



188291

188291

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña

a la solicitud de

Una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA,

a favor de

SOC. BOMBRINI PARODI-DELFINO, residentes en ROMA,

Corso Umbert I, nº. 267

por

"PROCEDIMIENTO PARA HACER DISPERSABLES EN AGUA SUSTANCIAS SOLIDAS, POCO SOLUBLES EN AGUA".

Inventor: D. Nunsio Perciabesco, de nacionalidad italiana.

(Con prioridad de la solicitud italiana 444.074, solicitada el 1º de Junio de 1948)

-----\*\*\*\*\*-----



5

La presente invención se refiere a un proceso para hacer dispersable en agua, en estado líquido, sustancias sólidas que tienen una reducida solubilidad en el agua y un punto de fusión superior a la temperatura ambiente, y que son solubles en disolventes que no son el agua.

10

Es un hecho bien conocido que, a fin de conseguir una distribución satisfactoria en medio acuoso o sobre la superficie a tratar, las sustancias intrínsecamente insolubles en el agua, podrán llegar a dispersarse en esta, si se recurre a productos de dispersión apropiados. En cuanto a la sustancia a dispersarse, si ella es líquida a la temperatura común, la dispersión se efectuará en forma de una emulsión, es decir de una dispersión de pequeñas partículas líquidas dentro de un medio líquido; sin embargo, si ella es sólida, se podrá operar con arreglo a dos procedimientos: ya sea se muele finamente la sustancia, con o sin agregado de materiales inertes, o se precipita de tal manera que la misma se separará en partículas diminutas; o sino, por medio de otros métodos se transforma en partículas muy pequeñas, las que, simultáneamente o sucesivamente se dispersan en agua, eventualmente con el agregado de agentes de dispersión. En estos casos, lo que se obtiene es una dispersión en forma de "suspensoides", es decir, una dispersión de partículas sólidas dentro de un medio líquido.

15

20

25

Por otra parte, la sustancia sólida podrá disolverse en disolventes apropiados, después de lo cual la solución así obtenida se dispersa en la forma descrita mas arriba, y constituye una emulsión en la que las partículas dispersadas son líquidas, y se forman por una solución de la sustancia sólida en el disolvente.

30

Los dos sistemas, conocidos para la dispersión de sustancias que son sólidas a temperatura común, tienen sus inconvenientes, y más que todo cuando se trata de sustancias



que tienen una acción insecticida, anticriptogámica u otra similar.

El tipo de "suspensoides", aparte de la dificultad y el costo involucrados para obtener un grado tal de finura de las partículas sólidas como para asegurar una dispersión de sedimentación muy lenta, tiene además el inconveniente que, una vez que el agua se ha evaporado, la substancia dispersada se deposita sencillamente sobre todas las superficies tratadas, o en el mejor de los casos, se mantiene adherente a dichas superficies con ayuda de los restos de un agente pegador que podrá disolverse en el agua contemporáneamente, y que, además, siendo soluble, permite la eliminación por lavado del depósito constituido por la substancia misma, cuando cantidades adicionales de agua entran en contacto con las superficies tratadas.

El tipo de "suspensoides", al incorporarse, requiere el empleo de disolventes, los que en muchos casos deberán usarse en proporciones elevadas, o elegirse entre los más costosos, a fin de conseguir una concentración mas bien elevada. En ambos casos, lo que sufre es la economía del procedimiento. Además, con miras a aplicaciones especiales, como ser el empleo para el tratamiento de plantas, algunos de los disolventes podrán ejercer una acción inconveniente, en consecuencia de lo cual la selección de los disolventes es mas bien restringida. Aparte de ello, en el caso de un depósito obtenido mediante la cristalización de las partículas, una vez que el agua y los disolventes se han evaporado, no tendrá adherencia muy superior a la que posee el "suspensoides", ya que, como la cristalización se realiza normalmente partiendo desde la superficie expuesta al aire de las partículas sueltas depositadas sobre la superficie sobre la cual la emulsión ha sido aplicada, dejando finalmente un depósito de cristales fácilmente absorbible por el agua, ya que entre



los cristales y la superficie subyacente generalmente hay una capa de materia extraña.

70

Las consideraciones que anteceden tienen valor especial con respecto a la aplicación de los compuestos insecticidas modernos, que vienen por lo general en estado sólido; sin embargo, también pueden tener una importancia considerable también en otros terrenos, como ser la aplicación de materias anticriptogámicas, cosméticas, y en el tratado de textiles, etc.

75

Se ha comprobado que resulta por lo general posible preparar emulsiones estables de substancias, que son sólidas a temperatura normal, haciendo uso de cantidades de disolventes inferiores a las que se requieren para mantener la materia sólida estable en una solución homogénea, a temperatura normal, siempre que las soluciones que pueden obtenerse a una temperatura superior a la normal, tengan una tendencia dada, al enfriarse, a mantenerse en un estado de sobresaturación o de bajo enfriamiento.

80

85

Las soluciones de esta naturaleza se forman, dispersando una solución, obtenida a una temperatura superior a la normal, en agua, por medio de agentes emulsificadores adecuados, y dejando que se enfríen con posterioridad.

90

Se ha comprobado asimismo que el agua al agregarse a la solución caliente homogénea, podrá emplearse también a temperatura de ambiente, sin ningún perjuicio para el resultado final.

95

Además, si el fenómeno de bajo enfriamiento o de sobresaturación de la solución homogénea de partida es de naturaleza a permitir que el estado líquido homogéneo se mantenga a temperatura de ambiente por un período suficientemente largo, entonces la emulsión en agua puede conseguirse también a temperatura normal.

Se podría esperar, en base a los conocimientos reunidos



100

hasta ahora en la materia, que en la emulsión, una vez que se ha enfriado, deberá iniciarse la formación de cristales, o por lo menos la solidificación de las partículas dispersadas, dentro de un espacio de tiempo correspondiente al que se aplica a la solución inicial, con posterioridad a su enfriamiento, para la formación de cristales o la solidificación.

105

110

Sin embargo, las partículas dispersadas, en muchos casos, se mantienen líquidas sin la formación de sólidos en su interior, por espacios muy largos de tiempo, y uno puede obtener, de esta manera, emulsiones que conservan tal forma de dispersión durante semanas, y hasta meses, sin formar ningún depósito o solamente un mínimo de depósito. En las emulsiones de esta naturaleza la fase dispersada se bajaenfría o se sobresatura y este estado se mantiene por períodos de tiempo mucho más largos que el tiempo por el que la solución sin dispersar consigue mantenerse sobresaturada o bajaenfriada a la misma temperatura.

115

120

Las ventajas que se consiguen haciendo uso de un sistema de esta naturaleza de emulsión para productos sólidos, son de carácter tanto económico como técnico.

125

Desde el punto de vista económico, obtenemos una ventaja por el hecho de que se requieren cantidades de disolventes menores que las que entran en la preparación de las emulsiones normales: - en un caso límite, las emulsiones, podrán en ciertos casos conseguirse sin disolvente, aparte de la fuerza disolvente ejercida por las sustancias emulsificadores agregadas.

130

Desde el punto de vista técnico, se consiguen las siguientes ventajas: - en primer lugar, en todos los casos en que ello pudiera representar algún interés, podrá elegirse un disolvente no dañino, aunque no poseyera una fuerza disolvente grande a temperatura normal con respecto a la subs-



135

tancia o de las sustancias a dispersarse; por consiguiente el campo de los disolventes queda así bastante ampliado para su elección.

140

En segundo lugar, observamos que después de la aplicación de emulsiones similares sobre superficies sólidas, por toda la extensión de la superficie de contacto, el estado supersaturado termina bastante rápido, y en el caso de la formación de cristales, hay una adherencia más bien mayor de los cristales así depositados, que la adherencia que se obtiene con los depósitos provenientes de otros sistemas de dispersión.

145

El fenómeno en cuestión puede explicarse, considerando que las partículas líquidas bajoenfriadas, al aplicarse, poseen una tendencia a fijarse sobre las asperezas de las superficies tratadas; la formación de cristales, que puede comenzar antes de la evaporación del agua y del disolvente, ya que estamos en presencia de una solución supersaturada, se iniciaría, del lado de las partículas, frente a la superficie sólida tratada, de manera que el cristal crecería, manteniéndose bien anclado sobre dicha superficie.

150

155

En tercer lugar, observamos que, por lo general, los depósitos cristalinos y sólidos así obtenidos poseen un grado de finura superior al de los depósitos obtenidos por otros procedimientos. Esta circunstancia conduce al realce de todas aquellas propiedades que se hacen evidentes en relación con el grado de subdivisión de las sustancias sólidas utilizadas.

160

165

Por ejemplo, en el caso de la aplicación del dicloro-difenil-tricloroetano, un compuesto insecticida que actúa por contacto y la actividad del cual se encuentra, por ende, en relación íntima con la subdivisión, - aplicando dicho productos con ayuda del sistema más arriba expuesto, sobre



170

la corteza de árboles infestados por insectos, observaríamos claramente la eliminación de la infestación con dosis mucho menores que las que se requieren cuando el mismo compuesto insecticida se aplica en forma de polvo susceptible de humedecerse (suspensoides) juntamente con una permanencia del efecto mismo durante un período de tiempo sumamente prolongado no obstante el hecho de que las cortezas así tratadas hayan quedado expuestas, durante la etapa experimental, a numerosas lluvias y fuertes vientos.

175

La aplicación de emulsiones basadas en disolventes no sería recomendable para el tratamiento de los mencionados árboles, en vista del efecto pernicioso que el disolvente ejercería en la cantidad requerida por la aplicación. Además, en analogía con otras pruebas realizadas sobre diferentes superficies, la emulsión basada en los disolventes dejaría un depósito insecticida más fácilmente eliminable por los agentes atmosféricos.

180

Los ejemplos que damos a continuación sirven para explicar en forma más clara el alcance de la presente invención, aunque sin limitar en forma alguna el campo de aplicación de la misma.

185

Ejemplo I.- 40 partes por peso de dicloro-difenil-tricloro-etano de tipo comercial, que en adelante llamaremos D.D.T. se agregan, con agitado y caldeo moderado, a 60 partes por peso de sulforicinato de sodio 60%.

190

Se obtiene así una solución clara, que, al enfriarse, se coagula, dentro de unos pocos minutos de agitado, y en aproximadamente una hora si se deja inmóvil, dando así una masa sólida, cerosa.

195

Al examinarse con microscopio, esta masa resulta contener una gran cantidad de cristales pequeños de dicloro-difenil-tricloro-etano.

A continuación la masa se derrite, con calor moderado,



200

obteniéndose otra vez la solución completa del D.D.T.; entonces se agrega, siempre con agitado, una cantidad aproximadamente doble de agua. Se tiene ahora una emulsión lechosa, la que con más agua podrá diluirse aun más.

205

Un examen microscópico indicará que una emulsión de D.D.T. obtenida en la forma que se detalla más arriba estará formada de gotas muy finas, del tamaño de unos pocos micrones, suspendidas en agua.

210

El aspecto mencionado se conserva por mucho tiempo, y tan solo hay una formación mínima de depósito en el fondo y sobre las paredes del recipiente en que se guarda la emulsión en cuestión, mientras que la mayor parte del D.D.T. se mantiene disuelta en la fase líquida dispersada y todavía supersaturada.

215

Ejemplo II.- 50 partes por peso de dicloro-difenil-tricloroetano de tipo comercial se agregan, con agitado y caldeo moderado, a una mezcla de 15 partes de sulfocoleato de sodio y 8 partes por peso de un jabón obtenido saponificando con NaOH una mezcla de 33% de aceite de oliva, 67% de colofonía y de 27 partes por peso de un aceite mineral liviano.

220

Se obtiene así una solución que, al enfriarse, acusará cierta tendencia a mantenerse supersaturada, y que, dentro de dos horas como máximo, si se deja en reposo absoluto, o dentro de unos pocos minutos si se agita, se coagula, como consecuencia de la formación de cristales de D.D.T. incorporados en una masa cerosa; en esta masa, más de la mitad del D.D.T. contenido se encuentra en estado cristalino.

225

230

Dejando que la emulsión de D.D.T. así obtenida se evapore sobre un cristal de microscopio, después de secarse, se encuentra un depósito compuesto de cristales sumamente pequeños, los que se mantienen substancialmente en adherencia con el cristal, aun después de una inmersión prolongada en agua, y cuya agua, inclusive, podrá ser agua corriente,



vale decir que bajo condiciones en las que los depósitos resultantes de la dispersión obtenida con arreglo a otros procedimientos, quedarían fácilmente eliminados.

235

Ejemplo III.- 50 partes por peso de dicloro-difenil-tricloroetano de tipo comercial se agregan, bajo agitado y con un moderado caldeo, a la mezcla de 23 partes por peso de un jabón obtenido saponificando con NaOH una mezcla de 33% de aceite de oliva, 57% de colofonia y 27 partes por peso de un aceite mineral liviano.

240

Se obtiene una solución que, al enfriarse, forma una masa gelatinosa, la que en unas pocas horas se solidifica, como consecuencia de la formación de cristales macizos de D.D.T.

245

Al calentarse dicha solución a una temperatura a la que la masa se vuelve completamente líquida otra vez, y agregando a la misma un poco de agua fría, se obtiene una solución estable, por lo menos durante unos pocos días.

250

Ejemplo IV.- Una mezcla de 30 partes por peso de dicloro-difenil-tricloroetano de tipo comercial, y de 10 partes por peso de los isómeros del hexaclorociclohexano, según se obtienen por la clorinación del benceno en ausencia de catalizadores substituyentes y en presencia de luz actínica, se agrega, por pequeñas porciones, con agitado y moderado caldeo, a la mezcla de 32.4 partes por peso de un aceite mineral liviano, 18 partes por peso de sulfocoleato de sodio y 9.6 partes por peso de un jabón de aceite de oliva y colofonia obtenido en la forma mencionada en los ejemplos I y II.

255

260

Se obtiene una solución que, al enfriarse, de un líquido aceitoso, el que, a su vez, en menos de dos horas se coagula en una masa cerosa maciza, la que, al examinarse bajo microscopio, acusa contener cristales de por lo menos dos clases diferentes; se distinguen claramente las agujas caracte-



265

rísticas del D.D.T., así como los prismas romboidales que corresponden a uno de los isómeros del hexaclorociclohexano.

270

Después de caldeo se obtiene una solución que, cuando se le agrega agua, proporciona una emulsión. Esta emulsión se mantiene estable por espacio de más de 12 horas, después de cuyo período se inicia la formación de un depósito mínimo tanto sobre las paredes como el fondo del recipiente, mientras que la emulsión mencionada más arriba mantiene sus características de dispersión y estabilidad por muchos días más.

275

NOTA

En resumen: La Patente de Invención cuyo registro se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

280

1.- Un procedimiento para hacer dispersables en agua, en el estado líquido, sustancias sólidas que tienen una solubilidad reducida en agua y un punto de fusión superior a la temperatura ambiente, solubles en disolventes que no sean agua, y cuyo procedimiento se caracteriza por el hecho de que las citadas sustancias se mezclan calientes con productos disolventes y emulsificadores, en una cantidad justa suficiente para disolverlas completamente a una temperatura superior a la del ambiente, pero inferior a 100°C. y siendo los citados productos de tal naturaleza que las soluciones obtenidas tienen la propiedad de acusar, previo caldeo, el fenómeno de supersaturación con respecto a las sustancias sólidas.

285

290

2.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1, y que se caracteriza por el hecho de que la sustancia a dispersarse se disuelve en una mezcla de por lo menos un disolvente y de por lo menos un agente emulsificador.

295

3.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1, y que se caracteriza por el hecho de que como sustancia sólida, se hace uso de productos insecticidas



anticroptogámicos y otros análogos.

300

4.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1, y que se caracteriza por el hecho de que como sustancia a dispersar, se hace uso del gammahexaclorociclohexano.

305

5.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1 y que se caracteriza por el hecho de que se hace uso simultáneamente de más de una sustancia a dispersar, de las cuales por lo menos una es sólida a temperatura de ambiente.

310

6.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1, para la elaboración de dispersiones de Dicloro-difenil-tricloroetano, y que se caracteriza por el hecho de que como agente emulsificador se hace uso de la sulfosal de un aceite sin saturar, y como disolvente, un hidrocarburo.

315

7.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1, para la elaboración de dispersiones de dicloro-difenil-tricloroetano, y que se caracteriza por el hecho de que como agente emulsificador se hace uso de un jabón ya sea de colofonia o de ácidos grasos o sulfonatos de ácido graso, de elevado peso molecular, o de mezclas de dichas sustancias.

320

325

8.- Un procedimiento con arreglo a lo reivindicado en la reivindicación 1, para la elaboración de la dispersión de sustancias insecticidas sólidas, y que se caracteriza por el hecho de que las citadas sustancias insecticidas se disuelven calientes y en presencia de un agente emulsificador, en un disolvente aplicado en una cantidad insuficiente para obtener una solución saturada a temperatura de ambiente, y por el hecho de que la mezcla caliente y derretida se mezcla con agua, obteniéndose así la citada dispersión.

330

9.- Se reivindica, por último, como objeto sobre el que



ha de recaer la Patente de Invención que se solicita,  
"PROCEDIMIENTO PARA HACER DISPERSABLES EN AGUA SUSTANCIAS  
SOLIDAS, POCO SOLUBLES EN AGUA".

Todo conforme queda descrito en la presente Memoria  
que consta de doce páginas escritas a máquina por una sola  
cara.

Madrid, 19 de Mayo de 1949

ALFONSO UNGRIA

335