada comprende 43 li-
bras (19,505 kg) de acetato de vinilo y 51 g de cianurato
de trialilo. Los materiales añadidos durante la segunda adi-
ción retardada comprenden 132 g de agua desionizada, 968 g
de ácido maleico (18 %), 180 g de vinilsulfonato sódico
20 (25 %) y 40 g de K₂S₂O₈. La temperatura de reacción se man-
tiene a 53°C, con una temperatura de la camisa de refrige-
ración de 38°C durante las dos primeras horas y a 25°C du-
rante el resto de la reacción. El pH de la emulsión se man-
tiene entre 2,5 y 3,0. Después de la primera hora de reac-
ción, se añade una solución al 5 % de sulfoxilato sódico-
25 formaldehído. La solución está constituida por 250 g de sul-
foxilato sódico-formaldehído, 150 g de hidróxido amónico y
5000 g de agua desionizada.

Una vez completada las adiciones retardadas y cuan-
do la proporción de monómero acetato de vinilo libre se ha
30

406679



1 reducido al 2,0 %, la emulsión se enfría a 30-34°C, se eva-
 cúa el etileno de la vasija de reacción y la emulsión se
 transfiere a una columna de destilación. El acetato de vi-
 nilo residual que no ha reaccionado se polimeriza bajo con-
 5 diciones atmosféricas hasta menos del 0,5 %. Se consumen
 240 g de $K_2S_2O_8$ y 865 g de sulfoxilato sódico-formaldehído
 en la polimerización completa. El pH final de la emulsión
 se ajusta a 5,5 con hidróxido amónico concentrado.

10 Las propiedades de la emulsión resultantes se en-
 cuentran a continuación:

Contenido en sólidos	55,0 %
Monómero libre	0,5 %
Viscosidad	376 centipoises a 60 rpm y 920 centipoises a 12 rpm.
T_v	-25,0°C
15 Acetato de vinilo	63,5 % (por saponificación).

EJEMPLO 4

Se prepara una emulsión de copolímero de acetato de
 vinilo-etileno con agentes tensoactivos no iónicos, 0,5 %
 de ácido maleico y 0,15 % de cianurato de trialilo, de
 20 acuerdo con el procedimiento indicado en el Ejemplo 3.

La emulsión de copolímero de acetato de vinilo-eti-
 leno se prepara hasta un contenido en sólidos del 58,8 %, un
 porcentaje de monómero libre de 0,4 y un porcentaje de
 acetato de vinilo de 67,5 (determinado por saponificación).

25 Las propiedades de la emulsión resultante se encuen-
 tran a continuación:

Viscosidad	580 centipoises a 60 rpm y 1480 centi- poises a 12 rpm
T_v	-19,0°C.

406679



EJEMPLO 5

1 Se prepara un copolímero de acetato de vinilo-etileno protegido con alcohol polivinílico, siguiendo el método y utilizando las mismas proporciones relativas de ingredientes descritos en el Ejemplo 1. Se subdivide el copolímero y las subdivisiones se emplean en la preparación de composiciones adhesivas en las que los ingredientes son, salvo excepciones definidas, similares a los del Ejemplo 1, siendo la excepción la naturaleza y cantidad de carga. La cantidad de carga se establece arbitrariamente en 400 partes en peso por 100 partes en peso seco del copolímero de acetato de vinilo-etileno y la composición de la carga está indicada en la Tabla I dada a continuación.

5
10
15 Las diversas muestras así formuladas se emplean en la preparación de tiras de ensayo por moldeo y curado y después se someten a la determinación de las propiedades de inflamabilidad por el método ASTM anteriormente identificado: D2863-70 y a la determinación de las características de producción de humo por el método ASTM previamente identificado: D2843-70. Los datos obtenidos incluyen los resultados de ensayo similares sobre muestras de ensayo comparables preparadas a partir de un adhesivo SBR comercial.

25

30

-22-
406679



TABLA I

Muestra	Yeso	$Al_2O_3 \cdot (H_2O)_3$	Densidad de humos**ASTM: D2843-70	Indice de oxígeno límite, ASTM: D2863-70
A*	400	-	16,5	28
(SBR)	400	-	34,5	22
B*	300	100	16,5	39
(SBR)	300	100	36,5	24
C*	200	200	15,5	55
(SBR)	200	200	37,0	32
D*	100	300	14,0	76
(SBR)	100	300	35,5	41
E*	-	400	11,5	100
(SBR)	-	400	32,5	55

* Muestras preparadas en la forma descrita en el Ejemplo 1.

** Densidad óptica corregida, media de valores de exposición a la llama y no a la llama.

Estos datos indican una notable mejora, superior a la esperada, en las características de inflamabilidad relativa y formación de humos de las muestras preparadas de acuerdo con esta invención, en comparación con las obtenidas con un adhesivo de tipo comercial corriente y además la mejora del retraso de la combustión mediante el uso de una carga que contribuye por descomposición en un producto polar.

En ensayos similares, o en una modificación razonable del procedimiento de ensayo para adaptarse a las diferentes formas físicas, talos como tiras de alfombras o cortinajes, se determina que las mejoras en el retraso de la combustión en las composiciones adhesivas de esta invención

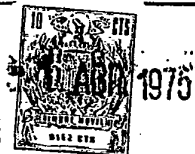
406679



1 se hacen importantes cuando la cantidad de carga adecuada
no es inferior a unas 30 partes en peso de carga por 100
partes en peso seco de la resina. Cuando el tacto es un fac-
5 tor importante, como en los forros de cortinajes y tapice-
ría, la cantidad de carga está comprendida preferiblemente
entre alrededor de 30 y 200 partes en peso por 100 partes
en peso de la resina seca, mientras que en felpudos y alfom-
bras pueden utilizarse cantidades de hasta unas 500 partes
en peso de carga por 100 partes en peso de resina seca, sin
10 ningún detrimento grave de las otras propiedades deseadas
del adhesivo.

Otros ensayos indican que cuando los tejidos trata-
dos para comunicarles un cierto retraso de la combustión se
emplean con el adhesivo retardante de la combustión de esta
15 invención, el carácter efectivo total retardante de la com-
bustión de la estructura de tejido final es superior al
efecto meramente acumulativo esperado por combinación sim-
ple. Los sistemas de carga que incorporan una pequeña canti-
dad de las conocidas y costosas composiciones retardantes de
20 la combustión, como las que contienen trióxido de fósforo
o de antimonio con un donador de halógeno, presentan este
efecto sinérgico que permite obtener una marcada mejora en
el retraso de la combustión, a niveles económicos sustan-
cialmente mejorados. Formulando un adhesivo a partir del co-
polímero del Ejemplo 4 y utilizando una carga que comprende
25 aproximadamente 10 % en peso de Sb_2O_3 y una pequeña cantidad
del donador de halógeno, siendo el resto de la carga sulfa-
mato amónico, el índice de oxígeno es del 100 % a un nivel
de uso inferior a unas 200 partes en peso de dicha carga
por 100 partes en peso de la resina seca. Pueden obtenerse
30

406679



1 resultados similares pero no necesariamente idénticos con
los materiales de carga antes descritos, sólo o en combi-
nación apropiada.

5 De lo que antecede se deduce que esta invención se
adapta a la obtención de todos los fines y objetos antes
establecidos, junto con otras ventajas que son evidentes e
inherentes al sistema. Las composiciones adhesivas de esta
invención ofrecen varias ventajas en el producto en el caso
de las aplicaciones de adhesivos para el forrado y estrati-
10 ficación de tejidos, tales como excelentes tacto, sujeción
del mechón, envoltura de los mechones y pelado T. Las com-
posiciones adhesivas presentan buena adhesión a diversos
substratos, tales como poliéster e hilo para dos caras y
forro primario de polipropileno. También se obtiene un ex-
15 celente comportamiento en la manufactura de alfombras de me-
chón, incluso a bajos niveles de adhesivo. Como las emulsio-
nes de copolímero pueden ser cargadas hasta una gran pro-
porción de carga, por ejemplo superior a 400 partes de car-
ga por 100 partes de resina y todavía presentan buena adhe-
sión y resistencia al agrietamiento en frío, las composicio-
20 nes adhesivas resultantes son económicas de uso y, por adi-
ción de ciertas cargas, poseen características mejoradas de
retraso de la combustión. Típicamente, los polímeros de es-
tireno-butadieno se cargan hasta un nivel inferior a 325 par-
tes de carga por 100 partes de resina. Las emulsiones de co-
25 polímero poseen una excelente estabilidad mecánica. Las emul-
siones de copolímero resultantes también presentan resisten-
cia al envejecimiento y han sido ensayadas durante más de
500 horas con el ensayo en Fadeometer sin fallos. Además,
30 las emulsiones de copolímero comunican un buen tacto y tam-

406679



1 bién características de olor mejoradas. No poseen el inten-
so olor del amoniaco asociado a los adhesivos convenciona-
les y el tejido acabado no presenta el olor intenso residual
del estireno. El bajo contenido en amoniaco de los adhesi-
5 vos también proporciona buena compatibilidad con los colo-
rantes. Las emulsiones de copolímero a base de acetato de
vinilo y etileno también son compatibles con la mayor parte
de los espesadores, poliacrilatos, gomas, hidroxietilcelulo-
sa, etc. Una ventaja muy importante de las formulaciones es
10 que se encuentra presente un máximo de solamente el 0,5 %
de monómero residual, eliminándose sustancialmente la poli-
merización posterior. Las emulsiones de copolímero pueden
ser utilizadas como adhesivos para forros y/o estratifica-
ción de tejidos, empleando el equipo convencional destinado
15 al uso con los adhesivos de butadieno-estireno carboxilado
y, por consiguiente, no se requiere ninguna inversión de
capital adicional cuando se emplean los adhesivos de acuer-
do con esta invención.

20 Aunque se ha insistido en la utilización de las
emulsiones de copolímero de acetato de vinilo-etileno de
esta invención para aplicaciones de forros de alfombras,
resultará evidente que dichos copolímeros pueden ser em-
pleados en otras aplicaciones, tales como las que implican
el uso de dichos copolímeros como adhesivos estratificado-
res para adherir materiales tejidos de capas múltiples.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

30

406679



54 ABR 1973

1

REIVINDICACIONES

1. Mejoras introducidas en un procedimiento de texturación de felpudos y alfombras mediante aplicación de adhesivo a por lo menos una superficie de un material apilado y a por lo menos un substrato de forro, adhiriéndose adhesivamente dicho material apilado y dicho substrato, caracterizadas las mejoras en la preparación del adhesivo por las etapas que consisten en:

5

10

a) polimerizar acetato de vinilo-etileno mediante polimerización en emulsión para formar una emulsión de copolímero que contiene entre 35 y 65 partes en peso de acetato de vinilo y entre 65 y 35 partes en peso de etileno, y

15

b) convertir la emulsión de copolímero en un adhesivo con una temperatura de transición de vidrio entre -35°C y -10°C aproximadamente mediante adición de:

20

1) un dispersante en una cantidad entre 0.1 y 3 partes aproximadamente en peso por cien partes en peso de copolímero de acetato de vinilo-etileno.

25

2) un agente espesante en una cantidad entre 0.1 y 4 partes aproximadamente en peso por cien partes en peso de copolímero de acetato de vinilo-etileno, y

30

3) una carga en una cantidad entre 100 y 500 partes aproximadamente en peso por cien partes en peso de copolímero de acetato de vinilo-etileno.

2. Mejoras según la reivindicación 1, caracteri

406679



1 zadas porque dicho copolimero de acetato de vinilo-etileno
tiene un porcentaje de monómero residual máximo de 0,5.

3. Mejoras según la reivindicación 1 o 2, ca-
racterizadas además porque dicha emulsión polimérica se
5 realiza en presencia de hasta el 5 % en peso de ácido malei-
co.

4. Mejoras según la reivindicación 1, caracte-
rizadas además porque dicho adhesivo comprende una emulsión
de copolímero no ionica que tiene un contenido de sólidos
10 de copolímero de acetato de vinilo-etileno mínimo del 50 %.

5. Mejoras según una cualquiera de las reivindi-
caciones anteriores caracterizadas porque se añade dicha
carga en una cantidad en exceso de 400 partes en peso por
15 cien partes en peso de copolímero de acetato de vinilo-etile-
no.

6. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO DE TEXTURACION
DE FELPUDOS Y ALFOMBRAS.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de veintisiete
páginas mecanografiadas.

Madrid, 14 Septiembre 1.972

BERNARDO UNGRIA

P. D.

25

30