

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 25 33 729.5	28-7-1975	Alemania Occ.
44 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09J	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE COLAS EN POLVO PARA APLICACION EN CALIENTE"		
71 SOLICITANTE (S)		
KUFNER TEXTILWERKE KG		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
8000 MUNCHEN 70 (República Federal de Alemania) Irschenhauserstrasse 10-12		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Josef Hefele		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. Alfonso Durán Olivella		

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente Patente de Invención se refiere a una cola en polvo aplicable en caliente, de tipo modificado, así como un procedimiento para su fabricación y a su utilización.

5. La fabricación de colas en polvo de aplicación en caliente, de tipo modificado, mediante la añadidura de productos en polvo para disminuir el punto de fusión y la viscosidad en estado de fusión, procediendo a efectuar dichas añadiduras a poliamidas en polvo, es ya conocida. Ya se han utilizado productos de este tipo para el recubrimiento de entretelas, comprendiendo mezclas de copoliámida en polvo preparada mediante moltura y con un tamaño de grano inferior a 200 μ y mezclando asimismo polvos de productos ablandantes molidos a considerable finura y que consisten en amida del ácido o,p-toluolsulfónico (mezcla comercial de las amidas del ácido o y p-toluolsulfónico) con un tamaño de grano inferior a 20 μ . Estas mezclas de productos pulverulentos contienen de modo general granos gruesos de poliamida junto con granos muy finos de amidas del ácido o,p-toluolsulfónico. La fabricación de estas mezclas de productos granulares que se encuentran en el comercio se lleva a cabo de manera que se muelen dichos productos separados entre sí y después se mezclan mecánicamente. Mediante la añadidura de los productos ablandantes se consigue que se pueda llevar a cabo

el sellado en caliente incluso en condiciones de fijación suaves. La desventaja en la aplicación de estas mezclas consiste en que solamente se puede llevar a cabo de modo práctico por el procedimiento de polvo a presión, porque

5. en el proceso de aspersion los gránulos de poliamida y de producto ablandante quedan dispuestos sobre el soporte principalmente sin contacto entre sí y por lo tanto no pueden influir en la disminución del punto de fusión y de la viscosidad en caliente. Incluso por el procedimiento

10. de polvo a presión su utilización es solamente posible cuando la parte de producto ablandante no es demasiado elevada y no sobrepasa aproximadamente el 10% en peso. En la utilización de proporciones más elevadas de productos ablandantes es difícil evitar la obstrucción progresiva

15. de las cavidades del rodillo grabado. En la fabricación de entretelas de fijación que se deben utilizar para la fijación en cueros y en pieles es sin embargo importante la utilización de proporciones de producto ablandante incluso más elevadas, por lo que en este caso son solamente

20. posibles condiciones de sellado extremadamente suaves, puesto que de lo contrario pueden tener lugar daños en el pelo de las pieles y en los cueros.

Además de las colas de aplicación en caliente del tipo explicado, en las que se encuentran conjuntamente

25. mezclas de productos granulares de poliamidas y de productos ablandantes, se pretendió conseguir en la práctica asimismo colas en polvo de aplicación en caliente en base a poliamidas, en las que se añadió el producto ablandante directamente en la polimerización de la polia

30. mida y después se efectuó la molturación del granulado que contenía ya dicho producto ablandante. Sin embargo,

- los productos de este tipo son muy difíciles o completamente imposibles de moler si el contenido de producto ablandante es elevado. Las colas para aplicación en caliente que se encuentran principalmente en el comercio
5. muestran asimismo el inconveniente que en el sellado en caliente de productos laminares textiles, tales como por ejemplo entretelas de fijación y productos similares, experimentan pérdida de fuerza de adherencia. Usualmente, la adherencia de una entretela textil unida mediante
 10. aplicación en caliente por un método de polvo a presión, con un producto de cubrición, se encuentra después de las primeras 48 horas aproximadamente en las $3/4$ partes de la adherencia inicialmente medida y al efectuar un lavado se observa una nueva disminución de dicho valor
 15. hasta aproximadamente al 50% del valor inicial.

- Es finalidad de la presente Patente el dar a conocer una cola para la aplicación en caliente de tipo modificado y un procedimiento para su fabricación que permita modificar las colas en caliente existentes en el
20. comercio de modo habitual, de manera que las colas en caliente a base de poliamidas puedan recibir cantidades mayores de productos para la reducción del punto de fusión y de la viscosidad en caliente sin que aparezcan dificultades en los recubrimientos mediante polvo a presión. Otra
 25. finalidad de la presente Patente es la de fabricar cola en caliente a base de poliamidas con mayores proporciones de productos reductores del punto de fusión y de la viscosidad en caliente, en forma de polvo, posibilitando el recubrimiento a base de aspersion mediante dichas colas en
 30. polvo para aplicación en caliente. La disminución de la pérdida de adherencia de una unión de sellado en caliente

es otra finalidad de la presente Patente.

Como objeto de esta Patente se puede citar un procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, de tipo modificado, por añadidura

5. de productos de disminución del punto de fusión y de la viscosidad en caliente, en forma de polvo, a una poliamida en polvo, que se caracteriza porque los gránulos de la mezcla, hasta la distribución fundamentalmente molecular homogénea del aditivo, son templados en los gránulos

10. de poliamida.

En el procedimiento de esta Patente se templan a una temperatura por encima de 55°C, pero como máximo 3°C, por encima del punto de fusión inicial de la distribución molecular homogénea óptima, polvo de copoliamida

15. con un punto de fusión inicial entre 80 y 145°C y preferiblemente entre 100 y 135°C, juntamente con un medio aditivo en forma de polvo con un punto de fusión inicial entre 50 y 110°C y preferiblemente entre 55° y 95°C.

La mezcla, que se temple según la invención y

20. que presenta diferentes tamaños de gránulos, comprende de 40 a 97% en peso de polvo de copoliamida y de 3 hasta 60% en peso de aditivo en forma de polvo.

Durante el proceso de templado se difunde en las condiciones de temperatura mencionadas el aditivo

25. en forma granular inicial en el interior de los gránulos de la poliamida y después de transcurrido el proceso de templado, que requiere desde pocas horas hasta algunos días, se consigue un producto final fundamentalmente uniforme en forma de polvo o muy fácilmente reducible a polvo,

30. vo, en el cual cada gránulo tiene casi idéntica constitu

ción y en el que cada uno de los gránulos iniciales existentes de poliamida queda impregnado molecularmente con el aditivo. En comparación con la mezcla inicial, se pueden comprobar por cribado pequeñas o casi nulas diferencias entre las fracciones individuales. Prácticamente no existe proporción alguna de gránulos que se encuentre libre de poliamida. Para una temperatura de tratamiento aproximadamente de 70°C esta condición se alcanza aproximadamente con un tiempo de 70 a 120 horas y para una temperatura aproximadamente de 90°C se consigue con un tiempo de 10 a 18 horas, partiendo de un espectro granulométrico de la poliamida situado entre 50 y 200 μ .

Mientras que los tamaños de grano del medio aditivo utilizado son usualmente pequeños y como promedio los diámetros son menores de 20 μ , los diámetros de gránulo del polvo de poliamida se encuentran normalmente entre 120 y 350 μ .

Otro objeto de esta invención consiste en la cola en polvo aplicable en caliente de tipo modificado, que se ha templado según este procedimiento y que comprende el aditivo con una distribución fundamentalmente molecular homogénea en la poliamida. La cola en polvo para aplicación en caliente de tipo modificado, fabricada según la invención, que es apropiada para el recubrimiento de superficies de cuerpos laminares por los procedimientos de polvo o de aspersión, pero también para el recubrimiento de otros objetos según el proceso de síntesis por turbulencia, pueden en algunos casos recibir también otros aditivos tales como por ejemplo endurecedores, productos de relleno, pigmentos o productos para

conseguir claridad óptica.

- Como productos de reducción del punto de fusión y de la viscosidad en caliente de los aditivos en forma de polvo son apropiados en la operación de temple según la in
5. vención con poliamidas o bien copoliamidas, la amida del ácido o,p-toluolsulfónico (mezcla comercial de amidas del ácido toluolsulfónico o y p, con un punto de fusión inicial aproximadamente de 95°C), cicloexilamida del ácido o,p-toluol sulfónico, cicloexilamida del ácido p-toluolsulfónico, ca-
 10. prolactama, etc. Los productos ablandadores de poliamidas de tipo conocido pueden encontrarse hasta 60% de la mezcla y se deben escoger cuando en primer lugar se debe conseguir una disminución del punto de fusión y de la viscosidad. También se pueden comprender en la mezcla otros medios que alcanzan
 15. distribuciones molecular-homogéneas en la poliamida solo en determinados límites, que reducen el punto de fusión y la viscosidad en fusión, como por ejemplo el diciticloexilester del ácido ftálico y ácidos grasos tales como ácido palmíti co o esteárico, así como sus mezclas tales como estearina o
 20. bien una cera ácida tal como polietileno oxidado o cera mine ral oxidada, en cantidades comprendidas aproximadamente entre 5 y 10% en peso. Estos aditivos últimamente mencionados es tán en condiciones de disminuir de forma especial la reduc ción de la fuerza de adherencia. Los aditivos pueden quedar
 25. comprendidos en la mezcla solos o mezclados entre sí. De ma nera preferible se utilizarán varios de dichos aditivos.

El temple según esta Patente de ambas fraccio nes o partes de productos en polvo, la poliamida y el me dio o aditivo de reducción del punto de fusión y de la

30. viscosidad en caliente, se lleva a cabo preferentemente

por acción de la temperatura en reposo o con movimiento muy reducido, puesto que de esta manera existe muy poco peligro de aglutinación. Mediante una agitación suave con fuerzas cortantes mínimas es posible llevar a cabo

5. el temple en un tubo que gira lentamente, suministrando el producto inicial en el extremo alto o elevado del tubo y retirando el producto final en el otro extremo situado en un punto inferior.

Las copoliamidas que se pueden utilizar según

10. la presente invención, se pueden fabricar por procedimientos conocidos por copolimerización y cocondensación de diaminas, ácidos dicarbónicos, aminoácidos y lactamas. Estos polimerizados comerciales comprenden de modo general para la finalidad antes mencionada una parte de monó
15. meros residuales que han permanecido desde el proceso de fabricación. Principalmente se trata en este caso de caprolactama en cantidades de 5% en peso aproximadamente. En la molturación y cribado se añaden a las copoliamidas comerciales, productos aditivos auxiliares para la moltu
20. ración y cribado basados en sales alcalinas de ácidos grasos en cantidades de 0,01 hasta 0,05% en peso, cuya presencia puede ser útil en el proceso de temple según esta Patente. Al final del proceso de templado de esta Patente puede ser necesario o útil añadir dichas sales alcalinas
25. en cantidades adicionales hasta 1% en peso, especialmente en el caso en que el producto en polvo de poliamidas fabricado tiene un punto de fusión muy pequeño y que se deba prever para el recubrimiento en forma reticular por el procedimiento de polvo a presión.

30. Para llevar a cabo el proceso de templado es

necesario el distribuir el aditivo de modo muy completo en el polvo de poliamida para evitar concentraciones locales demasiado elevadas del aditivo, con lo que se podría fomentar la formación de grumos. Al finalizar el

5. proceso térmico se obtiene un producto pulverulento disgregado o que en todo caso presenta poca adherencia de los gránulos entre sí, el cual por la acción de fuerzas mecánicas débiles se puede disgregar en los gránulos primarios. Las fracciones sinterizadas duras, en pequeña

10. proporción usualmente por abajo del 3% se pueden separar mediante cribado.

Mediante análisis del cribado se comprueba que los gránulos de poliamida han crecido durante el proceso térmico y se desplaza el espectro de diámetros de los

15. gránulos hacia valores más elevados. El crecimiento de los gránulos corresponde aproximadamente a la adición volumétrica correspondiente a la cantidad del aditivo añadido.

El procedimiento de fabricación de esta Patente es sorprendente, puesto que para el técnico era de esperar que en una cola de aplicación en caliente y forma pulverulenta en presencia de componentes ablandantes que reducen el punto de fusión, que se encuentran en una alta proporción, un proceso de templado en las proximidades del punto de fusión debía de llevar a la aglutinación de los componentes y a productos de sinterización con una elevada formación de grumos, que no se podría llevar a la forma pulverulenta deseada en cuanto a la distribución de gránulos. Otro resultado sorprendente del procedimiento de esta Patente consiste en que no aparecen con

20.

25.

30.

las colas en polvo para aplicación en caliente, de tipo modificado, fabricadas según este procedimiento, las dificultades de recubrimiento que usualmente aumentan con el aumento de la proporción de productos ablandantes. Tam

5. poco se podía esperar y es sorprendente, que mediante el proceso de templado de esta Patente, con la colaboración de productos reductores del punto de fusión y de la viscosidad en caliente, se pudiera conseguir una sensible reducción de la disminución de esfuerzo de adherencia.

10. Tal como muestra el ejemplo de realización 1, dicha reducción aparece no solamente después del almacenamiento de los refuerzos sino también del lavado de las prendas de vestir, con lo que experimenta una elevación de la seguridad de adherencia.

15. La cola en polvo aplicable en caliente de tipo modificado fabricada según este procedimiento, se puede utilizar para el recubrimiento de superficies de cuerpos flexibles según el procedimiento de polvo a presión y de aspersion o esparcido. Los cuerpos recubiertos del

20. modo dicho, se unen en caliente bajo la aplicación de presión y temperatura, principalmente cortados a la medida, con otros cuerpos láminares, asimismo en su mayor parte, cortados a medida. Son apropiadas para los procesos llevados a cabo en prensa de fijación, conocidos tam

25. bién como "Fijado", "Reforzado" o bien "Cajeado en caliente" con entretelas de tejido y de género de punto dotadas de recubrimiento, forros, lanas, materiales esponjosos, para conseguir una unión con recubrimientos o materiales superiores de piezas de vestir, con refuerzos pa-

30. ra cuellos de camisa, sombreros, cueros naturales y sin-

- téticos y pieles de recubrimientos de cuero y piel, así como de zapatos, para reforzar fundas de colchón, revestimientos de suelo, cortinas, recubrimientos de pared, etc. De éstos, se han mostrado como especialmente adecuados las entretelas de tejido, géneros de punto y lanas con un punto muy bajo de fusión de la capa de recubrimiento, para la fijación de pieles naturales y sintéticas, puesto que en dichas aplicaciones, para la fijación mediante entretelas recubiertas por un procedimiento de polvo a presión, se debe evitar en primer lugar que ocurran daños en el pelo de las pieles, que es sensible a la temperatura, sin tener que renunciar a los medios de limpieza habituales como percloroetileno a causa de la resistencia al lavado. No se conocen hasta el momento colas en polvo a base de poliamidas, con los puntos de fusión especialmente bajos apropiados y que se puedan aplicar por el procedimiento de polvo a presión y que sean resistentes al lavado. Otra posibilidad de utilización de las colas en polvo modificadas aplicables en caliente consiste en la aplicación del polvo según el método de sinterización por turbulencia.

Los siguientes ejemplos explican la invención.

Las proporciones se indican en peso:

Ejemplo 1

25. Se consigue una buena mezcla a base de:
- | | |
|---------------|--|
| 850 partes de | Polvo de copoliamida 6/6, 6/12. |
| 50 partes | Polvo de dicitcloexilester del ácido ftálico |
| 100 partes | Polvo de amida del ácido o,p-toluolsulfónico |
- Ambos aditivos finamente molidos constituidos por
30. el dicitcloexilester del ácido ftálico y la amida del ácido

	Superior a 250 , u	2,5%
	180-250 , u	27,0%
	125-180 , u	32,0%
	90-125 , u	34,0%
5.	60 - 90 , u	4,0%
	Inferior a 60 , u	0,5%

Punto de fusión: aproximadamente 108°C

Resumen de viscosidades
en fusión:

	a 110°C	200.000 Poise
10.	a 120°C	90.000 Poise
	a 130°C	32.000 Poise
	a 140°C	17.500 Poise

Viscosidad en fusión de la fracción según granulometría:

	Superior a 180 , u a 130°C	33.000 Poise
15.	a 140°C	18.000 Poise
	Por debajo de 90 , u a 130°C	26.000 Poise
	a 140°C	16.000 Poise

El producto en polvo se mezcla intensamente con 0,05% de estearato magnésico. El producto resultante de mezcla, discurre muy fácilmente y se aplica mediante una rejilla de 11 mesh sobre un refuerzo textil de celulosa-algodón, de aproximadamente 110 g/m², de manera puntual, por el procedimiento de polvo a presión. La cantidad transferida fue aproximadamente de 21 g/m². Paralela^{25.} mente se depositó la misma cantidad de producto de recubrimiento en polvo de copoliámidas puro sin aditivos, sobre las mismas entretelas.

En un recubrimiento de lana se miden después de un prensado a 165°C de la placa superior, 100°C de la placa inferior y 15 segundos de tiempo de fijación^{30.}

así como 300 p/cm², los siguientes valores de adherencia y pérdida de adherencia:

Adherencia:

	p/5 cm después de 30 minutos	Pérdida después de 48 horas	Pérdida después de 1 lavado
5. Polvo de <u>co</u> poliamida puro 6/6, 6/12	3.000	- 23%	- 51%
Polvo <u>sin</u> terizado	3.500	0%	- 35%

10.

No aparecen dificultades de recubrimiento con el polvo sinterizado.

Ejemplo 2

Se consigue una buena mezcla a partir de:

15. 300 partes Polvo de copoliamida 6/6, 6/12
 30 partes Polvo de caprolactama
 280 partes Polvo de amida del ácido o,p-toluolsulfónico.

Ambos aditivos finamente molidos a base de caprolactama y amida del ácido o,p-toluolsulfónico poseen

20. una dimensión promedia de grano inferior a 20 μ y el polvo de copoliamida tiene las siguientes propiedades:

Contenido de monómero: aprox. 30% de laurilactama
 aprox. 40% de caprolactama
 aprox. 30% de hexametildiamoniadipato

25. Distribución granulométrica:

Superior a 250 μ	0,5%
180-250 μ	9,0%
125-180 μ	29,0%
90-125 μ	38,5%
30. 60 - 90 μ	14,0%
Inferior a 60 μ	9,0%

Punto de fusión: aproximadamente 116°C

Viscosidad en fusión: 120°C 140.000 Poise
 130°C 42.000 Poise
 140°C 18.000 Poise

5. La mezcla se temple en un saco de plástico en reposo aproximadamente durante 80 horas a 68°C y finalmente se deja enfriar. Después de tres días la mezcla templada posee estructura cristalina y se disgrega con un suave frotamiento entre las manos, reduciéndose a
10. polvo. El producto templado se criba mediante una criba de cepillos de 300 μ . Permanece aproximadamente 1% de residuos sinterizados en la criba. El análisis del producto cribado en polvo muestra la siguiente distribución granulométrica:

15.	Superior a 250 μ	5,0%
	180-250 μ	34,5%
	125-180 μ	33,0%
	90-125 μ	22,0%
	60 - 90 μ	5,0%
20.	Inferior a 60 μ	0,5%

Punto de fusión: aproximadamente 66°C

Resumen de viscosidades en fusión: a 70°C 35.000 Poise
 a 80°C 9.000 Poise
 a 90°C 4.000 Poise
25. a 100°C 2.000 Poise

Viscosidad de la fracción granulométrica:

Superior 180 μ a 180°C 10.000 Poise
Inferior 90 μ a 180°C 6.000 Poise

- El polvo se mezcló intensamente con 0,2% de
30. estearato magnésico y se aplicó mediante una rejilla de

mesh 11 sobre una entretela textil de algodón-tejido celular con un peso aproximado de 80 g/m^2 , de forma puntual según el procedimiento de polvo a presión. La transferencia de peso fue aproximadamente de 25 g/m^2 .

5. La entretela recubierta se utilizó para el refuerzo en caliente de pieles y cueros. La temperatura que actuó sobre los puntos de la cola en el proceso de distribución fue aproximadamente de 85°C . El encolado es resistente al lavado mediante percloroetileno y resiste al lavado a 30°C .

Todo cuanto no afecte, altere, cambie o modifique la esencia del procedimiento descrito, será variable a los efectos de la actual Patente.

N O T A.

15. Se reivindica como objeto de esta Patente de Invención:

- 1.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, de tipo modificado, mediante adición de productos para la disminución del punto de fusión y de la viscosidad en fusión, en forma de polvo, a poliamida pulverulenta, caracterizado porque los gránulos de la mezcla se obtienen por templado del aditivo en los gránulos de poliamida hasta una distribución principalmente molecular homogénea.
25. 2.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, según la reivindicación 1, caracterizado porque se procede al templado de copoliamida en polvo con un punto de fusión inicial entre 80 y 145°C y preferiblemente entre 100 y 135°C juntamente
30. con aditivo en polvo que tiene un punto de fusión inicial

entre 50 y 110°C y preferentemente entre 55 y 95°C a una temperatura superior a 55°C que, sin embargo, es como máximo 3°C superior al inicio de fusión de la distribución óptima molecular homogénea.

5. 3.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por proceder al temple de gránulos de mezcla de 40 a 97% en peso de polvo de copoliámidas y 3 a 60% en peso de aditivo en forma de polvo.
10. 4.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el templado de polvo de copoliámidas con añadidura de la amida del ácido o,p-toluolsulfónico en polvo, ciclohexilamida del ácido o,p-toluolsulfónico, ciclohexilamida del ácido p-toluolsulfónico, polietileno oxidado, cera mineral oxidada, caprolactama, dicitclohexilester del ácido ftálico y/o ácidos grasos.
20. 5.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el templado de la mezcla de polvo de copoliámidas y aditivos en polvo se lleva a cabo en reposo.
25. 6.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la mezcla de polvo de copoliámidas se temple con aditivos en polvo con movimiento ligero y casi sin esfuerzos cortantes.
30. 7.- Procedimiento para la fabricación de colas en polvo para aplicación en caliente, según las reivindi

caciones 1 a 6, caracterizado porque la mezcla de polvo de copoliámidas y aditivos en polvo se temple en un tubo ligeramente inclinado giratorio lentamente; en cuyo extremo superior se suministra la mezcla inicial y en cuyo extremo inferior se retira el producto acabado.

Sean cuales fueren las circunstancias que concurran en la esencialidad de la Patente de Invención, de finida en las anteriores reivindicaciones, cuyo objeto es:


10. 8.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE COLAS EN POLVO PARA APLICACION EN CALIENTE".

Consta la presente memoria de diecisiete hojas foliadas, mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona, 28 JUL. 1976

P.A. de KUFNER TEXTILWERKE KG,

ALFONSO DURAN
p. p.



Edo.: Luis Durán Benejam

JR/ga.