



271180

271180

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INTRODUCCION

por DIEZ años en España, por "PROCEDIMIENTO Y

APARATO PARA DISPERSAR SOLIDOS EN UN LIQUIDO"

a favor de

E.I. du Pont de Nemours and Company

domiciliado en WILMINGTON 98, Delaware, EE.UU.

FUENTE DE ORIGEN: Patentes estadounidenses núms.
2.581.414 y 2.855.156, del
8-enero-1952 y 7-octubre-1958
respectivamente.

271130



Esta invención se refiere a un proceso nuevo y mejorado para dispersar pigmentos en medio líquido y/o para reducir el tamaño de las partículas de pigmentos.

5 Por mucho tiempo ha sido un problema en el arte de dispersar sólidos en líquidos incorporar económica y eficientemente los sólidos de tal forma que permanezcan en suspensión durante largos períodos y, en el caso de pigmentos en vehículos formadores de película, que su tamaño de partículas permita la formación de películas lisas y no granuladas, que tengan características adecuadas de color y poder de recubrimiento.

10 Los procesos anteriores para incorporar sólidos en líquidos comprendían la utilización de diversas máquinas pulverizadoras y dispersadoras, tales como los molinos de piedra, molinos de bolas o de pastillas, molinos de rodillos o de hule, molinos coloidales, mezcladores Werner y Pfleiderer, y mezcladores Banbury. En estas máquinas, los sólidos se sometían a frotamiento, impacto, corte, o molido, o a una combinación de estas acciones, generalmente en presencia de un medio líquido de dispersión. Sin embargo, cada una de estas máquinas, o sus correspondientes procesos, tiene una o más desventajas, v. gr., necesidad de una gran inversión, mantenimiento costosos, bajo volumen de producción, eficiencia baja, introducción de impurezas indeseables, períodos grandes de tratamiento o incapacidad de operar como un procedimiento continuo. Algunos procesos comerciales comprendían la utilización de una pluralidad de estas máquinas, pero siempre ha existido la necesidad de un proceso que abarque los mejores aspectos de las máquinas anteriormente mencionadas sin tener que utilizar equipo costoso o complicado.

25 Es un objeto principal de la presente invención proveer un procedimiento sencillo, económico y eficaz para dispersar sólidos

5

10

15

20

25

30

271180



(particularmente pigmentos) en medios líquidos o fluidos. Es otro objeto de esta invención proveer un aparato triturador barato y eficaz para dispersar continuamente pigmentos en líquidos o fluidos, que sea de costo original bajo, de fácil manejo y mantenimiento económico. Es un objeto adicional proveer un proceso mejorado para dispersión continua, resultante en una mayor uniformidad de dispersión, menor consumo de potencia y menor costo por unidad de pigmento dispersada, "capacidad de trituración" aumentada o kilogramos de pigmento dispersados por unidad de tiempo, y una mejora en el balance global de costo y calidad en la composición final. Es aún otro objeto adicional proveer un proceso mejorado de dispersión continua, resultante en una dispersión uniforme en un tiempo más corto que los que hasta ahora habían sido posibles. Es un objeto más específico proveer un proceso continuo mejorado para la dispersión rápida de pigmentos en composiciones de recubrimiento. Es aun otro objeto proveer un proceso continuo mejorado para romper aglomerados y para reducir el tamaño de las partículas de pigmentos.

Estos objetos y otros que se harán aparentes a medida que la descripción continúa, son logrados mediante la agitación, en un aparato adecuado, de arena de 20 a 40 mallas, un material dispersante formador de película y el pigmento que va a dispersarse.

Aunque se ha encontrado que cualquier tipo de arena funciona en este proceso, es preferido utilizar arena del tipo Ottawa.

El término "arena Ottawa) se aplica a la arena encontrada en la vecindad de Ottawa, Illinois, Estados Unidos de America, y se hace referencia a ella en la especificación C-190 de la A.S. T.M. como una arena de prueba para ensayar hormigón. Se vende bajo esa designación en la forma de un artículo comercial regular. Se ca-

271180



5 racteriza por tener un alto contenido de sílice (99% o más), sustancialmente todas las partículas son cristales individuales o partes de ellos, prácticamente no se encuentran presentes conglomerados o grupos de cristales cementados por materiales extraños, y las partículas individuales tienen bordes redondeados.

10 La arena se vende comunmente mediante la designación de tamaños, tal como "20 a 30 mallas". Esto significa que las partículas de arena son lo suficientemente pequeñas para pasar a través de un tamiz del No. 20, pero lo suficientemente grandes como para no pasar a través de un tamiz del No. 30. La especificación E-11 de la A.S.T.M. da las siguientes relaciones entre el número de tamiz y aberturas de tamiz:

<u>Tamiz No.</u>	<u>Abertura del tamiz, mm.</u>
4	4.76
15 10	2.00
12	1.68
16	1.19
20	0.84
30	0.59
20 40	0.42
50	0.297
60	0.250
70	0.210
80	0.177
25 100	0.149
120	0.125
140	0.105
170	0.088

30 Con el fin de describir más claramente esta invención se hace referencia a los dibujos adjuntos que ilustran disposicio-



271180

nes del aparato adecuado para llevar a cabo la invención, en los cuales:

5

La figura 1 es una vista vertical seccional de un aparato sencillo y eficaz para la operación intermitente por cargas.

Las figuras 2 y 3 son vistas verticales seccionales que muestran modificaciones del aparato ilustrado en la figura 1.

La figura 4 es una vista vertical seccional de un aparato para la operación continua.

10

Las figuras 5 y 6 son secciones horizontales sobre las líneas 5 - 5 y 6 respectivamente, de la figura 4; y

La figura 7 es una vista vertical seccional que muestra una modificación del aparato ilustrado en la figura 4.

15

La figura 8 es una vista vertical seccional que muestra un aparato para la operación continua, alimentado por el fondo y teniendo el cedazo de descarga en la parte superior.

20

Las figuras 9 y 10 muestran detalles de los anillos impelentes anulares y enrayados, utilizados en el aparato de la figura 8, siendo la figura 10 una sección vertical a través de la figura 9, sobre la línea 10 - 10.

25

Haciendo referencia a la figura 1, el aparato comprende un recipiente cilíndrico 1 de parte superior abierta, que tiene una flecha agitadora 2, impulsada a motor y suspendida verticalmente a lo largo de su eje. La flecha 2 se equipa con uno o más impelentes 3 de cualquiera forma deseada, tales como discos circulares planos o curvados, hélices, paletas u otros medios de agitación.

30

El aparato de operación continua mostrado en la figura 4 comprende un recipiente 1 que tiene impelentes 3 montados sobre una flecha 2. El recipiente 1 tiene una abertura 4 adecuada, de cualquier forma deseada y en cualquier posición a lo largo de su

271180



5

10

15

lado, parte superior, o fondo (pero aquí mostrada en un lado cerca del fondo), cubierta por un tamiz de malla 5. Una chaqueta circunferencial 6 rodea la porción inferior del recipiente 1, y está equipada con aberturas 7 y 8 para descargar el material procesado, que son controladas por medio de las válvulas 9 y 10, respectivamente. Los propósitos principales de esta chaqueta son conservar la superficie externa del tamiz húmeda, recibir la presión interna que la altura del líquido en el recipiente 1 ejerce sobre el tamiz, mediante el líquido que se encuentra en la chaqueta y que resiste dicha presión, y establecer un recipiente a modo de que pueda mantenerse una velocidad uniforme de descarga. La parte superior del recipiente 1 está equipada con una chaqueta circunferencial 11 equipada con abertura de entrada y de salida 12 y 13, respectivamente, para un fluido controlador de la temperatura, tal como el agua o el vapor (no mostrado).

20

El tamiz 5 está montado sobre la abertura 4 en el recipiente 1 por cualquier medio que evite las fugas alrededor de los bordes. El tamaño de la malla del tamiz debe ser tal que la disposición fluya libremente a través de ella durante la operación normal, sin permitir que la arena pase a través de ella. Por ejemplo, en la producción de base de esmalte para molino utilizando arena de 20 a 30 mallas (0,84 a 0,59 mm), es adecuado un tamiz estándar de 80 x 80 mallas, que tiene aberturas de 0.177 mm.

25

30

Debe entenderse que el dibujo ilustra ejemplos sencillos de las muchas disposiciones útiles en los amplios aspectos de esta invención, y por lo tanto ilustra solamente los elementos básicos. Por ejemplo, (1) la parte superior del recipiente 1 puede ser abierta o cerrada; (2) tal como se muestra en la figura 2, los impelentes pueden estar equipados con barras verticales 14 en la extremidad exterior; (3) tal como se muestra en la figura 3, el re-

271180



5 recipiente de trituración puede contener mamparas 15 de cualquier diseño deseado; y (4) tal como se muestra en la figura 7, la chaqueta 11 puede rodear toda la unidad, incluyendo la chaqueta 6. Además, los impelentes 3 pueden estar montados sobre el centro o fuera del centro y formando cualquier ángulo deseado con la flecha 2, pero en este caso son mostrados sobre el centro.

Las dimensiones reales no son críticas, pero los dibujos están aproximadamente a escala para un aparato que podría ser utilizado para hacer una base de esmalte de molino.

10 Los materiales de construcción son preferiblemente acero, aunque el equipo puede estar cubierto superficialmente con hule o materiales similares, y los impelentes pueden ser de vidrio o de cualquier otro material adecuado.

15 En la operación intermitente, los ingredientes se añaden en las proporciones adecuadas y se agitan a una velocidad lo suficientemente rápida para conservar la concentración de los componentes razonablemente uniformes en todo el recipiente. La mezcla se detiene en el punto deseado en el proceso, y la arena se separa de la mezcla por asentamiento, decantación, centrifugación, filtración u otros medios convenientes.

20 Para utilizar el equipo mostrado en la figura 4, para hacer una base de esmalte de molino mediante un proceso continuo, el pigmento y el vehículo pueden ser premezclados para formar un lodo en las proporciones adecuadas, o los ingredientes individuales pueden ser medidos o pesados para introducirlos al aparato a través de la parte superior, manualmente o por medios automáticos. Habiendo sido previamente determinada la relación apropiada de arena a lodo, en volumen (30% a 65% de arena por 70% a 35% de lodo), y habiendo sido cargados la cantidad apropiada de arena y de otros componentes en el recipiente de molienda; esta relación se mantiene

25

30

271130



controlando la velocidad de entrada del medio dispersante y del material que se va a dispersar, a modo de que sea igual a la rapidez de salida del material completamente dispersado.

5 Al tiempo que los ingredientes están siendo cargados en el recipiente 1, con la válvula inferior 9 cerrada y la válvula superior 10 abierta, los impelentes 3 están girando a la velocidad deseada. Las partículas de arena, que están moviéndose en forma relativamente rápida y que están distribuidas uniformemente en toda la mezcla, dispersan el pigmento en el vehículo, rompen los aglomerados, y producen una dispersión tersa y uniforme que fluye a través de la malla 5, mientras que ésta última retiene la arena. Después de llenar la chaqueta 6, el material dispersado fluye por la abertura 8 a una velocidad controlada mediante la válvula 10. Si el proceso requiere calentamiento o enfriamiento, puede hacerse circular un
10 fluido adecuado cambiador de calor a través de la chaqueta 11 vía conexiones 12 y 13. Después de completarse la operación, el aparato puede ser drenado y lavado a través de la abertura 7 y la válvula 9, o puede ser dejado en condición de "listo para arrancarse", cerrando las válvulas 9 y 10, llenando el recipiente al nivel deseado con un
15 solvente adecuado, y cubriendo la parte superior del recipiente.

20 Utilizando el equipo mostrado en la figura 8, el procedimiento es sustancialmente el mismo con la excepción de que se introduce un lodo de los ingredientes por debajo de los impelentes a través del tubo de entrada 16 (mostrado aquí entrando a través del fondo), a partir de un recipiente (no mostrado). El lodo se mueve por gravedad, o preferiblemente mediante una bomba medidora 17, a suficiente presión para que el nivel dentro del aparato sea mantenido cerca de la parte superior del tamiz 5. El material dispersado, que ha pasado hacia arriba a través de la zona de trituración
25 y hacia afuera a través del tamiz, se descarga por medio de la sa-

271180



5 lida 8, mostrada aquí como una artesa inclinada hacia abajo. Cuando se utiliza un gran número de impelentes tal como se muestra en la figura 8, o cuando la flecha es larga por otras razones, el extremo inferior de la flecha puede ser estabilizado contra vibración radial o flexión, instalando una rueda de polea plana de banda 18. Alternativamente, el extremo inferior de la flecha puede ser alargado para llegar a una estructura de soporte (no mostrada) fijada en o cerca del fondo del recipiente, bajo cuyas condiciones el tubo de entrada 16 puede entrar en el recipiente por un punto desplazado de dicho soporte.

10 El aparato de proceso continuo con alimentación por el fondo, mostrado en la figura 8, está particularmente adaptado para velocidades de producción del orden de tres a cinco veces las de un aparato de proceso continuo, de 2 ó 3 impelentes y alimentación superior, tal como el ilustrado en la figura 4, cuando los dos tipos de aparatos que se comparan tienen capacidades volumétricas sustancialmente iguales y se utilizan para procesar el mismo lodo.

15 Debido a que la presencia de partículas duras, areniscas o ásperas en una película tersa ha estado siempre asociada con agentes sucios de trituración para pinturas, esmaltes y composiciones similares de cubrimiento, se han pasado grandes dificultades, especialmente para hacer esmaltes, lacas y cubrimientos para telas, de alta calidad, para evitar la presencia de cualesquiera de tales ingredientes contaminadores en la composición final de recubrimiento. Por lo tanto, fué completamente inesperado que la utilización deliberada de arena como agente pulverizador y dispersante en la manufactura de tales composiciones rindiera productos satisfactorios, y fué aun más inesperado que produjera, en muchos casos, un material mejorado desde el punto de vista de dispersión uniforme, fineza de

20

25

30

271180

13 OCT. 1937



5 las partículas, brillo, color, y tersura de la película terminada, y completa ausencia de arenisca. Asimismo, no existía razón alguna para esperar la resultante facilidad de operación y absoluta eficacia del proceso, o aun su relativa eficacia en comparación con otros procesos para la trituración de esmaltes.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de la invención:

EJEMPLO I

Base de molino, de esmalte de resina alquídica.

Gramos.

10	Resina glicerol-ftalato modificada con	
	52,7 por ciento de aceite de linaza.....	15.1
	Lecitina de soya (solución al 50%).....	1.5
	Hidrocarburo solvente	17.5
	Inhibidor fenólico (solución al 1%).....	2.8
15	Pigmento de dióxido de titanio	<u>63.1</u>
		100.0

20 Para una comparación directa de diversos tipos de arena, se preparó un lodo de alrededor de 3.785 litros de la composición anterior (una base de molino para un esmalte de alta calidad), para cada tipo de arena que se iba a probar. Para cada prueba este lodo se molió, con 1000 gramos de la arena que se iba a probar, en un

25 recipiente de trituración continua de 0,946 litros, equipado con un tamiz de alambre de 100 x 100 mallas y provisto con dos impelentes discocales de vidrio de 38.1 milímetros de diámetro, separados por una distancia de alrededor de 38.1 mm. entre sí sobre la flecha, que

30 fué impulsada a 2.350 rpm. Se añadió suficiente lodo para llevar el nivel, durante la agitación, hasta llegar a 12.7 mm. de la parte superior del recipiente, resultante una relación volumétrica de arena a mezcla total (arena y lodo) de 50% aproximadamente. Mientras se agitaba continuamente, se añadió mas lodo (hasta que prácticamente

271180



toda la carga había sido tratada) a una velocidad igual a la velocidad de salida de la base de molino dispersada con el fin de mantener una relación volumétrica sustancialmente constante de arena a mezcla total.

5

Los resultados de estas pruebas suministraron la siguiente información sobre la utilidad de diversos tipos de arena en este proceso:

10

1.- En vista de que no se dispuso de arena con un tamaño de partículas de 4 mallas (4,76 mm), y el vidrio posee las propiedades de la arena en un alto grado, se probaron bolas de vidrio de 5 milímetros de diámetro en lugar de la arena. Esto rindió una velocidad de producción promedio de 22,71 litros por hora, pero la dispersión producida no fué satisfactoria para esmaltes, o aún para pinturas de casa de buena calidad, ya que dió lecturas de fineness mayores de 0.0508 mm. en un probador de molido de fineness del tipo de raspadura, basado en las Normas Norteamericanas de Fineness (North Fineness Standards) (con un índice de 0.0508 a 0.000 mm. de profundidad), resultantes de aglomerados de pigmento que no fueron quebrados.

15

20

2.- La arena de New Jersey de 12 mallas rindió una velocidad de producción promedio de 9.463 litros por hora. La fineness fué ligeramente más tosca que 0.0127 mm. y satisfactoria para pinturas de casa de buena calidad, pero no para esmaltes.

25

3.- La arena de Ottawa de 20 a 30 mallas rindió una velocidad de producción promedio de 3.153 litros por hora con una fineness de 0.0102, que fué satisfactoria para esmaltes.

30

4.- La arena de Cape May de 30 a 40 mallas rindió una velocidad de producción promedio de 2.990 litros por hora con una fineness de 0.0051.

5.- La arena de Ottawa de 70 a 90 mallas rindió una velocidad de producción promedio de 1.185 litros por hora con una fi-

271180



neza adecuada. Esto fué más rápido que el equipo de molido convencional pero suficientemente más lento que las pruebas anteriores para hacerlo menos útil en un proceso comercial.

5

6.- La arena de Ottawa de 115 a 150 mallas, preparada mediante la selección de arena que había sido pulverizada a propósito en un molino pulverizador, requirió un tamiz de 200 x 200 mallas para retener la arena, pero la experiencia demostró que una cantidad sustancial de arena aun más fina se encontraba presente en la dispersión resultante, indicando que había sido imposible eliminar estas partículas extremadamente pequeñas de arena en el proceso de selección. Esto rindió una velocidad de producción muy baja de 0,263 litros por hora, y la base de molino resultante fué inútil debido a que era arenosa debido a la presencia de pequeñas partículas de arena.

10

15

EJEMPLO II

Base de molino para esmalte de resina alquídica.

Partes en peso.

Resina glicerol-ftalato modificada con	
52,7% de aceite de linaza.....	45,0
Solvente de hidrocarburo de petróleo.....	45,8
Pigmento negro de carbón en perlas.....	<u>9.2</u>
	100.0

20

25

30

La solución de resina alquídica y el pigmento se alimentaron separadamente en un aparato de molido continuo de 18.93 litros, similar al mostrado en la figura 4, pero sin chaqueta que encierre al área del tamiz, en la relación de 90.8 partes de solución a 9.2 partes de pigmento. El aparato contuvo alrededor de 22.68 kg. de arena de Ottawa de 20 a 30 mallas. El proceso se controló a modo de conservar el nivel del líquido a alrededor de 17.03 litros. Se mantuvo agitación a alrededor de 600 rpm durante unos 20 minutos con una

271180



placa de cubierta sobre el tamiz para evitar el flujo hacia fuera. La placa se eliminó a continuación, la agitación se prolongó, y se agregaron ingredientes en la relación anterior a una velocidad igual a la salida que fué de alrededor de 30.28 litros por hora.

5

Esta base de molino negra fué adecuada para su tratamiento ulterior para producir un esmalte negro mediante la adición de materiales convencionales formadores de película y productores de esmalte, secadores adecuados y solventes. También pudo utilizarse para impartir un tinte negro a otros esmaltes.

10

EJEMPLO III

Esmalte.

Gramos.

15

Resina urea-formaldehído modificada con butanol y en solución en butanol (60% de sólidos) 15

Resina glicerol-ftalato modificada con 55% de aceite de ricino y disuelta en mezcla 20-80 de hidrocarburo de petróleo y butanol (65% de sólidos) 17

20

Hidrocarburos solventes 130

Pigmento de dióxido de titanio 392

554

25

Esta composición se pulverizó en una lata de 0.946 litros con 1000 gramos de arena de Ottawa de 20 a 30 mallas durante 15 minutos y rindió una base de molino que fué reducida con resinas adicionales y solventes adicionales para producir un esmalte industrial del tipo de respaldo, duro.

30

Además de los productos de esmaltes de resinas alquídicas de los ejemplos 1, 2 y 3, pueden producirse otras bases de molino de resinas alquídicas para esmaltes, o esmaltes terminados,

271180



5 utilizando otras resinas alquídicas hechas con varios alcoholes, polihídricos, ácidos policarboxílicos, y ácidos de aceites o aceites, y con relaciones ampliamente variables de componentes. La naturaleza del modificador de aceite o de ácido de aceite en la resina no es crítica. Los aceites secantes, tales como el de linaza, el de tung y el de ricino deshidratado, trabajan satisfactoriamente, tal como lo hacen los aceites semisecantes, tales como los de soya, y los aceites no secantes, tales como los de ricino, así como también sus ácidos de aceite.

10 EJEMPLO IV

Composición impregnadora de tela.

	Partes en peso
Poliétileno clorosulfonado (dispersión al 25% en tolueno)	200
15 Tolueno	95
Alcohol etílico (2B desnaturalizado)	5
Pigmento de barita	<u>100</u>
	400

20 El polietileno clorosulfonado se preparó de conformidad con la descripción de la patente de EE.UU. nº 2.212.786.

25 Los ingredientes anteriores se mezclaron, se añadió un volumen de arena de Ottawa de 20 a 30 mallas, correspondiente a alrededor del 50% del volumen de la mezcla de anterior, y la masa se agitó en una lata ordinaria de 0,946 litros mediante un agitador convencional de paletas de hélice durante 15 minutos a 2.000 rpm. La masa se dejó reposar a continuación durante unos 5 minutos, durante cuyo tiempo toda la arena se asentó, manteniendo parte del material dispersado. La dispersión sobrenadante fué fácilmente decantada del residuo con un rendimiento de alrededor de 80%. Se obtuvo un rendimiento de 100% en cargas subsecuentes, utilizando cargas

30

27 1 1 8 0 13 OCT.



adicionales de la misma composición y la misma arena sin limpieza o lavado.

5 El grado de dispersión de pigmento obtenido durante este molido de 15 minutos fué equivalente a un molido de 24 horas en un molino de bolas convencional, y la dispersión estuvo libre de arenisca, suciedad, o partículas de arena.

10 Otras composiciones de impregnación de telas, con contenidos más variados y complejos de constituyentes, respondieron igualmente bien a este proceso de molido. El número y la naturaleza de muchos diferentes pigmentos, aceites, plastificadores, resinas y solventes presentes en combinaciones preparadas para impregnar telas no interfirieron con la mejora fundamental mostrada en la composición básica, que contiene solamente un ingrediente formador de película, un pigmento un solvente y otro constituyente más.

15 EJEMPLO V

Composición para impregnar tela.

20 Algunas composiciones para impregnar telas se hacen mediante un proceso llamado "proceso de pasta", en el cual se muelen primeramente pigmentos secos en un plastificador, por medio de un molino de rodillos o en un molino de bolas. A continuación se añade una resina seca pulverizada, tal como el cloruro de polivinilo, a la mezcla de pigmento y plastificador, junto con pequeñas cantidades de líquidos volátiles que son solventes para el plastificador pero no para la resina. Esta mezcla se muele nuevamente en un molino de 25 bolas o de rodillos para dispersar la resina insoluble en la composición fluida. Tales composiciones contienen de 85 a 100 por cien de componentes no volátiles.

30 El proceso de esta invención es particularmente útil para preparar tales composiciones en una sola operación, eliminando así el proceso convencional de pasos múltiples.

271180



Un ejemplo de esta operación mejorada es como sigue:

	Partes en peso
Polvo de cloruro de polivinilo	33.68
Aceite de ricino soplado	1.11
5 Ftalato de dibutoxi etilo	19.10
Nafta V. M. & P.	8.84
Lecitina de soya	0.68
Ortofenilfenol	0.87
Alcohol etílico (2B desnaturalizado)	5.69
10 Estabilizador	1.01
Pigmento de sulfuro de cadmio	9.70
Pigmento de baritas	<u>19.32</u>
	100.00

15 El tamaño de las partículas del polvo de cloruro de cloruro de polivinilo fué de 0,5 a 1,0 micras.

20 Todos los ingredientes, a excepción del cloruro de polivinilo, fueron agitados, tal como en el ejemplo 1, con un volumen igual de arena de Ottawa de 20 a 30 mallas durante 10 minutos a 1,760 rpm. El polvo de cloruro de polivinilo fué entonces añadido y el mezclado se prolongó durante 10 minutos más. La mezcla total fué finalmente filtrada a través de un tamiz de 80 mallas para separar la arena. Se obtuvo un rendimiento de 72.5%. Se obtuvo un rendimiento de 100% en moliendas subsecuentes de cargas adicionales de la misma composición, utilizando la misma arena sin limpiar.

25 Ejemplo 6

Dispersión de pigmento.

30 Este ejemplo ilustra una función del proceso, rompiendo aglomerados de pigmento y dispersando las partículas en un líquido sin reducir materialmente el tamaño de las partículas primarias.



271180

Gramos

Resina silicón	39
Pigmento de dióxido de titanio	198
Xileno	<u>54</u>
	291

La resina silicón fué un esqueleto molecular estable de átomo de silicio y oxígeno alternados, el cual tiene radicales orgánicos unidos a cada uno de los átomos de silicio, y estuvo designada por la denominación Silicone Dow-Corning DC-802.

Se hizo un lodo con estos tres ingredientes en una lata ordinaria de 0,473 litros, se agregaron 500 gramos de arena de Ottawa de 20 a 30 mallas y la mezcla se agitó durante 15 minutos a 2.000 rpm. El producto separado fué una dispersión tersa que pudo ser utilizada como una composición de recubrimiento, o como un ingrediente en una composición de recubrimiento que contenga otros materiales formadores de película compatibles.

EJEMPLO VII

Base de molino para laca de nitrocelulosa.

Se hizo una base de nitrocelulosa en la forma siguiente

	Gramos
Acetato de butilo	9.2
Acetato de metilisopropilcarbinol	6.8
Metilisobutilcetona	15.7
Metilisobutilcarbinol	7.2
Alcohol isopropílico	28.8
Metiletiloetona	28.4
Tolueno	8.3
Nafta de petróleo	9.9
Xileno	12.4
Nitrocelulosa (1/4 de segundo)	<u>53.3</u>
	180.0

271180



Esto se utilizó en una base de molino como sigue:

	Gramos
Base de nitrocelulosa	180
Aceite de ricino soplado	29
5 Alcohol isopropílico	22
Metilisobutilcarbinol	15
Tolueno	51
Xileno	12
Metiletilcetona	71
10 Acetato de butiló	18
Acetato de metilisobutilcarbinol	12
Metilisobutilcetona	11
Pigmento azul de Milori	67
Pigmento de óxido de zinc	<u>6</u>
15	494

Una carga de 494 gramos de la base de molino y 1.000 gramos de arena de Ottawa de 20 a 30 mallas se mezclaron en una lata de pintura de 0,946 litros durante 1,25 horas a 2,350 rpm. La arena se eliminó por filtración. Resultó una dispersión tersa que fué adecuada para su mezclado ulterior con solvente, plastificador y nitrocelulosa adicionales, para producir una laca. El más rápido de los antiguos procesos de dispersión de pigmento en laca requería de 6 a 8 horas para una calidad de dispersión comparable.

Otras aplicaciones útiles de esta invención para la elaboración de lacas incluyen el dispersar el pigmento en un plastificador (en ausencia de nitrocelulosa) y después de lo anterior, reducir la base a una laca, o dispersar el pigmento en presencia de todos los ingredientes de la laca terminada.

EJEMPLO VIII

Base de molino para esmalte de resina alquídica.

30



271180

5

Se preparó la composición del ejemplo 1 en la forma de un lodo en un mezclador adyacente al aparato continuo mostrado en la figura 8, en el cual los impelentes fueron como se muestra en las figuras 9 y 10, y el cual había sido cargado con arena de Ottawa de 20 a 30 mallas, seca, a un punto justamente por debajo del lugar donde el tamiz se une a la parte superior del recipiente cilíndrico.

10

Una porción del lodo se vertió sobre la arena en el recipiente y se dejó que escurriera hacia abajo a través de la arena hasta que los poros estuvieron llenos y el lodo se encontró sustancialmente al mismo nivel que la arena.

15

A continuación se inició el bombeo del lodo de la mezcla adyacente al fondo del recipiente molido y se puso en marcha el motor impulsor de la flecha de los impelentes.

20

El nivel de la mezcla total se elevó hasta cerca de la parte superior del tamiz y el lodo molido comensó a fluir a través del tamiz y a entrar en un recipiente de recolección en la salida. Muy poco tiempo después, la fineza de la dispersión que fluía por la salida fué de 0.0051, en cuyo tiempo, el primer recipiente de recolección se reemplazó con un recipiente de recolección de producto. La pequeña cantidad de material parcialmente tratado que se recogió anteriormente se regresó al mezclador adyacente para efectuar su tratamiento completo. En este momento, el proceso se encontraba operando continuamente, y cuando el suministro de lodo crudo en el mezclador estaba casi agotado, se preparó un suministro adicional de manera que la operación continua del aparato de molido no fuera interrumpida.

25

30

La velocidad a la cual se produjo base de molino molido fué aproximadamente de cuatro veces la velocidad obtenida con un aparato de conformidad con la figura 4, sustancialmente

271180



del mismo tamaño.

La base de molino molida así producida se utilizó en la elaboración de un esmalte de alto brillo mediante la adición de un secador metálico y resina y solvente adicionales.

5

EJEMPLO IX

Reducción de partículas de pigmento.

Se preparó un lodo concentrado, bastante espeso pero capaz de flotar, con agua y pigmento anaranjado de cromo seco. Aproximadamente un tercio de 0,946 litros de este lodo se vertió en una lata de pintura ordinaria de 0,946 litros de capacidad. Se añadió arena de Ottawa de 20-30 mallas hasta que el volumen total alcanzó aproximadamente tres cuartos de 0,946 litros. Esta mazola fué agitada durante 20 minutos a 2.300 rpm utilizandose un disco impelente plano accionado por motor. Se dejó reposar la mezcla separándose posteriormente el lodo de pigmento. El color era amarillo en lugar de su color original anaranjado debido a la reducción de tamaño de las partículas primarias.

10

15

EJEMPLO X

Dispersión de Resina de vinilo no pigmentada

20

Eter monobutílico de Glicol etilénico	204	gramos
Ciclohexanona	29	"
Xileno	99	"
Polvo de resina de vinilo	<u>149</u>	"
	481	

25

El polvo de resina de vinilo era un copolímero que contenía alrededor de 95% de cloruro de vinilo y 5% de dimetil fumarico. Se mezclaron los tres primeros ingredientes y se añadió alrededor de 1000 gramos de arena de Ottawa de 20-30 mallas. El polvo de resina fué añadiendose entonces gradualmente durante la agitación que continuó a 1300 rpm durante 25 minutos con un agitador del tipo

30

271180



de hélice. El líquido sobrenadante fué retirado después de un período de reposo, y la dispersión obtenida fué igual a la resultante de 1 a 3 días de molido en un molino de piedras convencional.

Si se requiere un molido más fino en cualquier caso particular, ésta puede ser lograda como sigue:

1.- En un proceso intermitente, la agitación puede ser prolongada.

2.- En un proceso continuo, el efluente puede ser recirculado a través del mismo equipo o de un equipo duplicado.

3.- En un proceso continuo, las áreas del tamiz de descarga pueden ser restringidas; o

4.- En un proceso continuo, las velocidades de alimentación y de producción puede ser disminuidas.

Todas las composiciones hechas por el proceso de la presente invención en los ejemplos anteriores, y otras dispersiones de pigmentos en materiales formadores de película, pueden prepararse en un aparato de proceso intermitente, en un aparato de proceso continuo de alimentación superior, o en un aparato de proceso continuo con alimentación inferior, con resultados equivalentes en calidad pero con velocidades de producción aumentativas en el orden mencionado.

La capacidad volumétrica del aparato puede variar desde pequeñas latas, tales como latas de 0.946 litros, para pequeñas cantidades de dispersión, hasta recipientes de tamaños para producción en gran escala, con contenidos del orden de 113.55 litros. Pueden utilizarse recipientes aun mas grandes cuando los requerimientos estructurales y de suministro de energía pueden ser satisfechos.

La operación de esta invención no está restringida a los sólidos dispersados o a los medios de dispersión establecidos

27 1 1 8 003 021



5 en los ejemplos anteriores. Por ejemplo, todos los pigmentos comun-
mente utilizados en las composiciones de cubrimiento responden al
molido o dispersión mediante este proceso. Tales pigmentos incluyen
blancos y colores, orgánicos e inorgánicos, naturales y sintéticos,
y extendedores. Además, como se muestra en el ejemplo I los materia-
les resinosos puedan dispersarse en líquidos. Cualquier material
formador de película en forma razonablemente fluida (de viscosidad
relativamente baja), sirve como medio de dispersión para los pig-
mentos seleccionados. Tales formadores de película incluyen aceites
10 crudos y tratados (secantes, semi-secantes y no secantes), barnices
oleo-resinosos, resinas naturales y sintéticas, resinas modificadas
al aceite, materiales celulósicos, emulsiones de estas sustancias y
plastificadores.

15 Los líquidos no formadores de película pueden también
comprender el medio de dispersión. Por ejemplo, agua y disolventes
orgánicos (incluyendo líquidos orgánicos que no son necesariamente
disolventes para el sólido que va a dispersarse, por ejemplo, xileno
en el Ejemplo X).

20 Aunque la arena de Ottawa de 20 a 40 mallas es la cali-
dad preferida de arena para ser utilizada en la práctica de esta
invención, tal como se discutió anteriormente, la utilización de
cualquier arena dentro de ese gama y de cualquier origen, producirá
dispersiones satisfactorias dentro de períodos de molido relativa-
mente cortos en comparación con los procesos anteriores. Por supues-
25 to que en el caso de esmaltes de alta calidad, la arena utilizada
debe estar libre de toda impureza desemenizable y es por esta razón
que se prefiere la arena de Ottawa o su equivalente. En otras pala-
bras, cuando se hace referencia aquí a una gama dada de tamaños,
tal como de 20 a 40 mallas, esto quiere decir que la arena permanece
30 dentro de esta clasificación de tamaños en toda la operación de moli-



do, aproximadamente.

5 Para la mayoría de los propósitos de esta invención, el vidrio y algunas cuentas de plástico, en los correspondientes tamaños, son los equivalentes de la arena, ya que no solamente son duros y relativamente no desmenuzables, sino que son inertes desde el punto de vista de afectar el color de los materiales que se están dispersando. Cuando se utilizan cuentas o perlas de plástico, éstas, desde luego, no deben suavizarse a las temperaturas encontradas en la operación de dispersión.

10 La relación volumétrica de arena a mezcla total (arena, líquido y sólido que se va a dispersar) es importante para la operación eficiente de esta invención. Una concentración demasiado baja de arena determina largos períodos de agitación o molido. Una concentración demasiado alta evidentemente desperdicia espacio en el aparato, disminuye la fluidez de la mezcla y generalmente limita la
15 eficacia. La concentración preferida es de 45% a 60% en volumen de arena, aunque las concentraciones de 30% a 65% en volumen son eficazmente operables.

20 La determinación de la viscosidad de las mezclas iniciales es difícil debido a que son heterogéneas (no tersas, sino grumosas), pero los productos finales son tersos y sus viscosidades pueden ser determinadas mediante métodos normales. Las condiciones preferidas rinden productos que tienen una viscosidad de 1 a 250 poises (unidad de viscosidad) al final del período de molido.

25 De la descripción anterior se hace aparente que esta invención representa un avance de importancia en el arte de preparar dispersiones. Hasta ahora, los procesos habían sido lentos y costosos y habían requerido equipo costoso y complicado. Mucha de la complejidad en el arte ha sido originada por los intentos realizados para
30 hacer productos tersos, limpios y uniformes, libres de suciedad y



271180

arenisca. Se ha tenido sumo cuidado, para producir composiciones de alta calidad, en purificar y limpiar los ingredientes y en utilizarlos solamente en el mejor equipo. Ahora, por inesperado que parezca, se ha encontrado que la arena, una de las sustancias hasta ahora más celosamente evitadas, puede ser utilizada en el equipo más simple para producir eficientemente y a bajo costo, composiciones de recubrimiento de alta calidad. Estas composiciones de recubrimiento, por ejemplo, pueden ser utilizadas en donde la inspección crítica es común en telas impregnadas, refrigeradores, automóviles, muebles, y otros artículos similares. Los ahorros en tiempo, inversión y equipo, costos de mantenimiento, y eficacia del proceso, comparados individualmente o colectivamente con procesos convencionales de molido-dispersión, muestran que este procedimiento es claramente ventajoso.

Es aparente que pueden hacerse muchos arreglos ampliamente diferentes de esta invención sin apartarse del espíritu y alcance de ella, y, por lo tanto, no se intenta que dicha invención esté limitada más que por lo indicado en las reivindicaciones adjuntas.

N O T A

En resumen: la Patente de Introducción cuyo registro se solicita recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

1. Procedimiento y aparato para dispersar sólidos en un líquido, caracterizándose el procedimiento porque comprende las siguientes operaciones: agitar los sólidos y el líquido en la presencia de partículas arenosas dentro del grado de 20-40 mallas y separar las partículas arenosas de los sólidos dispersados y del líquido.

2. Procedimiento y aparato según la reivindicación 1, caracterizándose dicho procedimiento porque la arena que se emplea es arena de Ottawa.

3. Procedimiento y aparato según la reivindicación 1 ó 2

271180



5 caracterizándose el procedimiento porque comprende introducir un lodo formado por dicho sólido y dicho líquido en o cerca del fondo del citado aparato bajo suficiente presión para mantener el nivel del líquido en dicho aparato en o cerca de la parte superior, agitar dicho lodo en presencia de partículas arenosas dentro del grado de 20-40 mallas, separar continuamente el líquido y el sólido de las partículas arenosas, e introducir continuamente más lodo para reemplazar el material dispersado y eliminado.

10 4. Procedimiento y aparato según la reivindicación 1, 2, y 3, caracterizándose el procedimiento porque las partículas arenosas citadas se encuentran presentes en una cantidad de 30 a 60% del volumen total de arena, sólido y líquido.

15 5. Procedimiento y aparato según la reivindicación 1, caracterizado el aparato porque comprende un recipiente cilíndrico hueco y vertical, una flecha giratoria que se extiende hacia abajo y hacia dentro de dicho recipiente, generalmente a lo largo del eje cilíndrico de él, una pluralidad de anillos impelentes anulares provisto de radios unidos a dicha flecha y teniendo un diámetro externo intermedio entre el diámetro de dicha flecha y el diámetro interno de dicho recipiente. El aparato comprende también medios de rotación unidos a dicha flecha y un tamiz que tiene aberturas a través de las cuales pasa el material dispersado, pero a través del cual no pasan las partículas arenosas.

25 6. Procedimiento y aparato según la reivindicación 5, caracterizándose el aparato porque dicho recipiente cilíndrico hueco y vertical tiene una entrada para lodo en el fondo o cerca del fondo, y porque el tamiz va montado en la parte superior o cerca de la parte superior del recipiente.

30 7. Procedimiento y aparato según las reivindicaciones 5 y 6, caracterizándose dicho aparato porque los radios unidos a los

271180



anillos impelentes anulares se extienden hacia abajo de la citada flecha.

Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción cuyo registro se solicita:

5 "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA DISPERSAR SOLIDOS EN UN LIQUIDO".

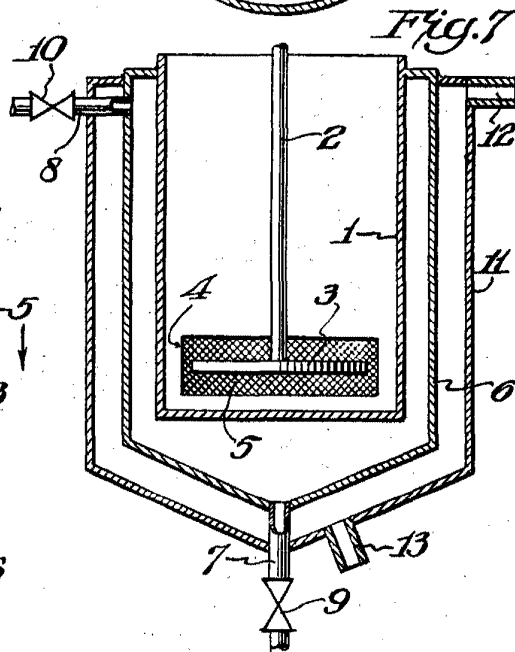
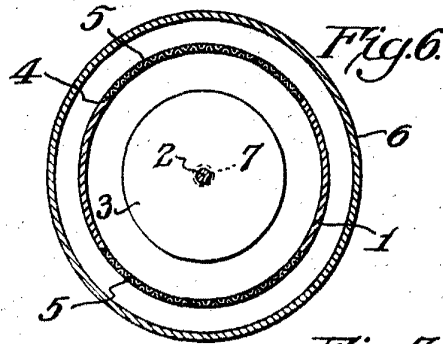
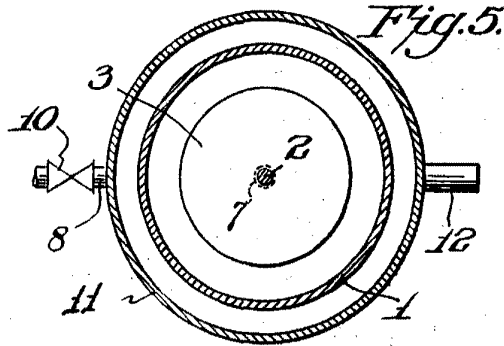
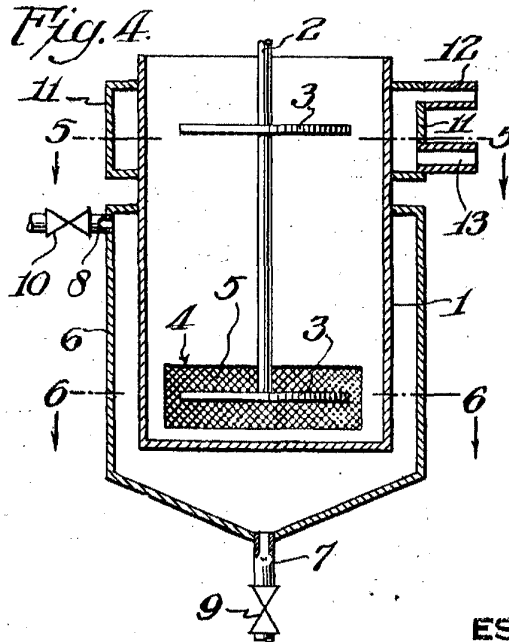
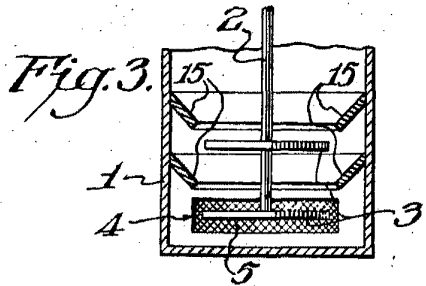
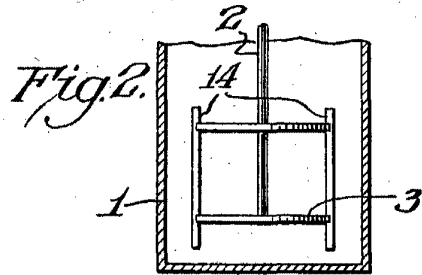
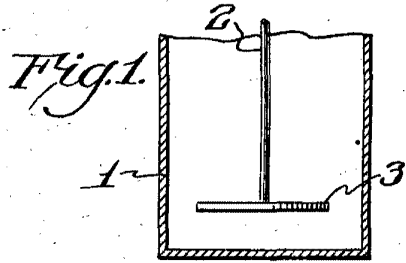
Todo conforme queda descrito en la presente Memoria, que consta de veintiseis páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 13 de octubre de 1961

ALFONSO UNGRIA

Una firma manuscrita que parece ser "Alfonso Ungria", con una línea horizontal debajo.

271180

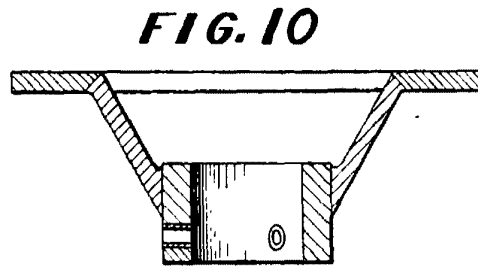
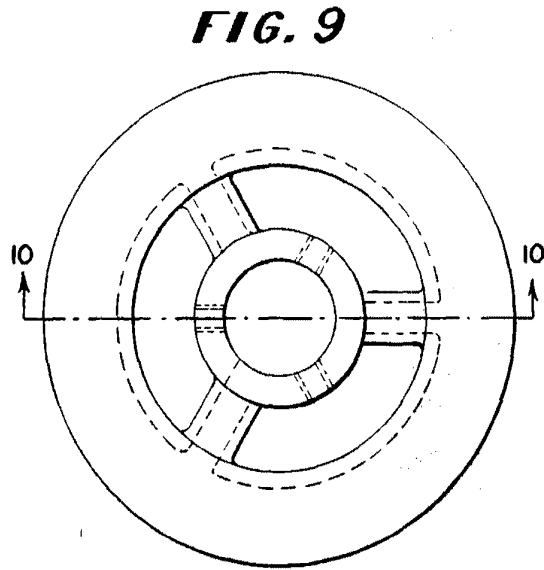
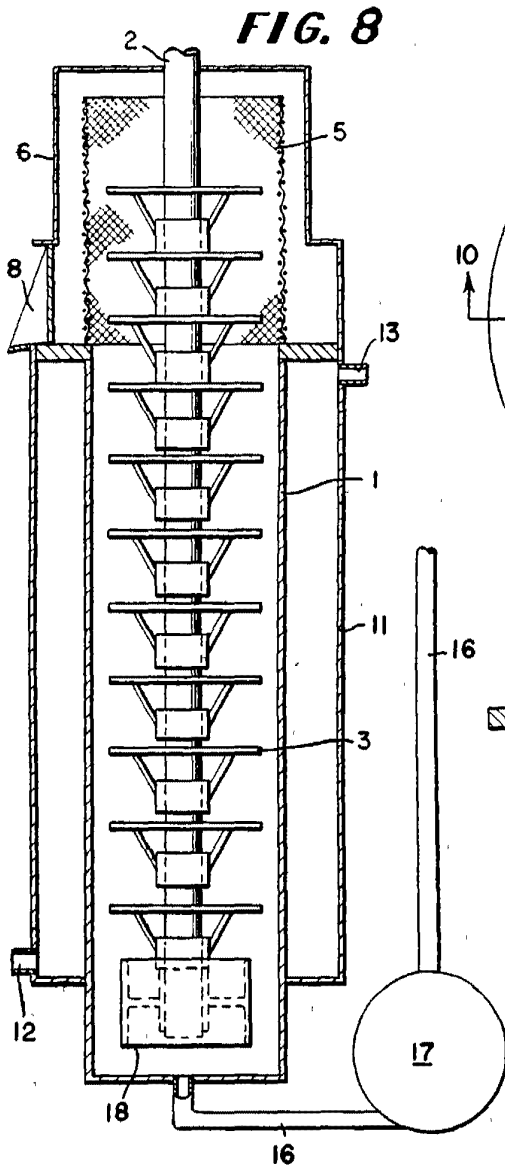


ESCALA VARIABLE
MADRID, 13 DE octubre DE 19 61
ALFONSO UNGRIA

Handwritten signature or initials.



271180



ESCALA VARIABLE
MADRID, 13 DE octubre DE 1961
ALFONSO UNGRÍA