

REF: AJW/ZC/C.107/110

441711

Int. Cl.: C08L; C09S; C09D

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: LINGNER & FISCHER GmbH

RESIDENCIA: D 7580 BUHL (Baden), Postfach 1440,

Alemania Occidental

ENUNCIADO: UN METODO DE ESPESAMIENTO DE UNA SOLUCION DE UN MATERIAL POLIMERICO FORMADOR DE PELICULA.

Prioridad: Patente británicas n.º 44222/74 del 11-10-74
" " 03111/75 24-1-75

1 Esta invención se refiere a soluciones espesadas de
polímeros formadores de película, especialmente a composicio-
nes adhesivas espesadas.

5 Las soluciones de polímeros formadores de película
son ampliamente utilizadas como adhesivos y lacas. Pueden ser
aplicadas utilizando un dispositivo extendedor para extender
una parte de la solución formando una película delgada sobre
una superficie o pueden ser aplicadas por extrusión desde un
10 tubo aplastable o desde un frasco con un orificio aplicador
de goma o similares. Sin embargo, las composiciones normales
líquidas de adhesivos y lacas presentan numerosos inconvenien-
tes, especialmente tendencia a chorrear cuando se aplican so-
bre superficies inclinadas o verticales y tendencia a formar
"colas". La "formación de colas" es el nombre dado a la ten-
15 dencia de las composiciones líquidas de adhesivos o lacas a
formar hebras o "colas" entre la superficie de trabajo y el
dispositivo aplicador, ya se trate de un extendedor manual,
un tubo o un frasco, cuando el dispositivo es retirado de la
superficie de trabajo después de la aplicación del adhesivo.
20 La "formación de colas" es indeseable porque hace muy difícil
conseguir una aplicación neta (esencial para el trabajo de ma-
quetas y muchas aplicaciones domésticas a pequeña escala).

25 Esta invención se basa en el descubrimiento de que
las composiciones líquidas normales de adhesivos y lacas pue-
den ser mejoradas, reduciéndose la tendencia a chorrear y
formar "colas", incorporando un agente espesador o gelifican-
te a la composición.

30 Aunque comúnmente se utilizan en muchas zonas de la
industria agentes espesadores y gelificantes, la industria de
los adhesivos y lacas es peculiar porque su gama de disolven

1 tes suelen ser disolventes polares medios como acetato de me-
tilo, acetato de etilo, acetato de butilo, acetona, metil-
etil-cetona y metil-isobutil-cetona. Los agentes comunes es-
5 pesadores y gelificantes para disolventes muy polares como el
agua y para disolventes hidrocarbonados no polares son gene-
ralmente inadecuados para uso con los disolventes polares me-
dios.

10 Sin embargo, hemos descubierto que la adición de una
sal metálica alcalina de un ácido graso C_{8-36} (preferiblemen-
te C_{12-22}), preferiblemente en forma de solución en un alco-
hol alifático inferior (v.g. metanol o etanol), a las compo-
siciones líquidas normales de lacas y adhesivos (v.g. en una
15 proporción de alrededor del 5 al 50 % del peso de la compo-
sición total) produce una composición espesada con menor ten-
dencia a chorrear y formar "colas".

20 Por consiguiente, esta invención proporciona un mé-
todode espesamiento de una solución de un material polimé-
rico formador de película en un disolvente con una constante
dieléctrica comprendida entre 5,0 y 50,0, cuyo método consis-
te en mezclar con dicha solución, a una temperatura superior
a la ambiente, una sal metálica alcalina de un ácido graso
 C_{8-36} y dejar que la mezcla se enfríe sin agitar mucho.

25 El grado de espesamiento conseguido depende natural-
mente de la concentración de sal de ácido graso agregada
(denominada en lo que sigue "el jabón").

En general, el jabón puede constituir del 0,05 al
5 % del peso de la composición espesada total.

30 El jabón es preferiblemente una sal metálica alcali-
na de un ácido graso C_{12-22} , todavía mejor una sal sódica.
Un jabón preferido es el estearato sódico.

1 De preferencia el jabón se mezcla con la solución
del polímero formador de película en forma de solución en un
alcohol alifático inferior, especialmente metanol o etanol.
La temperatura a la cual se mezcla la solución jabonosa alco-
5 hólica con la solución de formador de película puede estar
comprendida entre 30 y 80°C, según la volatilidad de los di-
solventes utilizados. Algunas veces puede ser posible formar
el jabón in situ neutralizando un ácido graso agregado.

10 El disolvente con una constante dieléctrica comprendi-
do entre 5,0 y 50,0 puede ser seleccionado entre los disol-
ventes comunes de polaridad media utilizados en el pasado pa-
ra las composiciones de adhesivos y lacas, habitualmente és-
teres y cetonas de bajo peso molecular y mezclas de los mis-
15 mos, algunas veces con pequeñas cantidades de alcoholes infe-
riores. Son ejemplos de estos disolventes el acetato de meti-
lo, acetato de etilo, acetato de butilo, ftalato de dibutilo,
ciclohexanona, acetona, metil-etil-cetona y metil-isobutil-
cetona. El alcohol metílico y etílico pueden mezclarse en pe-
queñas proporciones con estos ésteres y cetonas disolventes.
20 El disolvente es habitualmente una mezcla de disolventes in-
dividuales, seleccionada para obtener la velocidad deseada
de evaporación. Normalmente, la constante dieléctrica estará
comprendida entre 5,0 y 30,0, v.g. 10,0 y 25,0.

25 El material formador de película puede ser cualquie-
ra de los utilizados en el pasado para las composiciones de
adhesivos y lacas, por ejemplo poli(acetato de vinilo), alco-
hol polivinílico, poli(cloruro de vinilo), poliuretano, poli-
acrilato o polimetacrilato o sus ésteres, polivinilpirroli-
30 dona o copolímeros de estos materiales, así como nitrato de

1 celulosa y éteres y ésteres de celulosa.

Si se desea, pueden incluirse pequeñas cantidades de agua en las composiciones de esta invención, ya sea como parte del contenido normal de humedad de los disolventes orgánicos o como agua adicional. El agua comunica a la composición espesada o gelificada un aspecto translúcido atractivo.

5 Aunque las composiciones de esta invención generalmente son satisfactorias porque presentan una menor tendencia a chorrear y formar colas, hemos encontrado que, con algunos agentes formadores de película, por ejemplo el poli(acetato de vinilo), especialmente en las composiciones que contienen agua, la estabilidad de la composición espesada o gelificada total es bastante menor que la de la misma composición sin el jabón o el agua y que ocasionalmente las propiedades de adhesión a las superficies metálicas pueden ser peores. Sin embargo, encontramos que en los casos en que la estabilidad no es satisfactoria, la adición de reguladores para mantener el pH de la composición entre 7,0 y 9,0 aproximadamente (preferiblemente sales inorgánicas (v.g. sales sódicas) de ácidos débiles orgánicos o inorgánicos, por ejemplo tetraborato sódico (bórax), acetato sódico, sal sódica del éster metílico del ácido p-hidroxibenzoico, yodato sódico, formiato sódico y succinato sódico), en una proporción del 0,05 al 20 % del peso de la composición total (según el pH requerido) restablece la estabilidad con pequeño o nulo efecto adverso sobre las propiedades adhesivas o laqueantes de la composición.

10

15

20

25

30

La sustancia reguladora puede ser incorporada a la solución en forma de solución saturada en agua, alcohol u otros disolventes. Al mismo tiempo, hemos encontrado sorprendentemente que estos aditivos reguladores, v.g. bórax, acetato sódico,

1 sal sódica del éster metílico del ácido p-hidroxibenzoico,
también suelen mejorar la adhesión de la composición a las
superficies metálicas. Al parecer las sustancias reguladoras
5 también aumentan la temperatura de gelificación de las compo-
siciones de esta invención (posiblemente debido a un efecto
de "desplazamiento salino" que reduce la solubilidad del
agente gelificante en su forma coloidal). Este aumento de la
temperatura de gelificación también puede explicar parcial-
mente el efecto estabilizante de las sustancias reguladoras.

10 Por lo tanto, de acuerdo con una realización prefe-
rida de la invención, se proporciona un método de espesamien-
to de una solución de un material polimérico formador de pe-
lícula en un disolvente de constante dieléctrica comprendida
entre 5,0 y 50,0, cuyo método consiste en mezclar con dicha
15 solución una sustancia reguladora en proporción suficien-
te para controlar el pH final de la composición total dentro
de los límites comprendidos entre 7,0 y 9,0 y una sal metáli-
ca alcalina de un ácido graso C₈₋₃₆, preferiblemente en so-
lución alcohólica, siendo mezclada dicha sal de ácido graso
20 con la solución de agente formador de película a una tempe-
ratura superior a la ambiente y dejando que la mezcla se
enfrie sin agitar mucho.

25 La sustancia reguladora se agrega preferiblemente
en una proporción comprendida entre 0,05 % y 20 % de la com-
posición total, para controlar el pH a 8,0 aproximadamente.
Puede ser agregada antes, después o junto con una solución
alcohólica de la sal de ácido graso. La temperatura a la
cual se agrega la sustancia reguladora es preferiblemente
30 la ambiente o superior a ella y puede ser agregada en forma

1 de solución acuosa o en algunos casos puede formarse in situ
por adición de un ácido débil orgánico o inorgánico seguida
de neutralización, por ejemplo con hidróxido sódico.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención:

5

EJEMPLO 1

Plexigum MB 319 (marca comercial de Messrs. Röhm, Darmstadt), copolimerizado de poli(metacrilato de metilo) y poli(acrilato de etilo)	30 % en peso
Acetato de metilo	45 % en peso
Alcohol etílico	24,7 % en peso
Estearato sódico	<u>0,3</u> % en peso
	100,0 % en peso

10

Procedimiento:

15

En una vasija provista de un refrigerante a reflujo se mezclan el acetato de metilo y el alcohol etílico y se añade el Plexigum agitando a la temperatura ambiente. Al cabo de una hora aproximadamente, la solución será homogénea.

20

Ahora se añade el estearato sódico y se continúa agitando durante unos 15 minutos a la temperatura ambiente. Se calienta a 60°C y se agita (alrededor de 5 minutos) hasta que el aspecto de la composición es homogéneo. El lote acabado se bombea a unos depósitos y la mezcla resultante se deja enfriar.

EJEMPLO 2

25

Poli(acetato de vinilo) con un peso molecular de 130.000	38 % en peso
Alcohol metílico	10 % en peso
Acetato de metilo	30 % en peso
Alcohol etílico	19,75 % en peso
Estearato sódico	0,25 % en peso
Solución al 5 % de bórax en agua	<u>2</u> % en peso
	100,0 % en peso

30

1 Procedimiento:

En una vasija provista de un refrigerante a reflujo se mezclan el acetato de metilo y el alcohol etílico. Se añade el poli(acetato de vinilo) con agitación. Al cabo de unas 2 horas y media, cuando la solución parece homogénea, se agrega el estearato sódico en forma de solución caliente en el alcohol metílico y se continúa agitando durante unos 15 minutos hasta que se dispersa. Después se calienta la mezcla total hasta unos 60°C y se agrega la solución al 5 % de bórax en agua. Se deja enfriar la mezcla resultante.

EJEMPLO 3

Poliuretano reticulado lineal	20 % en peso
Resina de alquiflenol (Alresen PA104)	10 % en peso
Metil-etil-cetona	40 % en peso
Etanol	29,7 % en peso
Estearato sódico	<u>0,3%</u> en peso
	100,0 % en peso

Procedimiento:

20 La metil-etil-cetona se introduce en una vasija provista de un refrigerante a reflujo; se añade el poliuretano reticulado lineal con agitación. Al cabo de unas dos horas y media, cuando la solución parece homogénea, se añade la resina alquiflenólica y se continúa agitando durante media hora. Después se agrega la solución caliente (50°C) de estearato sódico en etanol, lentamente y agitando y se calienta toda la mezcla a unos 60°C. Después de conseguir una solución totalmente homogénea, se deja enfriar la mezcla resultante.

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

REIVINDICACIONES

1
5
1. Un método de espesamiento de una solución de un material polimérico formador de película en un disolvente de constante dieléctrica comprendida entre 5,0 y 50,0, cuyo método consiste en mezclar con dicha solución, a una temperatura superior a la temperatura ambiente, una sal metálica alcalina de un ácido graso C₈₋₃₆ y dejar que la mezcla se enfríe sin agitar mucho.

10
2. Un método según la Reivindicación 1, donde la sal de ácido graso agregada constituye del 0,05 al 5,0 % del peso de la composición total.

15
3. Un método según las Reivindicaciones 1 o 2, donde la sal de ácido graso es una sal metálica alcalina de un ácido graso C₁₂₋₂₂.

4. Un método según la Reivindicación 3, donde la sal de ácido graso es estearato sódico.

20
5. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde la sal de ácido graso se mezcla con la solución de polímero formador de película en forma de solución en un alcohol alifático inferior.

6. Un método según la Reivindicación 5, donde el alcohol es metanol o etanol.

25
7. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde el polímero formador de película es poli(acetato de vinilo), alcohol polivinílico, poli(cloruro de vinilo), poliuretano, poliacrilato o polimetacrilato, polivinilpirrolidona, copolímeros de las sustancias anteriores, nitrato de celulosa, éteres de celulosa o ésteres de celulosa.

30
8. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones que consiste en mezclar con la citada solu-

1 ción de polímero formador de película una sustancia regula-
dora del pH en cantidad suficiente para controlar el pH final
de la composición total dentro de los límites comprendidos
entre 7,0 y 9,0 y la citada sal metálica alcalina de un áci-
5 do graso C₁₂₋₃₆, mezclándose dicha sal de ácido graso con la
citada solución a una temperatura superior a la ambiente y
dejando que la mezcla se enfríe sin agitar mucho.

9. Un método según la Reivindicación 8, donde la sus-
tancia reguladora se agrega en una proporción comprendida en-
10 tre 0,05 y 20 % del peso de la composición total para contro-
lar el pH a 8,0 aproximadamente.

10. Un método según las Reivindicaciones 8 o 9, donde
la sustancia reguladora es tetraborato sódico, acetato sódico,
sal sódica del éster metílico del ácido p-hidroxibenzoico,
15 yodato sódico, formiato sódico o succinato sódico.

11. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por
UN METODO DE ESPESAMIENTO DE UNA SOLUCION DE UN MATERIAL PO-
LIMERICICO FORMADOR DE PELICULA.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente Memoria descriptiva que consta de diez páginas mecano-
grafiadas.

Madrid, 10 Octubre 1.975

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30