



ESPAÑA

19 ES

11	NUMERO
21	449.299
22	FECHA DE PRESENTACION
	28 Junio 1976

10 A 1

**PATENTE DE INVENCION**

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 25 29 863.9.	4 Julio 1975	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	G08F	

54 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA SOLUBILIDAD EN AGUA DEL ALCOHOL POLIVINILICO"

71 SOLICITANTE (S)

HOCHEST AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

6230 Frankfurt/Main 80 - REPUBLICA FEDERAL ALEMANA

72 INVENTOR (ES)

1) Dr. Wolfgang Zimmermann      Han cedido sus derechos a la solici  
2) Dr. Hermann Schindler        tante (Ley alemana de 25-7-1957)

73 TITULAR (ES)

La misma solicitante

74 REPRESENTANTE

D. PABLO AGUDO OBREGON

"PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA SOLUBILIDAD EN AGUA DEL ALCOHOL  
POLIVINILICO".

Memoria Descriptiva

El alcohol polivinílico, que se utiliza como aglomerante para pinturas y masas de recubrimiento, como pegamento y como material para piezas moldeadas, se caracteriza por una elevada capacidad adhesiva y una gran capacidad de enlace de pigmentos y por su resistencia contra muchos agentes. Pero después de su elaboración sigue siendo siempre sensible al agua.

Para reducir esta sensibilidad al agua, se ha transformado hasta ahora el alcohol polivinílico después de su elaboración a una temperatura bastante elevada en presencia de ácidos fuertes con aldehidos, especialmente con formaldehido. En este caso es un inconveniente la fuerte molestia ocasionada por el olor debido al aldehido y al efecto corrosivo de los ácidos empleados.

Se sabe además que la adherencia en húmedo del alcohol polivinílico aumenta mediante la adición del ácido bórico, por lo que se utilizan mezclas de ácido bórico y alcohol polivinílico por ejemplo en la fabricación de cartón ondulado, para pegar canutillos de papel y en la fabricación de papeles



40 que hallar un procedimiento para graduar alcalinamente las com-  
posiciones que contienen alcohol polivinílico y ácido bórico  
después de la aplicación como pegamento etc., debiéndose for-  
mar el complejo de didiol unitariamente sobre toda la capa.

45 Ahora se ha hallado un método para disminuir la solu-  
bilidad en el agua del alcohol polivinílico mediante la trans-  
formación con ácido bórico en medio alcalino, que se caracteri-  
za por el hecho de que se calienta una mezcla que contiene en  
solución acuosa alcohol polivinílico y ácido bórico así como  
un compuesto o un sistema tampón, los cuales o el cual mantiene  
50 la mezcla a temperatura ambiente a un valor pH de 7 como máxi-  
mo y sólo al calentarse se modifica irreversiblemente de mane-  
ra que el valor pH de la mezcla se desplaza a alcalino.

Gracias a esto se logra que primeramente pueda apli-  
carse la solución de alcohol polivinílico-ácido bórico-monodiol,  
la cual sólo después de calentarse la aplicación se transforma  
55 irreversiblemente en el sistema de complejo de didiol gelifor-  
ma, de difícil solubilidad.

Mientras este complejo de didiol que se pretendió, se-  
gún el modo habitual de preparación añadiendo alquihidróxido  
a soluciones mixtas, graduadas en forma demasiado ácida, de  
60 alcohol polivinílico y ácido bórico se presenta en forma de  
precipitados no unitarios, según el procedimiento conforme a  
la invención se produce de manera perfectamente homogénea por  
ejemplo en una junta de adherencia.

65 Como sistemas tampón son fundamentalmente idóneas so-  
luciones de sales alcalinas de ácidos volátiles, débiles, que  
están graduados de forma neutra o ligeramente ácida con una re-  
ducida cantidad de ácido libre, por ejemplo soluciones de ace-  
tato sódico y ácido acético o bisulfito sódico. El hidrogenocar-  
bonato sódico es menos adecuado, porque es poco compatible con  
70 el alcohol polivinílico.

Sin embargo resultan especialmente ventajosas solu-  
ciones de sales alcalinas o alcalinotérreas del ácido tricloro  
acético o tribromoacético, o de sales de estos ácidos con aminas  
primarias, secundarias o terciarias. De estas sales se emplea  
75 con especial ventaja el trocloroacetato sódico que se vende en  
el comercio como producto técnico.

Tanto los sistemas tampón como también los compuestos  
descritos actúan como álcali encubierto.

80 La selección del alcohol polivinílico empleado no es  
crítica. Se utilizan los tipos habituales en el comercio con  
un índice de éster de hasta un máximo de 250 mg KOH/g, prefe-  
rentemente unos 50 mg KOH/g; la viscosidad de la solución al  
4% en agua debe oscilar entre 2 y 100 cP.

85 El ácido bórico no tiene porqué estar presente en can-  
tidades estoquiométricas. Su parte en la mezcla de ácido bórico/  
alcohol polivinílico es de 2 - 20 % de peso. La parte de ácido  
bórico debe ser tanto más elevada cuanto más bajo sea el peso  
molecular.

Según sea el grado de saponificación del alcohol polivinílico la adición de ácido bórico produce ya un aumento de viscosidad de la solución, pero no la gelificación. El aumento de viscosidad es tanto mayor, cuanto más elevado es el grado de saponificación del alcohol polivinílico.

El álcali encubierto se utiliza en una cantidad aproximadamente estequiométrica en relación con el ácido bórico.

El procedimiento según la invención se puede aplicar en todas partes donde el alcohol polivinílico se utiliza como aglomerante y se desea una elevada resistencia al agua, por ejemplo en masas de recubrimiento de papel, en la fabricación de papel de esmerilar y de lija o tela abrasiva, en la estabilización de vellones y en el encolado de papel y cartón. El ácido bórico y el álcali encubierto se mezclan homogéneamente con el alcohol polivinílico en la solución acuosa que contiene masa, por ejemplo una masa de recubrimiento de papel, que contiene asimismo pigmentos y materiales de relleno, una suspensión de materia abrasiva etc, debiendo estar por debajo de 7 el valor pH. A continuación la masa se aplica como es habitual y se seca a una temperatura tan elevada que el álcali encubierto se libera y el valor pH se desplaza a alcalino. Esta temperatura es algo superior a 300°C por ejemplo en el caso del tricloroacetato sódico.

El principio del procedimiento conforme a la invención se explica con los siguientes ejemplos:

Las figuras muestran la mejora de la resistencia al  
115 agua del alcohol polivinílico gracias al procedimiento según  
la invención.

La figura 1 muestra las velocidades de solución de  
tres películas según ejemplo 1.

La figura 2 muestra la velocidad de solución de tres  
120 películas según ejemplo 2.

Ejemplo 1

Las siguientes dos soluciones de partida se mezcla -  
ron homogéneamente a la temperatura ambiente:

125 A) 28 partes de peso de una solución acuosa de 10% de peso de  
un alcohol polivinílico con los siguien-  
tes datos característicos: Viscosidad de  
la solución acuosa al 4% unos 28 cP, índi-  
ce de éster unos 8 mg. KOH/g, valor pH 6,0  
5,224 partes de peso de una solución de 0,168 partes de peso  
130 de tricloroacetato sódico,  
0,056 partes de peso de ácido bórico  
5,0 partes de peso de agua (2% de ácido bó-  
rico en relación con el alcohol poliviní-  
lico)

135 B) 28 partes de peso de una solución de alcohol polivinílico  
tal como se ha definido anteriormente  
5,56 partes de peso de una solución de 0,42 partes de peso  
de tricloroacetato sódico

140                    0,14 partes de peso de ácido bórico  
                      en 5,0 partes de peso de agua (5 % de ácido bó-  
                         rico en relación con alcohol polivinílico)

Muestras de las soluciones A) y B) se calentaron du-  
rante 10 minutos hasta 60°C. Durante el enfriamiento se gelifi-  
ca la solución A) a unos 40°C, la solución B) a unos 50°C.

145                    De las soluciones A) y B) así como de la solución  
del alcohol polivinílico de partida se vaciaron películas de  
unos 300  $\mu$  de grosor, se secaron al aire y se temperizaron duran-  
te 15 minutos a 110°C.

150                    La figura 1 muestra las curvas de velocidad de diso-  
lución de una solución acuosa de las películas de 10% de con-  
centración de ácido para las tres películas a 90°C de tempera-  
tura de disolución. Se puede observar claramente la reducción  
de la solubilidad de la película B.

#### Ejemplo 2

155                    Se mezclaron las dos soluciones de partida siguientes  
a la temperatura ambiente:

A) 28 partes de peso de una solución acuosa de 10% de peso de  
un alcohol polivinílico con los siguien-  
tes datos característicos: Viscosidad de  
la solución acuosa al 4%, unos 18 cP, Indi-  
ce de éster unos 140 mg KOH/g, valor pH  
6,0

160

5,224 partes de peso de una solución de 0,168 partes de peso

165 de tricloroacetato sódico  
y 0,056 partes de peso de ácido bórico  
en 5,0 partes de peso de agua (corresponde  
2% de ácido bórico al alcohol polivinílico)

b) 28 partes de peso de una solución de alcohol polivinílico  
tal como se ha definido anteriormente  
170 5,56 partes de peso de una solución de 0,42 partes de peso  
de tricloroacetato sódico  
y 0,14 partes de peso de ácido bórico  
en 5,0 partes de peso de agua (corresponde  
5% de ácido bórico al alcohol polivinílico.

175 Según el ejemplo 1 se fundieron películas de las so-  
luciones A) y B) así como de la solución del alcohol poliviníli-  
co de partida y se prepararon de la misma manera. La figura 2  
ilustra las curvas de velocidad de disolución de estas pelícu-  
las en comparación con la película del alcohol polivinílico de  
180 partida para una concentración de ácido de 10% a 20°C. Mien-  
tras la película de alcohol polivinílico no reticulado se di-  
solvió prácticamente en su totalidad al cabo de unos 45 minu-  
tos, las películas reticuladas de las soluciones A) y B) pre-  
sentan una resistencia considerable al agua fría.

185 R E I V I N D I C A C I O N E S  
\*\*\*\*\*

1).- Procedimiento para reducir la solubilidad en agua del al-  
cohol polivinílico mediante transformación con ácido bórico en

190 medio alcalino, que se caracteriza por el hecho de que se ca -  
lienta una mezcla que contiene en solución acuosa alcohol poli  
vinílico y ácido bórico así como un compuesto o un sistema tam  
pón, los cuales o el cual mantiene la mezcla en un valor pH in  
ferior a 7 a la temperatura ambiente y al calentarse se modifi  
ca irreversiblemente de manera que el valor pH de la mezcla se  
desplaza a alcalino.

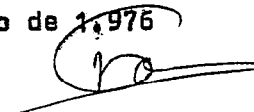
195 2).- Procedimiento según reivindicación 1, que se caracteriza  
por el hecho de que se calienta una mezcla que contiene una sal  
alcalina, alcalinotérrea o amónica del ácido tricloroacético o  
tribromoacético.

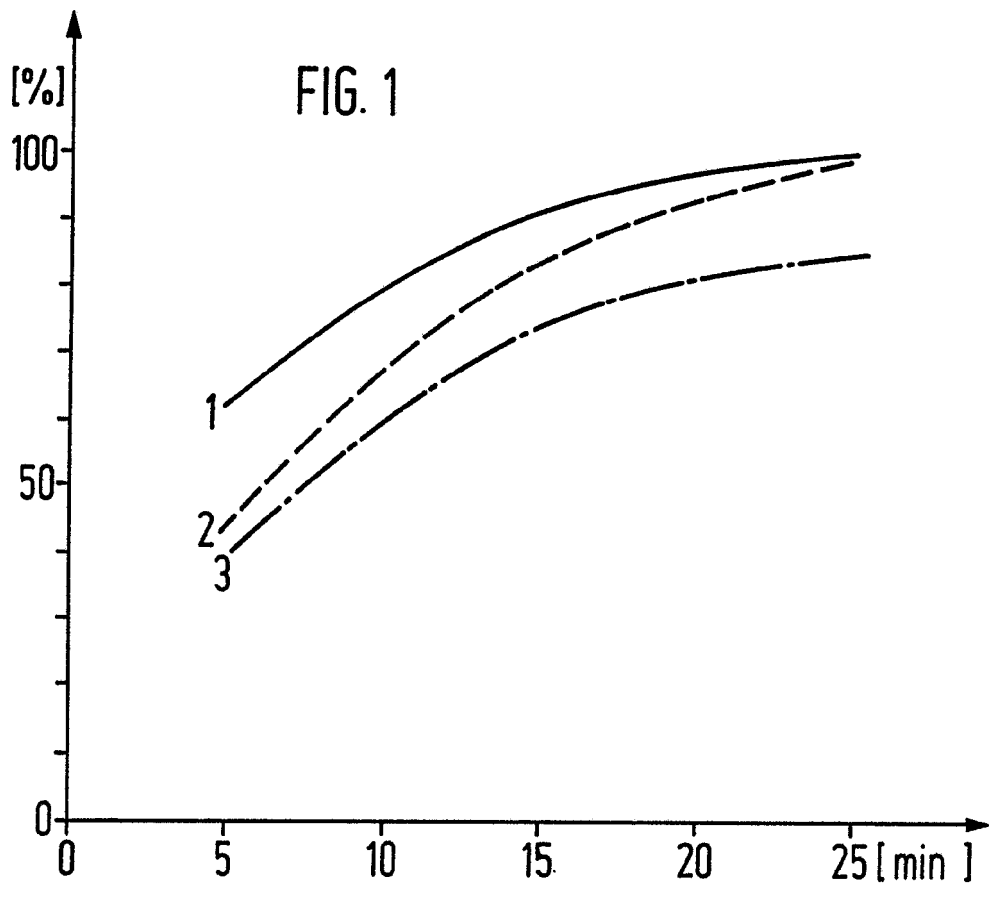
200 3).- Procedimiento según reivindicación 2, que se caracteriza  
por el hecho de que se calienta una mezcla que contiene triclo  
roacetato sódico.

4).- "PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA SOLUBILIDAD EN AGUA DEL AL  
COHOL POLIVINILICO".

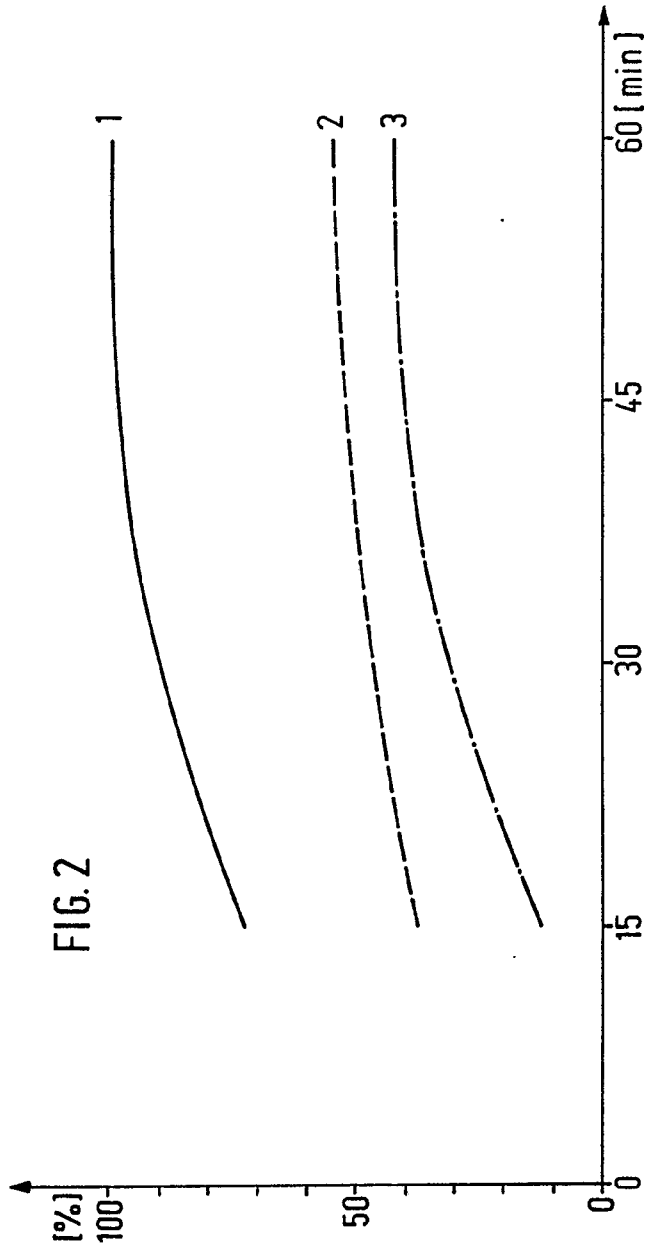
205 Esta memoria consta de 9 hojas foliadas y mecanogra  
fiadas por un sólo lado de sus caras.

Madrid, 28 de Junio de 1976



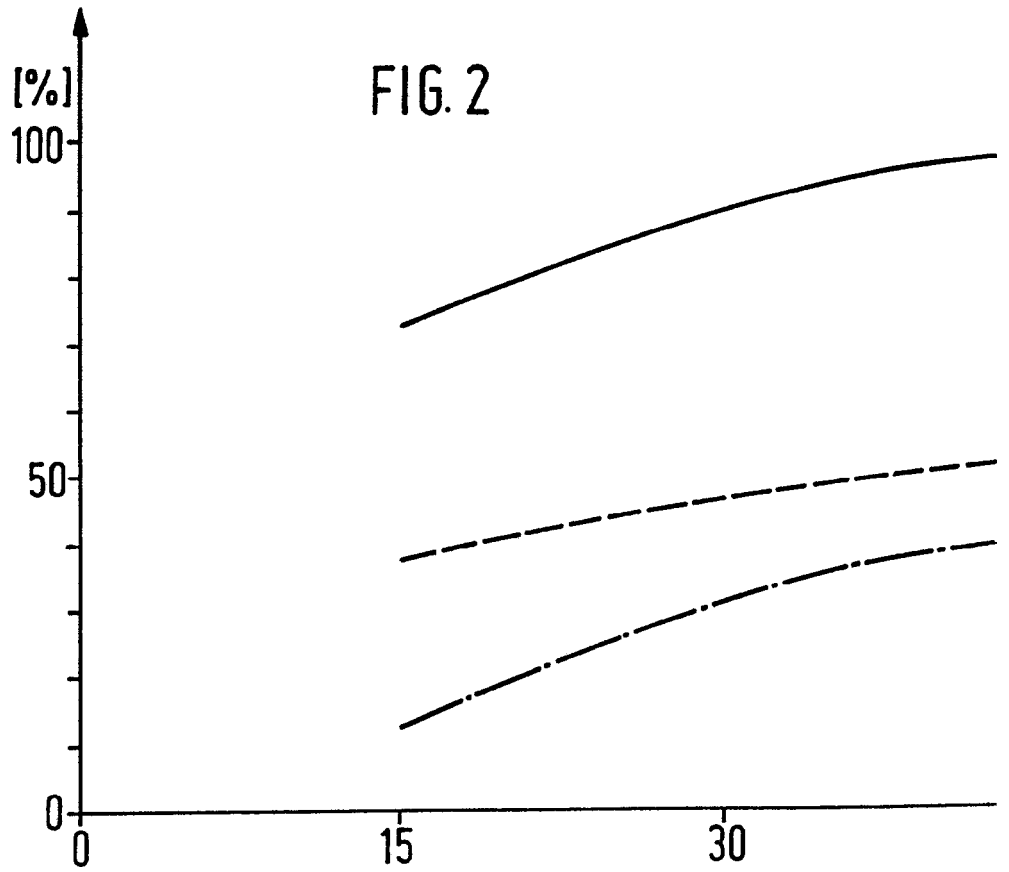


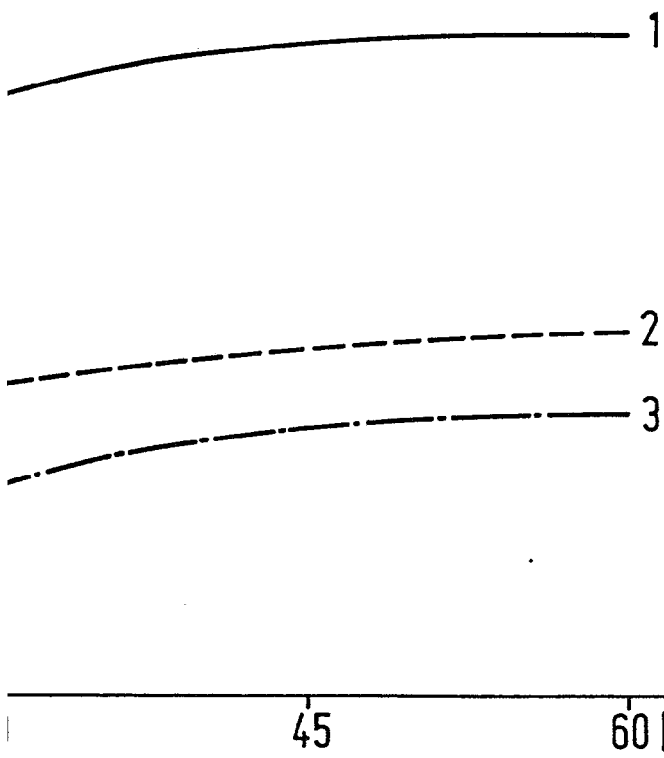
Escala variable  
Madrid, 28 Junio 1976  
*[Signature]*



Escala variable

Madrid, 28 Junio 1976





Escala variable  
Madrid, 28 Junio 1976

A handwritten signature or set of initials, possibly 'R', written in black ink.