

343293

P.- 35.637
File No 900.885



343293

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION en España por 20 años

a nombre de WACKER-CHEMIE GMBH

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Prinzregentenstr. 22, Munich, República Federal Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LAVAR POLI(ACETATO DE VINILO) REGULADO CON ALDEHIDO, Y SUS COPOLIMEROS", (Clase Internacional CO3g)

4.7.67

343293

2



Un campo de utilización conocido para el poli (acetato de vinilo) es la fabricación de goma de mascar y goma de mascar hinchable. Un requisito indispensable para ello es ciertamente un polímero de alta calidad, que sea de sabor y olor neutros.

Los poli(acetatos de vinilo) preparados de acuerdo con procedimientos conocidos son extraordinariamente amargos, a causa de su contenido de telómeros de acetato de vinilo y productos de condensación inferiores de aldehído. Los primeros son sustancias que contienen aceite, muy viscosas, con pesos moleculares de aproximadamente 500 y una solubilidad en agua muy pequeña, dentro del margen de aproximadamente 0,05%.

Estos subproductos indeseables de la polimerización no pueden ser eliminados por destilación, destilación en vacío o destilación con vapor de agua. Los procedimientos que consisten en eliminar las sustancias amargas por lavado con agua caliente en un dispositivo agitador, son técnicamente insatisfactorios ya que, o no se pueden extraer de manera completa las impurezas, o sino se debe repetir el procedimiento de lavado tantas veces que ya no se obtiene un trabajo rentable.

El procedimiento de lavado continuo de acuerdo con la patente alemana 1.168.641 permite, en efecto, la fabricación de un producto que es apropiado para la fabricación de goma de mascar o chicle, pero posee la desventaja de que se debe utilizar un aparato muy costoso y susceptible de perturbaciones y averías.

Se ha encontrado ahora un procedimiento para lavar acetato de vinilo regulado con aldehído y sus copolíme

12 JUL 1967
343293



ros, que orilla las desventajas indicadas y hace posible una fabricación sencilla de poli(acetato de vinilo) exento de olor y de sabor. El procedimiento está caracterizado porque se lava previamente el polímero a temperatura elevada, preferiblemente a 80-90°C, con mezclas de metanol y agua y/o de acetona y agua, y, después de separar el líquido de lavado previo, se lava ulteriormente con agua caliente.

Para el lavado previo se prefieren mezclas con una proporción en volumen de metanol a agua de 1 a 3, o de acetona a agua de 1 a 8. Sin embargo, según el grado de impurificación del poli(acetato de vinilo) empleado, se pueden emplear también mezclas con cualquier otra proporción de mezcla, siempre que no se presente la solubilidad del polímero.

El lavado previo con la mezcla de metanol y agua o de acetona y agua se verifica de la manera mas conveniente con aproximadamente la cantidad doble de agente de lavado, referida a las partes en peso empleadas de poli(acetato de vinilo), a temperatura elevada, preferiblemente a 70-95°C. El procedimiento de lavado se repite varias veces, en general 2 a 3 veces, con mezclas de disolventes de nueva aportación.

Para eliminar los restos de disolventes, seguidamente se lava ulteriormente con agua caliente, eventualmente purificada con intercambiadores de iones, hasta que se obtenga un sabor correcto. Esto se verifica usualmente después de un lavado ulterior repetido seis veces. La temperatura en el lavado ulterior puede encontrarse entre 60 y 95°C.

343293



Para eliminar el agua absorbida por el polímero se destila después de esto de la manera usual a presión normal y finalmente eventualmente también en vacío.

5 Es sorprendente el hecho de que mediante una dilución apropiada con agua del metanol o la acetona, sobresalientemente apropiados como disolventes para el poli(acetato de vinilo), se puedan modificar las propiedades de solubilidad en tal medida, que solo se disuelvan las sustancias amargas, pero no el polímero propiamente dicho.

10 El procedimiento de acuerdo con el invento posee además la ventaja de que se puede lavar de manera satisfactoria y sencilla, hasta dejarlo exento de olor y sabor, a un poli(acetato de vinilo) normal, preparado con aldehídos en calidad de agentes reguladores. Para ello se pueden utilizar, sin ninguna variación técnica, los aparatos utilizados para la polimerización.

15 Para el procedimiento de acuerdo con el invento son apropiados los poli(acetatos de vinilo) regulados con aldehído, de alta o baja viscosidad, así como sus copolímeros, por ejemplo, los de acetato de vinilo y ésteres del ácido maleico, los de acetato de vinilo y ésteres vinílicos de ácidos grasos superiores y los de acetato de vinilo y olefinas.

20 Ejemplo 1.- 500 g de poli(acetato de vinilo) de baja viscosidad (viscosidad 1,7 centipoises, medida en una concentración 1 molar en benceno a 20°C), que fue preparado por polimerización en bloque, con acetaldehído como regulador y peróxido de lauroilo como catalizador de polimerización, fueron mezclados con 1 litro de una mezcla de 1 parte
25 en volumen de metanol y 3 partes en volumen de agua, en un
30

343293



matraz de fondo redondo equipado con un agitador de paletas planas V₂A, un refrigerante de cierre del agitador y un condensador de reflujo, y se agitó durante media hora a 95°C (temperatura del espacio de gas) en un baño de glicerina.

5

Subsiguientemente se interrumpió la agitación, se filtró con succión la mezcla de extracción, y se repitió todavía dos veces el lavado previo de la misma manera con mezcla de nueva aportación.

10

Seguidamente, para eliminar los restos de disolvente, se lava de nuevo seis veces con 1 litro de agua, que ha sido purificada mediante un intercambiador de iones de Wofatit, a 95°C, cada vez durante media hora.

15

Para eliminar el agua absorbida por el polímero se destila bajo la presión normal y seguidamente de nuevo bajo vacío, durante aproximadamente media hora.

20

Tanto el poli(acetato de vinilo) propiamente dicho como el extracto acuoso estaban completamente exentos de sustancias amargas y su calidad corresponde a las ordenanzas o prescripciones alemanas para la goma de mascar o chicle, del 19.12.1959.

25

Ejemplo 2.- De acuerdo con el Ejemplo 1, se realizó el lavado previo con una mezcla de 1 parte en volumen de acetona y 8 partes en volumen de agua, en lugar de una mezcla de metanol y agua. Todas las restantes etapas del procedimiento eran exactamente iguales a las del Ejemplo 1. El poli (acetato de vinilo) obtenido no exhibía ni olor ni sabor, de manera que puede ser utilizado para fines de consumo.

30

Ejemplo 3.- 500 g de un copolímero de acetato de vinilo y etileno fueron lavados previamente, de acuer-

343293

29 JUL



do con el Ejemplo 1, con 1 litro de una mezcla de 1 parte en volumen de metanol y 4 partes en volumen de agua a 70°C, y subsiguientemente se lavó ulteriormente 4 veces con agua a 70°C. Se obtiene un copolímero exento de olor y sabor, que es apropiado para fines de consumo humano.

5

La presente solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana el 22 de Julio de 1.966, con el número W 42.064, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

N O T A

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

15

1.- Procedimiento para lavar poli(acetato de vinilo) regulado con aldehído, y sus copolímeros, caracterizado porque se lava previamente el polímero a temperatura elevada, preferiblemente a 70-95°C, con mezclas de metanol y agua y/o de acetona y agua, y después de separar el líquido de lavado previo se lava ulteriormente con agua caliente.

20

2.- Procedimiento para lavar poli(acetato de vinilo) regulado con aldehído, y sus copolímeros.

4.7.67

343293

21



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

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

12. JUL. 1967

Madrid.

P.A.

Alberto de Elzabere
Per. P. A.

4.7.67

PBG.