

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

20 DIC 1978  
Concedida en el Registro de acuerdo  
con los datos que figuran en el  
formulario de solicitud y según el  
contenido de la memoria adjunta.

NÚMERO	469031	10 A1
FECHA DE PRESENTACION	21 ABR. 1978	

**PATENTE DE INVENCION**

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 77.12160	22 de abril de 1.977	Francia.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C08F, B04F	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UN AGLUTINANTE PARA LA PRODUCCION DE REVESTIMIENTOS DE SUELOS AGUJETEADOS.
--

71 SOLICITANTE (S) RHONE-POULENC INDUSTRIES.
---

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 22, avenue Montaigne, 75-Paris (8ème), Francia.
--

72 INVENTOR (ES) Jean-Claude DANIEL, Ing. Jacques GROSSOLEIL, Ing. Robert ROULLET, Ing.
--

73 TITULAR (ES)
-----------------

74 REPRESENTANTE Don José Miguel Gómez-Acebo Pombo.
--

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de un aglutinante a base de un latex acuoso de un polímero sintético, útil para la fabricación de revestimientos de suelo agujeteados.

5. El consumo de latex acuoso de polímeros sintéticos como aglutinantes de fibras textiles para la fabricación de revestimientos de suelo agujeteados aumenta como consecuencia del empleo cada vez más frecuente de los revestimientos de uso doméstico tales como los revestimientos de suelos y de paredes interiores, suelos exteriores, suelos de automóviles y otros.

10. La diversidad de tipos de revestimientos de suelo agujeteados (planos, verticales ensortijados, verticales cortados), de procedimientos de ligazón (impregnación en pleno baño, impregnación controlada del reverso, pulverización, etc.), de fibras utilizadas (lana, polipropileno, poliamidas, poliésteres, polímeros acrílicos) obligan a los fabricantes de latex sintéticos, utilizables como aglutinantes, a prever una gama cada vez más extensa de latex.

15. La necesidad de mantener la resistencia al desgaste de los revestimientos de suelo agujeteados, que por razones económicas, comprenden cada vez menos fibras, conducen al empleo, como aglutinantes, de latex de calidad siempre mejorada.

20. Los aglutinantes según la invención son a base de un latex acuoso de un polímero sintético cuya proporción en compuestos hidrosolubles disueltos en la fase acuosa es inferior al 0,5 %, en peso con respecto al polímero.

25. Los compuestos hidrosolubles comprenden en esencia sales constituidas, por ejemplo, por residuos catalíticos, agentes tensoactivos, y compuestos macromoleculares tales, como por ejemplo, compuestos carboxilados.

30.

5. La entidad solicitante ha encontrado en efecto a igualdad de cosas, una proporción suficientemente débil del latex en compuestos hidrosolubles disueltos en la fase acuosa conduce a revestimiento de suelo agujeteados que presentan una resistencia al desgaste mejorada.

10. Como polímeros sintéticos utilizables en forma de latex según la invención se pueden citar los copolímeros de butadieno y de estireno, los copolímeros de butadieno y de estireno carboxilados, los copolímeros de estireno y de acrilato de alquilo, los copolímeros de estireno y de acrilato de alquilo carboxilados, los copolímeros de acetato de vinilo y de acrilato de alquilo, los copolímeros de acetato de vinilo y de acrilato de alquilo carboxilados, los copolímeros de cloruro de vinilo y de acrilato de alquilo, los copolímeros de cloruro de vinilo y de acrilato de alquilo carboxilados, los copolímeros de cloruro de vinilo y de cloruro de vinilideno, los copolímeros de cloruro de vinilo y de cloruro de vinilideno carboxilados.

20. La evaluación de la proporción del latex en compuestos hidrosolubles disueltos en la fase acuosa se realiza con ayuda del método descrito a continuación que utiliza las propiedades de las membranas semipermeables de umbral de corte elevado que dejan pasar los compuestos de poca masa molecular y, eventualmente, los compuestos macromoleculares carboxilados y retienen las partículas de polímero:

25. Se somete el latex a examinar, de proporción ponderal en materia seca conocida  $t_1$ , expresada en porcentaje, a una operación de ultrafiltración por paso a través de un módulo de ultrafiltración de laboratorio provisto de una membrana semi-permeable comercializada por la entidad solicitante con

30.

la denominación de "Iris 3.538". Se determina la proporción ponderal en materia seca de la primera gota de permeato recogida  $t_p$ , expresada en porcentaje, que igual a la de la fase acuosa del latex.

5. La proporción del latex en compuestos hidrosolubles disueltos en la fase acuosa  $t_s$ , expresada en porcentaje, en peso con respecto al polímero, es dada por la fórmula:

$$t_s = \frac{t_p (100 - t_1)}{t_1}$$

10.

La obtención de un latex utilizable como aglutinante según la invención se realiza generalmente a partir de un latex de un polímero sintético conocido, para utilizarse como ligazón de revestimientos de sueños agujeteados y preparado por cualquier procedimiento conocido de por sí de polimerización en emulsión acuosa, eliminando de este último una cantidad suficiente de los compuestos hidrosolubles. Esta eliminación puede realizarse, por ejemplo, por ultrafiltración a través de una membrana semi-permeable. Durante la ultrafiltración, los compuestos disueltos en la fase acuosa pasan a través de la membrana en el permeato mientras que se producen una desorción y una eliminación progresivas de los compuestos hidrosolubles adsorbidos en la superficie de las partículas del latex. La operación de ultrafiltración puede efectuarse en una instalación clásica tal como la que se encuentra en la industria.

15.

20.

25.

Dicha instalación se representa en la figura anexa única que es una vista en sección vertical. Comprende en esencia un receptáculo 1 que contiene el latex a tratar, un receptáculo 2 que contiene agua desionizada, un ultrafiltro 3

30.

- y una bomba 4. El receptáculo 2 está por encima del receptáculo 1 y asegura la alimentación de agua desionizada de este último a través de la conducción 5 y la válvula automática 6, accionada por medio del flotador 7, asegura el mantenimiento a nivel constante del baño contenido en el receptáculo 1. La bomba 4 asegura el deslizamiento del latex a través de la conducción 8 hacia el ultrafiltro 3. Por mediación de la conducción 9 en la que se monta el caudalómetro 10, el concentrado suministrado por el ultrafiltro 3 es reciclado al receptáculo 1. Un serpentín 11 de circulación de fluido intercambiador de calor sumergido en el latex contenido en el receptáculo 1 permite asegurar así su mantenimiento a temperatura constante. La conducción 12 sirve para la puesta en régimen de la instalación.
5. Este instalación comprende igualmente las válvulas de parada 13, 14, 15, 16 y 17 y los manómetros 18 y 19.
10. La puesta en régimen de la instalación y el desarrollo del procedimiento se efectúan como sigue: estando la válvula 14 cerrada y abierta la válvula 13, se pone en marcha la bomba 4 y después se abren las válvulas 14 y 15 y se cierra la válvula 13. Por aproximaciones sucesivas se regula la apertura de las válvulas 14 y 15 de modo a conseguir el caudal de latex deseado a la presión deseada, representando la diferencia de las presiones indicadas por las membranas 18 y 19, la pérdida de carga en el ultrafiltro 3.
15. Para una buena puesta en práctica de la técnica de ultrafiltración es ventajoso, según la invención, respetar las siguientes condiciones:
20. - la membrana semi-permeable debe tener un umbral de corte elevado, generalmente comprendido entre 5.000 y
- 25.
- 30.

100.000, expresado en valor de la masa molecular de proteínas patrones en medio tamponado neutro,

5. - la velocidad de paso del latex sobre la membrana debe ser superior a 0,5 m/s y preferentemente comprendida entre 1 y 2 m/s para evitar el estancamiento de éste, limitando a la vez la pérdida de carga en el ultrafiltro y la cortadura a la que está sometido el latex,

10. - la diferencia de las presiones reinantes a cada lado de la membrana debe estar comprendida entre 0,1 y 6 bares y preferentemente entre 1,5 y 3 bares,

- la temperatura del latex debe estar comprendida entre 0 y 100°C y preferentemente entre 0 y 50°C,

15. - el caudal de permeato disminuye cuando la proporción ponderal del latex en materia seca aumenta, por lo que se prefiere realizar la ultrafiltración con una proporción ponderal sensiblemente constante y generalmente comprendida entre 5 y 70 % y preferentemente entre 45 y 55 %, eventualmente tras la dilución en el caso en particular en que la viscosidad del latex sea muy elevada,

20. - la parada de la instalación debe ser seguida de un ciclo de enjuagado con agua pura suficiente para evitar el estancamiento irreversible y por ende la destrucción de la membrana.

25. En el caso en que el latex presente una estabilidad mecánica insuficiente para soportar el tratamiento de ultrafiltración sin dar lugar a la formación de aglomerados, se puede operar llevando previamente el latex a un pH alcalino de valor comprendido generalmente entre 7,5 y 9,5. Al final de la ultrafiltración, el latex puede ser

30. concentrado; si ello se necesita, hasta una proporción en

materia seca conveniente para la utilización prevista.

Los ejemplos que siguen son destinados a ilustrar la invención.

EJEMPLOS 1 y 2

5. El ejemplo 1 está dado a título comparativo y el ejemplo 2 es dado según la invención.

10. Por medio de un aglutinante, se realiza la impregnación total de un tapiz agujeteado que comprende una capa superficial de polipropileno y una sub-capa de desechos de gorrería. El tapiz es a continuación fulardado a una presión de 5 kg/cm<sup>2</sup> y después secado en un horno tunel a la temperatura de 130°C durante 10 minutos.

15. El tapiz así tratado es examinado desde el punto de vista de resistencia al desgaste con ayuda de los tres ensayos siguientes:

20. Ensayo de escritura: Se efectúa un rayado en el derecho de una muestra del tapiz por medio de un objeto metálico que deja una traza más o menos blanca. Visualmente se aprecia la importancia de esta traza por comparación con una gama patrón de muestras. Los resultados son expresados por una nota que vá de 1 a 10, siendo la nota tanto más elevada cuanto menos marcado es la muestra por el rayado.

25. Ensayo de blancura: Se somete la capa de desgaste de una muestra del tapiz a un martilleo repetido y normalizado que deja un efecto de lustrado y de blancura más o menos pronunciado. El martilleo se realiza por medio de un aparato conocido comercialmente con la denominación de "British Tetrapod Walker" (BTW). Este aparato está compuesto esencialmente por un cilindro giratorio hueco en cuya superficie interior se aplica la muestra a examinar y en cuyo interior se coloca, en estado

30.

5. libre, un martillo que comprende cuatro masas percutoras en forma de bola dispuestas en el vértice de un tetraedro regular. Visualmente se aprecia la importancia del efecto obtenido después de un número de ciclos efectuados por el cilindro, en el presente caso  $10^5$  ciclos, por comparación con una gama patrón de muestras. Los resultados se expresan por una nota que vá de 1 a 10, siendo esta nota tanto más elevada cuanto menos acentuado es el martilleo en la muestra.

10. Ensayo "Lisson": Se somete la capa de desgaste de una muestra del tapiz a la abrasión provocada por un marchador mecánico conocido industrialmente con la denominación de "torno de pedales de Lisson". Este aparato está compuesto esencialmente por un torno provisto en su periferia de cuatro calzos recubiertos por una plantilla de caucho de perfil normalizado

15. denominado "Wellen", cargados en el presente caso por un peso total de 13 kg., bajo cuya acción las fibras dispuestas en la superficie se enmarañan más o menos. El torno al girar efectúa un movimiento de vaiven de una extremidad a la otra de la muestra, realizando así un ciclo a cada ida y vuelta. Visualmente se aprecia la importancia del enmarañado después de un

20. número de ciclos dado, en el presente caso 200 ciclos, por comparación con una gama patrón de muestras. Los resultados están expresados por una nota que vá de 1 a 10, siendo la nota tanto más elevada cuanto menor es el enmarañado.

25. Respectivamente se utilizan como aglutinantes en los ejemplos 1 y 2 latex acuosos A y B de copolímero de butadieno y de estireno carboxilado que contienen en peso 43 % de butadieno, 53 % de estireno y 4 % de ácidos carboxílicos etilénicos.

30. La proporción del latex en compuestos hidrosolubles

dispuestos en la fase acuosa, en peso con respecto al polímero es de 4,7 % para el latex A y de 0,3 % para el latex B.

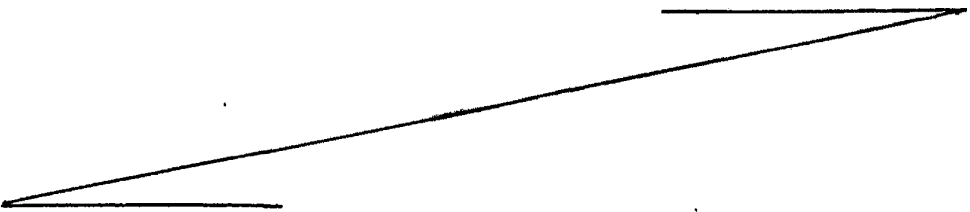
5. El latex B ha sido obtenido a partir del latex A, al 50 % en peso de materia seca, haciendo sufrir a este último el tratamiento de ultrafiltración explicado a continuación.

10. La ultrafiltración se realiza en una instalación que pone de manifiesto una superficie de ultrafiltración de 0,7 m<sup>2</sup>, equipada con una membrana cuyo umbral de corte es de 20.000, comercializada por la entidad solicitante con la denominación de "Iris 3.538", y alimentada por una bomba que puede proporcionar 6 m<sup>3</sup>/h a una presión de 3 bares. Durante la ultrafiltración, la proporción del latex en materia seca es mantenida constante por medio de agua desionizada.

15. La duración de ultrafiltración es de 12 horas. Después del vaciado, la instalación es abundantemente enjuagada con agua. Se comprueba que el estancamiento de la membrana es nulo.

20. Los latex A y B son llevados a un pH de 9 mediante adición de amoníaco, adicionados de un 0,4 % en peso, con respecto al copolímero, del alquilarilsulfonato de sosa, agente emulsificante cuya misión es mejorar la humectabilidad de las fibras del tapiz, y diluidos con agua desionizada hasta una proporción ponderal en materia seca del 20 %.

25. El cuadro siguiente indica los resultados obtenidos para cada ejemplo. Igualmente indica el peso de aglutinante depositado.



	Ejemplo 1	Ejemplo 2
5.		
Peso de aglutinante depositado		
- en g/m <sup>2</sup>	130 ± 9	120 ± 12
- en % con respecto a la muestra	20 ± 1	19 ± 2
Ensayo de escritura	6	7,5
Ensayo de blancura	4,5	7,5
10.		
Ensayo "Lisson"	7,5	8,5

15. Se observa claramente que el latex B utilizado como aglutinante según la invención conduce a un tapiz agujeteado que presentan mejores propiedades que el impregnado por medio del latex A.

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento de obtención de un aglutinante para la producción de revestimientos de suelos agujeteados, caracterizado porque comprende las etapas de eliminar de un latex acuoso del polímero sintético, preparado por polimerización en emulsión acuosa, una cantidad suficiente de los compuestos hidrosolubles por ultrafiltración a través de una membrana semi-permeable; y mantener la proporción ponderal del latex en materia seca entre 5 y 70 % y preferentemente entre 45 y 55 % mediante adición de agua desionizada.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la ultrafiltración se realiza con una proporción ponderal del latex en materia seca sensiblemente constante.

15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción del latex en compuestos hidrosolubles disueltos en la fase acuosa es inferior al 0,5% en peso, con respecto al polímero.

20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el polímero se elige del grupo formado por los copolímeros de butadieno y de estireno, los copolímeros de butadieno y de estireno carboxilados, los copolímeros de estireno y de acrilato de alquilo, los copolímeros de estireno y de acrilato de alquilo carboxilados, los copolímeros de acetato de vinilo y de acrilato de alquilo, los copolímeros de acetato de vinilo y de acrilato de alquilo carboxilados, los copolímeros de cloruro de vinilo y de acrilato de alquilo, los copolímeros de cloruro de vinilo y de acrilato de alquilo carboxilados, los copolímeros de

25.

30.

cloruro de vinilo y de cloruro de vinilideno carboxilados.

5. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la membrana tiene un umbral de corte comprendido entre 5.000 y 100.000, expresado en valor de la masa molecular de proteínas patrones en medio tamponado neutro.

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque al final de la ultrafiltración, el latex se concentra hasta una proporción en materia seca conveniente para la utilización prevista.

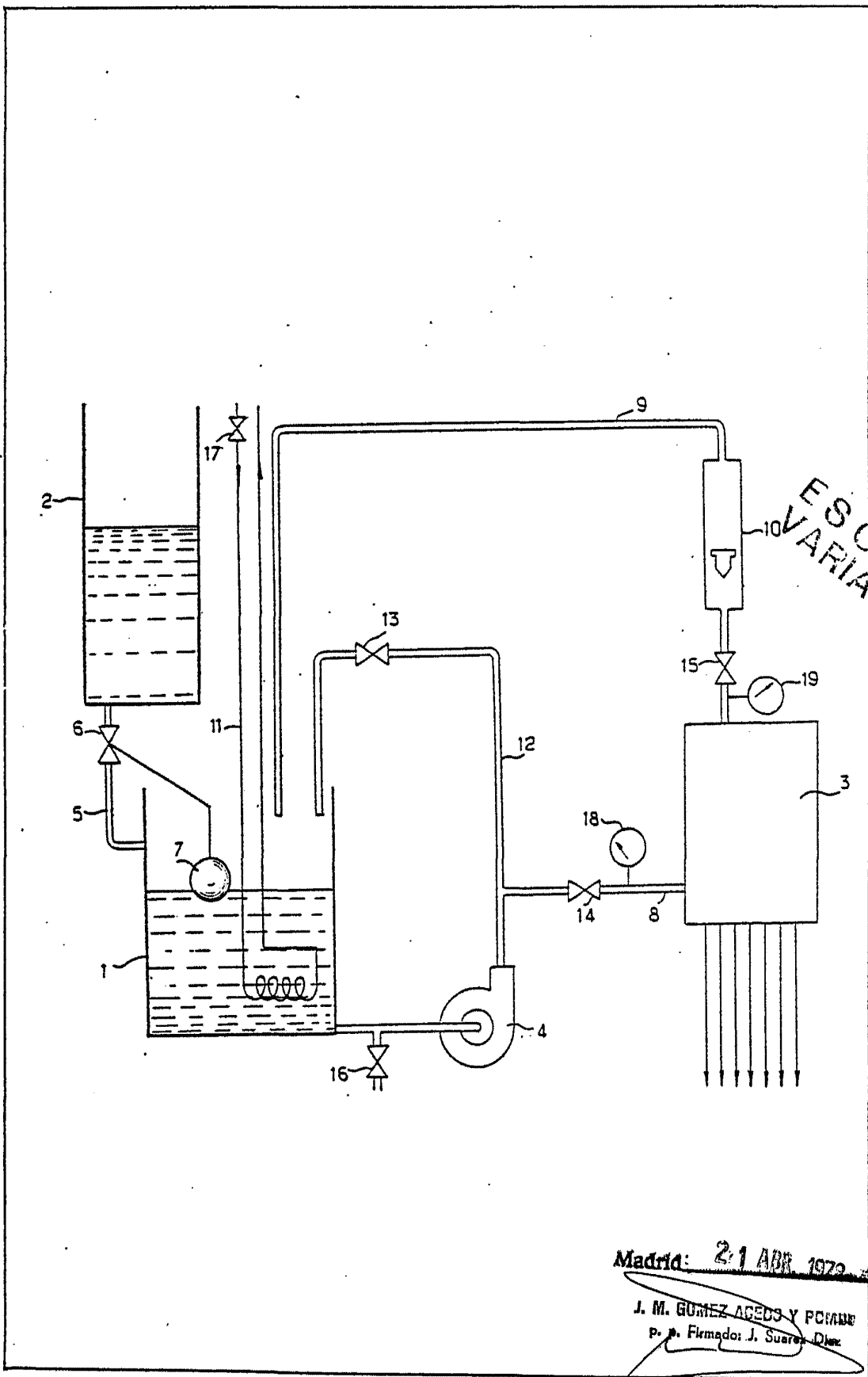
10. 7.- Procedimiento de obtención de un aglutinante para la producción de revestimientos de suelos agujeteados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

15. Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 ABR. 1978

RHONESPULENC INDUSTRIES.

J. M. GOMEZ ACEBO Y CAÑAS  
P. P. Firmados: J. Suarez Diaz



Madrid: 21 ABR 1972

J. M. GOMEZ AGEDO Y CIA S.A.  
P. P. Firmado: J. Suarez Diaz