

229045



229045

229045

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

por DIEZ años

cuyo privilegio se solicita para todo el territorio español y sus colonias, a favor de :

BOREAS S. A.

entidad española, domiciliada en Santa Coloma de Gramanet (Prov. de Barcelona) calle Torrent, núm. 9, relativa a :

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SUSPENSIONES ACUO-ESTABLES A BASE DE DICLORO-DIFENIL-TRICLORO-ETANO".

=====



MEMORIA DESCRIPTIVA

229045

La presente Patente de Introducción tiene por objeto un procedimiento para la fabricación de suspensiones acuo-estables, es decir estables en medio acuoso, preparadas a base del compuesto químico de aplicación insecticida denominado dicloro-difenil-tricloro-etano (D.D.T)

5. Dentro de este procedimiento se prevé lograr que la estabilidad de la suspensión perdure incluso cuando la preparación de dicloro-difenil-tricloro-etano se incorpora a masas acuosas conteniendo en suspensión coloidal

10. compuestos macromoleculares, tales como derivados vinílicos, poliestirenos, metacrilatos, etc., los cuales como es sabido, cada día encuentran mayor aceptación para el pintado de paredes, paramentos y superficies en general con fines protectores y decorativos. - - - - -

15.

De acuerdo con una variante prevista dentro del procedimiento se logra en especial vencer el antagonismo que los compuestos de tipo vinílico presentan frente a las suspensiones usuales de D.D.T, antagonismo que se manifiesta en el sentido de reducir su estabilidad

20. a causa de acciones recíprocas de tipo hidrófobo originando una floculación de partículas al poco tiempo de realizada la incorporación, y consiguientemente una sedimentación que constituye un obstáculo para las posteriores aplicaciones de la suspensión. - - - - -

25.



229045

Las suspensiones acuo-estables, tales como las resultantes de la realización del procedimiento, encuentran un amplio campo de aplicaciones para fines insecticidas en forma de recubrimientos peliculares de superficies sobre las que se posan insectos (moscas, mosquitos, chinches, etc.) debido a que el producto activo empleado presenta una toxicidad por contacto tan elevada que basta una concentración superficial de 1/10.000 de millonésima de gramo por centímetro cuadrado para producir la muerte de una mosca en solo el espacio de algunas horas.

30.

35.

40.

Sin embargo, se ha observado que las preparaciones usuales de D.D.T, una vez aplicadas en forma de recubrimiento y especialmente si lo han sido incorporadas a una pintura de resina sintética en suspensión coloidal, solo se mantienen activas durante un tiempo que varía entre seis meses y dos años, cuando en realidad lo deseable sería que su efecto tóxico se mantuviera con duración prácticamente indefinida. - - - - -

Este propósito se alcanza también casi completamente gracias al presente procedimiento, puesto que el dicloro-difenil-tricloro-etano enriquecido de la manera que se expone más adelante, presenta suficiente proporción de grupos moleculares de acción diferida para que sus propiedades tóxicas persistan durante tiempos de cuatro a seis veces superiores que en el D.D.T. usual.

45.

50.

El procedimiento según la invención tiene dos aspectos básicos. Uno, es el empleo de una primera mate-



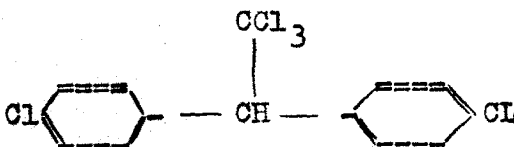
229045

55. ria obtenida en las condiciones especiales que más adelante se detallan; otro, la realización de los procesos de emulsionaje apelando a la acción combinada de agentes que actúan en el terreno físico-químico (productos emulgentes y/o productos estabilizadores) y de agentes que actúan en el terreno estrictamente físico (vibraciones mecánicas). - - - - -

60. Con relación a la primera materia se ha atendido a las consideraciones siguientes. Industrialmente es usual realizar la obtención del dicloro-difenil-tricloroetano a base de tratar cloral o hidrato de cloral con clorobenceno, utilizando oleum de 20 por 100 como agente

65. de deshidratación. El producto bruto obtenido contiene simultáneamente producto de estructura molecular simétrica y producto asimétrico, apareciendo este último en la proporción de 0, 1 a 0,8 por 100 respecto al primero. El producto simétrico, que propiamente debe ser denominado

70. 4-4-dicloro-difenil-tricloro-metil-metano, responde a la siguiente estructura molecular:



75. El producto asimétrico está formado principalmente por compuestos con los iones (Cl) en las posiciones 2-3 y 2-4, acompañadas de menor cantidad de compuesto en la posición 3-4. La existencia de todos estos com-



229045

puestos asimétricos se comprueba ópticamente por medición del poder rotatorio de soluciones del producto en alcohol etílico. - - - - -

- Experiencias efectuadas han permitido comprobar que cuando se emplea como primera materia un dicloro-difenil-tricloro-etano enriquecido en compuestos de estructura molecular asimétrica hasta un contenido del 5 por 100 como mínimo de estos últimos, la estabilidad de las suspensiones en medio acuoso resulta extraordinariamente aumentada, a la par que la toxicidad por contacto del producto hacia los insectos se mantiene durante intervalos de tiempo mucho mayores que cuando el porcentaje es inferior al 1 por 100. Para enriquecer la primera materia hasta la proporción expresada, da buenos resultados someter el producto bruto a sucesivas recristalizaciones selectivas realizadas alternadamente en alcohol etílico y en una bencina ligera o extracto de aceite lampante, tal como el conocido comercialmente bajo el nombre de whitespirit. Las recristalizaciones deben efectuarse de manera que cada vez se obtengan solo cristales hasta un 25-30 por 100 del contenido de la disolución, ya que las primeras fracciones que cristalizan son precisamente las que tienen mayor proporción de compuestos asimétricos. Las aguas madres que van obteniéndose --que como se comprende quedan muy empobrecidas de compuestos asimétricos-- constituyen un subproducto de la fabricación que puede aprovecharse íntegramente para la fabricación de preparaciones insecticidas corrientes a base
- 80.
 - 85.
 - 90.
 - 95.
 - 100.



229045

de D.D.T. (polvos, líquidos para pulverización, etc.)

105. Por lo que se refiere a la realización de los procesos de emulsión, se procederá en primer lugar a disolver una parte de dicloro-difenil-tricloroetano enriquecido hasta un mínimo de 5 por 100 de compuesto asimétrico en seis a diez partes de extracto de aceite lampante. Seguidamente se añade agua conteniendo emulgentes celulósicos, tales como metilcelulosa y carboximetil-celulosa, y a continuación se somete la mezcla a un proceso de agitación por vibraciones ultrasónicas, cuya duración conviene sea, como mínimo, de media hora. Una agitación previa recurriendo a agitadores usuales no es indispensable, si bien permite reducir la duración de la vibración ultrasónica. La suspensión que se obtiene presenta una estabilidad muy prolongada, siendo tanto mayor cuando mayor es la cantidad de emulgente empleado.
110. No obstante, por lo común, una parte de emulgente celulósico por cada quince partes de D.D.T empleado basta para obtener la acuo-estabilidad que interesa. - -
115. En determinadas aplicaciones, podrá ser interesante, con miras a lograr una economía en los citados emulgentes, utilizar una bentonita, preferentemente sódica, como estabilizador de la emulsión. Entonces menores cantidades de metil-celulosa y/o de carboxi-metil-celulosa permiten obtener los mismos efectos de estabilidad, si bien es indispensable recu-
- 120.
- 125.
- 130.

229045



- rrir a un régimen vibratorio de frecuencia comprendida entre 15.000 y 20.000 vibraciones por minuto, asegurándose que se transmita a la totalidad de la masa y manteniéndolo durante un tiempo superior a 40 minutos.
135. Esta variante sólo puede ser utilizada cuando las pinturas de resina sintética que deben recibir la emulsión insecticida no resultan perjudicadas por la presencia de los compuestos que usualmente impurifican a las bentonitas. - - - - -
140. Conforme se ha indicado anteriormente los compuestos de tipo vinílico (cloruro o acetato de polivinilo) presentan un antagonismo hacia las suspensiones usuales de dicloro-difenil-tricloro-etano, que se hace extensiva a las que han sido enriquecidas con compuestos asimétricos según la invención. Tanto la suspensión de resina vinílica como la emulsión de D.D.T. tienen tendencia a flocular, dando origen a partículas de mayor tamaño que van sedimentándose después de algunos minutos, haciendo difícil, por no decir imposible, la utilización de las preparaciones con fines protectores y decorativos. Interesa, pues, comunicar a la suspensión de dicloro-difenil-tricloro-etano una pro-idoneidad hacia los compuestos de tipo vinílico, es decir una condición de simpatía en cuanto a su comportamiento hidrofílico. Esto se logra intercalando dentro del procedimiento según la invención una etapa consistente en asociar físico-químicamente el producto empleado como materia prima con un compuesto tensoactivo del
- 145.
- 150.
- 155.

229045



160. tipo ester sulfonado, obtenido por tratamiento de un alcohol polihidroxilado con un ácido alquilcarboxílico de peso molecular relativamente elevado, como corresponde p.e. a los que poseen de 11 a 20 átomos de carbono en su molécula. Esta etapa podrá tener lugar en cualquier momento técnicamente compatible con otras
165. etapas de ejecución del procedimiento, bien sea quedando intercalada entre ellas, bien sea realizándola simultáneamente con alguna de ellas. - - - - -

170. Describas convenientemente las condiciones de realización del procedimiento según la presente Patente de Introducción por diez años, debe hacerse constar que su objeto será susceptible de ser llevado a la práctica variando ampliamente las condiciones de temperatura y concentración, el número, orden de ejecución y tiempos de duración de las diversas operaciones
175. integrantes, bien sea con el empleo de aparatos totalmente mecánicos o con el concurso de trabajos de tipo manual, y todo ello con independencia del empleo posterior que reciban las preparaciones insecticidas obtenidas según tal procedimiento, tanto si deben quedar
180. incorporadas a pinturas al agua, como si deben ser utilizadas directamente, mientras quede mantenido en todos los casos el espíritu de la invención, cuya esencialidad es la que se resume y concreta en los términos de la siguiente: - - - - -



229045

185.

N O T A

Se declaran de novedad, propiedad y utilidad para todo el territorio español y sus colonias, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S
=====

190.

1ª. Procedimiento para la obtención de suspensiones acuo-estables a base de dicloro-difenil-tricloro-etano, caracterizado por emplear como primera materia un dicloro-difenil-tricloro-etano enriquecido en compuestos de estructura molecular asimétrica hasta un mínimo

195.

de 5 por 100 de este último, alcanzándose éste porcentaje mínimo por sucesivas recristalizaciones selectivas del producto bruto realizadas alternadamente en alcohol etílico y en extracto de aceite lampante (white-spirit)

200.

2ª. Procedimiento para la obtención de suspensiones acuo-estables a base de dicloro-difenil-tricloro-etano, según la reivindicación anterior, caracterizado por transformar un dicloro-difenil-tricloro-etano enriquecido hasta un mínimo de 5 por 100 de compuesto asimétrico y disuelto en extracto de aceite lampante en la

205.

proporción de una parte de aquél por seis a diez partes de solvente, en una emulsión en medio acuoso, utilizando al efecto la acción combinada de emulgentes celulósicos, tales como metil-celulosa y carboxi-metilcelulosa, y de vibraciones ultrasónicas. - - - - -

229045



210. 3ª. Procedimiento para la obtención de suspensiones acuo-estables a base de dicloro-difenil-tricloroetano, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por transformar un dicloro-difenil-tricloro-etano enriquecido hasta un mínimo de 5 por 100 de compuesto asimétrico y disuelto en extracto de aceite lampante en la proporción de una parte de aquél por seis a diez partes de solvente, en una emulsión en medio acuoso estabilizada, utilizando al efecto bentonita como estabilizador y metil-celulosa y/o carboxi-metil-celulosa como emulgente, en acción combinada con un régimen vibratorio de frecuencia comprendida entre 15.000 y 20.000 vibraciones por minuto, transmitido a la totalidad de la masa en tratamiento y mantenido durante un tiempo superior a 40 minutos. - - - - -
- 215.
- 220.
225. 4ª. Procedimiento para la obtención de suspensiones acuo-estables a base de dicloro-difenil-tricloroetano según las reivindicaciones 2 a 3, caracterizado por comprender una etapa de pro-idoneidad hacia los compuestos de tipo vinílico, la cual etapa consiste en asociar físico-químicamente el dicloro-difenil-tricloroetano empleado como materia prima con un compuesto tensoactivo del tipo éster sulfonado de alcohol polihidroxilado con ácido alquilcarboxílico de 11 a 20 átomos de carbono. - - - - -
- 230.
235. 5ª. "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SUS-



229045

PENSIONES ACUO-ESTABLES A BASE DE DICLORO-DIFENIL-TRICLO
RO-ETANO". -----

240. Todo ello conforme queda descrito y reivindica-
do en la presente memoria que consta de once hojas folia-
das y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 24 MAY. 1956

F. A.