



259688

IX/Pat.Abt/Ne 9001

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

PATENTE DE INVENCION.

formulada el 15 de Julio de 1.960, con el núm. 259.688

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de CONSORTIUM FÜR ELEKTROCHEMISCHE INDUSTRIE G.
m.b.H., entidad alemana, establecida en Zielstattstrasse
20, Munich, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DISPERSIONES FINA-
MENTE DISEMBUIDAS".

5 Por la copia de la Memoria de la patente alema-
na nro 1.046.314 es conocido un procedimiento para la ob-
tención de dispersiones finamente dispersas, estables me-
cánicamente y compatibles con pigmentos, con un contenido
de materia sólida de hasta 60% y que incluso a temperatu-
ras inferiores a 20° C. se secan formando películas claras
como el vidrio, muy elásticas y resistentes a la abrasión
en húmedo. Según este procedimiento, la polimerización en

259688



emulsión del vinilacetato se realiza junto con ésteres del ácido málico, especialmente con dibutilmaleato, en presencia de una combinación de emulgentes, consistente en alcohol polivinílico con un coeficiente de saponificación de 0 - 200, alcoholes grasos C_{14} a C_{18} parcialmente oxietilados y sulfonatos de alcoholes grasos C_{12} a C_{18} . Preferentemente se emplean el alcohol polivinílico y los alcoholes grasos en cantidades de 0,3 a 1,0% cada uno de ellos, y los sulfonatos, en cantidades de 0,05 a 0,5%.

Ante la natural sorpresa se ha descubierto ahora, que en preparaciones mayores, se pueden mejorar todavía más la estabilidad mecánica de las dispersiones polímeras y sus cualidades de viscosidad, así como la resistencia a la abrasión en húmedo de las películas fabricadas a partir de ellas, si la polimerización se lleva a cabo en presencia de sales ácidas del ácido sulfuroso y, dado el caso, agregando sustancias apropiadas que fijen los iones metálicos polivalentes.

Como sales ácidas del ácido sulfuroso se emplean preferiblemente bisulfito sódico o alternativamente el compuesto de adición bisulfito sódico-formaldehído. La cantidad preferente asciende a 0,05 - 0,1% en peso, con relación a la dispersión total.

Los iones metálicos polivalentes perjudiciales, son p.e. los del aluminio y del hierro. Como adiciones fijadoras de los iones metálicos, son apropiados p. e. el ácido acético, un éster parcial del ácido fosfórico del aceite de coco, tal como puede ser adquirido bajo el nombre comercial de "D E W 54" y la carboxietilcelulosa, adquirible en el mercado bajo el nombre de "Phrikolat".

259688



Estas adiciones se emplean en cantidades de 0,001 - 1,0% en peso, con relación a la dispersión total.

El efecto de estas adiciones se desprende de los ejemplos siguientes:

5 Ejemplo 1.-

La proporción de las diversas sustancias, a excepción de la adición del bisulfito sódico, corresponde a la preparación de acuerdo con el Ejemplo 1 de la Memoria de la patente alemana nro 1.046,314. Ahora bien, la poli-
10 merización no se llevó a cabo en un matraz de 2 l, sino en una caldero V2A de 2 t. El baño tenía la composición siguiente:

	0,5	partes en peso de	alcohol polivinílico con un	
			coeficiente de saponificación	
15			de alrededor de 140	
	0,33	" " " "	una mezcla de cetilsulfato só-	
			dico y estearilsulfato sódico	
			en la proporción de 1 : 1, ob-	
20			tenible bajo el nombre comer-	
			cial de "Lanette B"	
	0,75	" " " "	una mezcla técnica de alcoh-	
			les C ₁₄ - C ₁₈ parcialmente oxi-	
			etilados, es decir, productos	
25			de condensación de alcohol gra-	
			so y óxido etilénico, que se	
			encuentran en el mercado bajo	
			el nombre protegido de "Emul-	
			gin O 10"	
	48,7	" " " "	agua	
30	35,0	" " " "	vinilacetato	



259688

15,0	partes en peso de	dibutilmaleato
0,2	" " " "	t-butilhidroperóxido al 100%
0,2	" " " "	Rongalit C
0,05	" " " "	bisulfito sódico.

5 Mediante la adición de amoniaco se reguló un valor pH de 5,1. La viscosidad de la emulsión de polímero a 20°, medida en el viscosímetro de Epprecht, sistema de medición 3, soporte 2, MM 3 MB 3, fué de 1900 cPs.

10 La estabilidad de la dispersión polímera obtenida, está mejorada sustancialmente frente a la de una preparación sin adición de bisulfito sódico, y las películas pigmentadas fabricadas a partir de ella, no presentan apenas deterioro al cabo de 8 horas de abrasión en húmedo para una pigmentación en una proporción de resina/pigmento

15 de 1 : 2; para una pigmentación de 1 : 4, tan sólo un pequeño punto perforado por abrasión, mientras que en películas de la misma emulsión, sin bisulfito, y para una pigmentación de 1 : 2, comienza ya la destrucción después de 8 horas y para una pigmentación de 1 : 4, está la película

20 ya destruída al cabo de este tiempo.

La abrasión en húmedo se realizó en la misma instalación que fué descrita en la patente citada más arriba, La única diferencia consistió en que, en vez de durante 1 hora, se frotó durante 8 horas con alrededor de 55.000

25 carreras.

Las propiedades de las dispersiones obtenidas con distintas adiciones de bisulfito sódico, en función del contenido de bisulfito sódico, pueden verse en la Tabla siguiente:



250680

Bisulfito sódico en % en peso

Propiedades	0	0,06	0,2
Dispersión: Viscosidad en cPs	1700	1900	2000
Prueba de sedimentación en cm ³	0,015	0,015	0,01
Películas: Absorción de agua al cabo de 1 hora, en mg/cm ²	2,0	1,8	4,3
al cabo de 24 horas en mg/cm ²	12,0	10,0	22,7
Pérdida de peso después de almacenado en agua durante 24 horas, en %	1,1	1,2	1,6
Abrasión en húmedo al cabo de 1 hora	3	3	3
Temperatura de opacidad en °C.	7	7-8	10-12

Esta relación demuestra que la pequeña cantidad de 0,05% de bisulfito sódico, que trae ya consigo una mejora sustancial de la estabilidad, no modifica las propiedades restantes, mientras que una cantidad mayor de bisulfito sódico (véase la última columna de la Tabla), sí que empeora sustancialmente algunas propiedades.

Ejemplo 2.-

Se emplea la misma preparación que en el Ejemplo 1, si bien en lugar de bisulfito sódico, se emplea bisulfito sódico-formaldehído en cantidades de 0,1 y 0,3% respectivamente.

La mejora de la estabilización correspondió a la



259688

de la dispersión con adiciones de bisulfito sódico. Algunas otras propiedades de la dispersión en función del contenido del compuesto de adición $\text{NaHSO}_3 \cdot \text{CH}_2\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, pueden verse en la Tabla siguiente:

Propiedades		$\text{NaHSO}_3 \cdot \text{CH}_2\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	
		0,1%	0,3%
Dispersión:	Viscosidad en cPs	1700	1400
	Prueba de sedimentación en cm^3	0,015	0,05
Películas:	Absorción de agua al cabo de 1 hora en mg/cm^2	2,8	4,6
	al cabo de 24 horas en mg/cm^2	16,4	29,1
	Pérdida de peso al cabo de 24 horas de almacenaje en agua, en %	1,0	1,3
	Abrasión en húmedo al cabo de 1 hora	3	3 +
	Temperatura de opacidad en $^{\circ}\text{C}$.	5-6	5-6

5 Ejemplo 3.-

Se polimeriza la preparación descrita en el Ejemplo 1, pero se agregan 0,001 partes de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, para demostrar la influencia perjudicial de iones metálicos polivalentes. La viscosidad, medida como en el Ejemplo 1, asciende tan sólo a 1050 cPs.

10 Ejemplo 4.-

Como en el Ejemplo 3, + 0,15 partes de ácido acético.

Viscosidad: 1800 cPs.



259688

Ejemplo 5.-

Como en el Ejemplo 3, + 1,005 partes de "Phrikolat".

Viscosidad: 2400 cPs.

5 Ejemplo 6.-

Como en el ejemplo 3, + 0,01 partes de "DMW 54".

Viscosidad: 2200 cPs

Esta solicitud corresponde a la presentada en Alemania, el 4 de Agosto de 1.959, bajo el núm. C 19.550
10 IVb/39c, y se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Inven-
15 ción en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para la obtención de dispersiones finamente distribuidas, estables mecánicamente y compatibles con pigmentos, con un contenido de materia
20 sólida de hasta 60% y que, incluso a temperaturas inferiores a 20° C. se secan formando películas claras como el vidrio, muy elásticas y resistentes a la abrasión en húmedo, mediante polimerización en emulsión de vinilacetato junto con ésteres del ácido maléico, especialmente



259688

con maleato dibutílico, caracterizado por emplearse una combinación de emulgentes, consistente en alcohol polivinílico con un coeficiente de saponificación de 0 a 200, alcoholes grasos C_{14} a C_{18} parcialmente etoxilados y sulfonatos de alcoholes grasos C_{12} a C_{18} , realizándose la
5 polimerización en presencia de sales ácidas del ácido sulfuroso.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que las sales se emplean en
10 cantidades de 0,05 - 0,1 % en peso, con relación a la dispersión total.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por agregarse sustancias fijadoras de iones metálicos polivalentes, en sí conocidas.
15

4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado por que las sustancias fijadoras de los iones metálicos, se agregan en cantidades de 0,001 - 1,0% en peso, con relación a la dispersión total.

5.- Un procedimiento para la obtención de dispersiones finamente distribuidas.
20

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de 8 hojas escritas por una
25 sola de sus caras.

Madrid,

P.A.

[Faint signature]

SVCE