

Ch/M



301181

301181

memoria descriptiva

CLASE DE
REGISTRO

Una Patente de Invención por veinte años en España

NOMBRE Y
NACIONA-
LIDAD DEL
SOLICITANTE

La r.e. LEDOGA S.p.A.
(sociedad italiana)

RESIDENCIA
Y DOMICILIO

Milán (Italia)
Via Roberto Lepetit, 8

OBJETO

" PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PELICULAS TRANSPAREN-
TES SOLUBLES EN AGUA DE DEXTRINA Y ALCOHOL DE POLIVINILO "

INVENTORES

Luciano Nobile, y Carlos Tesei, ambos de nacionalidad
italiana.

PRIORIDAD

Solicitud Patente italiana N° 12.749/63 del 20 de Junio
de 1.963.



301181

- 1 -

1
5
El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de películas transparentes solubles en agua de dextrina y alcohol de polivinilo para el uso en el empaquetado de productos previamente pesados o para otros usos especiales industriales e higiénicos en lavanderías y varias comunidades.

10
15
Es conocido que las películas de alcohol de polivinilo poseen la propiedad de ser solubles en agua a varias temperaturas, de acuerdo con el grado de hidrólisis y viscosidad del producto usado. También es conocido que, tanto las dextrinas blancas, como las amarillas dan películas solubles en agua que, sin embargo, no poseen suficiente resistencia mecánica, no son claras y por ello solamente se usan para cubrir papel o telas.

20
25
También es conocido que algunos tipos de dextrinas amarillas son compatibles en ciertas proporciones con algunos tipos de alcoholes de polivinilo a condición de que la concentración de sólidos totales se mantengan por debajo de 15%. Sin embargo, las películas resultantes no son muy resistentes (si se usa dextrina en grandes cantidades) porque la degradación del almidón, del que se obtiene la dextrina, es demasiado exagerada, y además esta última es amarilla. Incluso las dextrinas blancas son compatibles con alcohol de polivinilo, pero esto está limitado sólo a bajas concentraciones de las primeras en las mezclas. Según el invento se ha perfeccionado un procedimiento para combinar grandes cantidades de dextrina blanca con pequeñas cantidades de varios tipos de alcohol de

301181

18



- 2 -

1
5
10
polivinilo en presencia de trazas de sustancias tales como te-
traborato de sodio u otras sales inorgánicas y rojo Congo o
tintes nitrogenados de ator que producen la gelificación del
alcohol de polivinilo y mejoran la compatibilidad entre este
último y la dextrina, dando la creación de películas coloreas-
das, transparentes, mecánicamente resistentes y solubles en
agua tales como las producidas por alcohol de polivinilo solo.
Estas combinaciones ocurren también en soluciones que exceden
de 20% de concentración y conteniendo hasta 40% de sólidos to-
tales (dextrina + alcohol de polivinilo).

15
20
La principal ventaja procurada por el uso de es-
tas mezclas en lugar de alcohol de polivinilo sólo consiste e-
sencialmente en la reducción sustancial del precio de coste
por Kg. de película, que permite reducciones de coste de las
primeras materias que exceden incluso de 50%. Además, es igual-
mente posible obtener películas solubles en agua a diferentes
temperaturas combinando la dextrina con cantidades diferentes
de alcohol de polivinilo de diferente número de acetilo y peso
molecular. Esto produce productos completamente similares en
sus propiedades mecánicas y químicas, a las películas comer-
ciales normales preparadas con alcohol de polivinilo solo.

25
Los usos de las películas preparadas según el
invento a partir de dextrina blanca y alcohol de polivinilo son
los mismos que los de las películas de alcohol de polivinilo,
esto es, empaquetado de productos previamente empaquetados ta-
les como detergentes, sales y sales de baño; envoltura de ma-
terial para lavar sucio e infectado en hospitales o varias co-



301181

- 3 -

1

munidades con el fin de permitir la menor manipulación posible de los mismos, y para reducir la expansión de bacterias nocivas. Para el acoplamiento con otras películas, tales como polietileno, cloruro de polivinilo, etc. a causa de la gran resistencia ofrecida por el producto según el invento al paso de aire y gases; como revestimiento de moldes en la manufactura de objetos de poliéster; y eventualmente, siempre que el alcohol de polivinilo esté aprobado por las autoridades competentes de alimentos y drogas, también para el empaquetamiento de productos alimenticios previamente pesados que pueden ser cocidos dentro de la bolsa de recipiente.

5

10

15

20

Los materiales empleados en la preparación de las películas descritas en esta patente son dextrinas blancas, alcoholes de polivinilo, sustancias que gelifican el alcohol de polivinilo, plastificantes y antiadhesivos de cobertura. Las dextrinas blancas empleadas según el invento son aquellas derivadas del proceso de degradación de almidón de maíz, trigo, patata, tapioca y almidón de sagú con una solubilidad en agua igual o menor de 90% de peso.

25

Los alcoholes de polivinilo se derivan de la hidrólisis de acetato de polivinilo a varios grados de polimerización. Los factores que gobiernan la producción de los varios tipos de alcoholes de polivinilo son la hidrólisis una operación que puede ser prolongada durante un tiempo mayor o más breve - y el peso molecular del acetato de polivinilo de partida. Se obtienen así sustancias solubles en agua, teniendo sus soluciones acuosas al 4% una viscosidad variable entre



301181

- 4 -

1

aproximadamente 5 y 60 cps; el tanto por ciento de acetato de polivinilo no hidrolizado puede variar desde 0% a 15% en tales soluciones. Las dextrinas se disuelven en agua con la ayuda de

5 trazas de emulsionadores y pueden obtenerse soluciones hasta aproximadamente 70% de esta manera. Pequeñas cantidades (0,5 - 5%) de sustancias, que gelinizan a los alcoholes de polivinilo, tales como tetraborato de sodio, carbonato de sodio, sulfato de sodio y potasio y algunos tintes nitrogenados, como, por

10 ejemplo, rojo Congo, se disuelven en la solución de dextrina. Estos agentes gelinizadores sirven, en la subsiguiente mezcla de las soluciones de dextrina con las soluciones de alcohol de polivinilo, para aumentar la compatibilidad de las dos sustancias, obteniendo al final una película seca, clara y transparente.

15 El alcohol de polivinilo es disuelto separadamente y con el fin de obtener buenas soluciones, debe evitarse más de 20% de sólidos. Las dos soluciones se mezclan después entre sí para obtener una concentración de sólidos totales incluso excediendo de 40%. Es posible combinar hasta dos tercios de dextrina con un tercio de alcoholes de polivinilo respecto a los

20 sólidos totales. Naturalmente que es posible combinar incluso proporciones más bajas de dextrina con los alcoholes de polivinilo pero, con esto, se disminuiría la ventaja económica del proceso aquí descrito. La temperatura de solución de las dextrinas es 80-90° C y el tiempo necesario para la operación

25 es de 2-3 horas. La temperatura de solución de los alcoholes de polivinilo es de 90-95°C y el tiempo necesario para la operación de 2-3 horas. La temperatura de combinación de las dos soluciones es de 80-90°C y el tiempo necesario para la combi-

301181



- 5 -

1
nación es de 2-3 horas.

5
Se añaden plastificantes a las soluciones ya mezcladas a la temperatura de combinación, en las proporciones de 10 a 50 partes respecto a los sólidos totales del sistema. Los polialcoholes, entre los que se usan principalmente glicérol, sorbitol, xilitol, glicoles y etileno y poliglicoles de propileno como plastificantes para dar mayor elasticidad a las películas. Finalmente, la pasta resultante, después de haberse
10 mantenido durante el tiempo de combinación a la temperatura antes mencionada, se esparce sobre la correa de un esparcidor continuo y la película húmeda se introduce en una estufa para secar. Al extraer de la estufa, la película es rociada con soluciones de disolventes orgánicos conteniendo de 0,5-1% de una
15 grasa o de surogliceruros solubles en agua de aceites o grasas vegetales o animales. Esta operación es necesaria para evitar que la película se haga pegajosa y viscosa durante la siguiente operación de enrollamiento, ya que el material que la forma es muy higroscópico. La preparación de las películas según el invento es como sigue: Una suspensión conteniendo un peso
20 de emulsionador equivalente a 1-5% respecto a los sólidos finales en el sistema (dextrinas + alcoholes de polivinilo) un peso de la sustancia gelinizadora del alcohol de polivinilo elegida entre boratos alcalinos, carbonatos y tintes nitrogenados
25 y equivalente a 0,5-5% del peso respecto a los sólidos finales, y una cantidad de dextrina blanca (con una solubilidad en agua de menos de 90% de peso) suficiente para dar una solución que va desde 10% a 70% de peso, se calienta durante 2-3 horas a



301181

- 6 -

1
5
10
80-90°C, y después se trata con una solución acuosa de 10-20% de alcohol de polivinilo por peso, después de la adición de una cantidad de plastificante de poli-alcohol equivalente a 10-50 partes de peso de los sólidos totales del sistema. Al final de esta reacción, la pasta es extendida en una capa fina y se seca de acuerdo con los métodos usuales. La película resultante es esparcida con una solución de 0,5-1% de un gliceruro o un sucrogliceruro soluble en agua de aceites o grasas animales o vegetales.

EJEMPLO 1

15
20
25
1 gm de tetraborato de sodio y 4 gm de monopalmitato de sucrosa se disuelven en 200 ml de agua. La solución es entonces calentada a 85°C y se añade 88 gm de dextrina blanca de patata. Se continúa el calentamiento durante 2 horas manteniendo la temperatura a 85°C. 44 gm de alcohol de polivinilo totalmente hidrolizado, con viscosidad de 60 cps (solución acuosa al 4%) se disuelven separadamente en 400 ml de agua, añadiendo el alcohol en pequeñas proporciones cada vez y agitando cuidadosamente. La temperatura se mantiene a 90°C durante 2 horas. La solución de dextrina blanca obtenida según el método arriba citado, se vierte agitando dentro de esta solución y se añaden 26 gm de glicerina destilada (20 partes de peso respecto a los sólidos de dextrina + alcohol de polivinilo). En esta fase la temperatura se mantiene a 80°C durante 3 horas. La pasta resultante se vierte en un dispositivo formador de película colocado sobre una plancha de vidrio, que después se coloca en una estufa durante 45 minutos a una temperatura de

301181



- 7 -

80°C. Una tira de película se obtiene así, que mientras está todavía caliente, se esparce con una solución alcohólica al 1% de monoestearato de glicerina. La muestra sometida a pruebas físico-mecánicas dió resultados plenamente satisfactorios cuando se comparó con una película comercial constituida solamente de alcohol de polivinilo. La transmisión, comprobada en un aparato de Beckman, pasa del doble.

| | <u>Película preparada según esta solicitud</u> | <u>Película comercial</u> |
|---|--|---------------------------|
| 10 Grosor | 0,04 mm. | 0,04 mm. |
| Resistencia específica Kg/mm ² | 1,94 | 1,76 |
| % alargamiento | 373 | 255 |
| Ensayos de rotura) Kg/mm ² | 1,4 | 1,2 |
|) Altura | 28 mm | 25 mm. |
| 15 Gramos/ metro cuadrado | 40 | 45 |
| Solubilidad en agua | 45°C | 50°C |
| Permeabilidad a vapor de agua | | |
| g. en 24 horas | 6,22 | 6,98 |
| Transmisión en el aparato | | |
| 20 de Beckman | 80% | 30% |
| Cierre al calor | bueno | bueno |
| (*) Permeabilidad a O ₂ | 1 | 1 |
| Permeabilidad a H ₂ S | 1 | 1 |
| (*) Los valores de permeabilidad han sido expresados en | | cm ³ |
| 25 | | mq.24h.atm.ml. |

EJEMPLO 2

Una solución de dextrina blanca de maíz se pre-



301181

- 8 -

1
para empleando 0,5% de rojo Gongo como agente gelinizador para
el alcohol de polivinilo y 2% de sucrogliceruro oxietilenado
calculado sobre el total de sólidos (dextrina + alcohol de po-
5
livinilo) como emulsionante. El término de "sucrogliceruro oxie-
tilenado" significa una mezcla de complejos de inclusión de ó-
xido de etileno con monogliceruro y digliceruros y ésteres de a-
zúcar. Esta solución se añade después cuando está completa ba-
jo las condiciones arriba citadas, a una solución caliente ya
10
preparada de alcohol de polivinilo totalmente hidrolizado de
60 cps de viscosidad. 20 partes de glicerina, calculadas sobre
los sólidos, se añaden después, y la mezcla se deja reaccionar
a 85°C durante 3 horas. La pasta es vertida después, para obte-
ner una película que, secada y esparcida con solución alcoholí-
15
ca, da resultados físico-mecánicos similares a los del ejemplo
1. La solubilidad en H₂O caliente aumenta a 70°C; la película
es de rojo brillante en su color y muy transparente.

EJEMPLO 3

20
Una solución al 70% de dextrina blanca de pata-
ta se prepara empleando Na₂SO₄ anhidro como agente gelinizador
para alcohol de polivinilo, y trazas de emulsionador. Cuando
se ha completado la preparación bajo las condiciones ya mencio-
nadas, esta solución se añade a una solución al 20% calentada
y ya preparada de alcohol de polivinilo totalmente hidrolizado,
25
de 30 cps de viscosidad. El plastificante se añade después en
la proporción de 25 partes de E 300 glicol de polietileno de
Dow, con peso molecular medio de 300, por 100 partes de sólidos
de dextrina + alcohol de polivinilo, y la masa, calentada

301181



- 9 -

1 a las temperaturas ya indicadas, durante los tiempos previstos,
da una película, que extendida con sucrogliceruro soluble mix-
to de sebo en solución alcohólica, en estado seco da una peli-
5 cula transparente (transmisión de 75% con el aparato de Beck-
man) que no se hace pegajosa ni con 80% de humedad relativa.
La resistencia se eleva a $2,7 \text{ Kg/mm}^2$ y el estiramiento baja de
373 a 170%. Los sólidos representan 44% de la solución final
(considerando también el plastificante) y la proporción entre
10 dextrina blanca y alcohol de polivinilo es de 2:3 a 1:3.

EJEMPLO 4

2,1 Kg de tetraborato de sodio, 4 Kg de sucro-
gliceruro oxietilenado y 22 Kg de dextrina blanca de patata se
disuelven en 500 litros de agua. La temperatura se eleva a 80°C .
15 1.000 litros de solución al 10% de alcohol de polivinilo se ca-
lientan separadamente a 90°C durante 3 horas. La solución re-
sultante es tratada con la solución de dextrina previamente pre-
parada y se añaden 65 kg de glicerina. Después de 3 horas a
20 80°C , la pasta es pesada y extendida sobre la correa extendedo-
ra. La película seca es quitada del soporte y, estando todavía
caliente, se rocía con una solución al 0,5% de sebo mixto, su-
crogliceruro soluble en agua en metanol y después se coloca so-
bre un carrete. No se observan durante el almacenaje inconve-
nientes debidos a la pegajosidad.

EJEMPLO 5

25 El presente ejemplo se refiere a la preparación
de películas solubles a 30°C . Es suficiente para este fin em-
plear soluciones de alcohol de polivinilo conteniendo de 10-11%

301181



- 10 -

1
 de acetato no hidrolizado de polivinilo y con una viscosidad
 de aproximadamente 10 cps. Por ejemplo, las soluciones al 10%
 de este último alcohol de polivinilo, soluciones al 30 de dex-
 5 trina blanca de patata, tetraborato de sodio como enlazador en-
 tre los dos y 25 partes de glicerina como plastificante. La pas-
 ta resultante es esparcida sobre la correa extendidora y se se-
 ca a una temperatura de 65°C con ventilación forzada. La peli-
 cula es soluble en agua a 30°C y puede usarse, por ejemplo, pa-
 10 ra el empaquetado de aquellos detergentes que tengan que em-
 plearse en frío. Los sólidos totales representan 21% y la pro-
 porción entre dextrina y alcohol de polivinilo es de 2:3 a 1:3.

EJEMPLO 6

15 Este ejemplo ilustra el uso de un plastifi-
 cante que difiere de la glicerina. 200 ml. de una solución al
 44% de dextrina blanca de grano completada con 1 g. de tetra-
 borato de sodio y emulsionador, se mezcla con una solución ya
 preparada al 10% de alcohol de polivinilo de alta viscosidad
 y totalmente hidrolizado. 40 partes de sorbitol, calculadas so-
 20 bre la dextrina y alcohol de polivinilo, se añade a la masa .
 La película resultante tiene las siguientes propiedades:

| | |
|---|------|
| Grosor | 0,04 |
| % | 230 |
| Resistencia específica Kg/mm ² | 2,0 |
| Pruebas de rotura | |
| Kg/mm ² | 1.3 |
| altura en mm. | 17 |

1
5
10
15
20
25

301181⁴⁸



- 11 -

EJEMPLO 7

Una cantidad de 440 ml. de agua, 5,9 g de sucrogliceruro oxietilenado, 1,5 g. de Pontamin Brown D 3 Gm, (concentración 125%) y 193 g. de dextrina de maíz se calientan a la temperatura de 85°C. Independientemente, 96,5. de alcohol de polivinilo fuertemente hidrolizado se disuelven en 880 ml. de agua y la solución es calentada a 95°C durante 3 horas. Después de este periodo, la primera mezcla es añadida a la solución de alcohol de polivinilo y después de ulterior adición de 58 g. de glicerol y trazas de un compuesto antifermentativo la temperatura se baja a 90°C y la reacción es continuada durante 3 horas.

La película obtenida de esta pasta, después de secar, es muy clara y transparente y sus características físicas y mecánicas son regulares.

EJEMPLO 8

En 296 ml de agua caliente se disuelven 1,77 g de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 4,5 g. de sucrogliceruro oxietilenado y 127 g. de dextrina. Separadamente se prepara a 90°C una solución al 10% de alcohol de polivinilo. A esta solución se añade agitando la mezcla arriba descrita, seguida de 22,5 g. de glicerol, 22,5 g. de formamida y algún compuesto antifermentativo. La reacción se continúa durante tres horas a 90°C.

La película obtenida de esta pasta, después de secar, está bien plastificada y es resistente a la mezcla.

301181



- 12 -

N O T A

=====

La presente patente de invención consta de las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la preparación de películas transparentes solubles en agua, de dextrina y alcohol de polivinilo, caracterizado porque consiste en calentar durante dos a 3 horas a 80-90°C una suspensión conteniendo un peso de agente emulsificante equivalente a 1-5% de los sólidos finales en el sistema, un peso de agente gelante de alcohol de polivinilo - elegido entre boratos, sulfatos, carbonatos alcalinos y tintes nitrogenados - equivalente a 0.5-5% de los sólidos finales, y una cantidad de dextrina blanca suficiente para obtener una solución de 10% a 70% de peso, añadiendo después a la masa obtenida una solución acuosa de 10-20% de alcohol de polivinilo de peso conteniendo 10-50 partes de peso, sobre los sólidos totales, de un plastificante, y esparciendo la pasta resultante en una película delgada y pulverizando dicha película resultante con una solución al 0,5-1% de un gliceruro o sucrogliceruro soluble en agua de grasas naturales en un disolvente orgánico.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las dextrinas blancas son los productos parciales de degradación de almidones de maíz, trigo, patata, tapioca y sagú, siendo su máxima solubilidad en agua 90% de peso.



18

- 13 -

301181

1

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el alcohol de polivinilo empleado es un producto de hidrólisis de varios grados de acetato de polivinilo, cuyo tanto por ciento varía de 85% a 100% y la viscosidad (solución acuosa al 4%) de 5 a 60 cps.

5

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tanto por ciento de dextrina blanca en sus propias soluciones acuosas varía desde 10% a 70% de peso.

10

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tanto por ciento de alcoholes de polivinilo en sus propias soluciones acuosas varía de 10% a 20%.

15

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tanto por ciento de agentes gelantes de alcohol de polivinilo usados es 0,5-5% calculado sobre los sólidos.

20

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción de plastificante usado es de 10 a 50 partes de peso calculado sobre el total de sólidos de la solución.

25

8.- Procedimiento para la preparación de películas transparentes solubles en agua de dextrina y alcohol de polivinilo.

Según se describe y reivindica en la adjunta memoria descriptiva que consta de ~~trece~~ tres hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 18 JUN. 1964

CARLOS ROEB
P. P.