

13 01



335129

memoria descriptiva

CLASE DE
REGISTRO

PATENTE DE INVENCION, por veinte años en España

NOMBRE Y
NACIONA-
LIDAD DEL
SOLICITANTE

CHEMISCHE WERKE MÜNCHEN OTTO BÄRLOCHER G. m. b. H.

- sociedad alemana -

RESIDENCIA
Y DOMICILIO

8000 München - 54 (Alemania)
Riesstrasse, 16

OBJETO

" PROCEDIMIENTO PARA LA GRANULACION DE MATERIAS PULVERULENTAS
DIFICILMENTE SOLUBLES O INSOLUBLES EN AGUA, COMO SALES ME-
TALICAS Y SEMEJANTES "

PRIORIDAD:

Solicitud patente alemana No. C 37.672 IVa/12g del día 14 de
Diciembre de 1965.

INVENTOR:

D. Christian Rosenthal; de nacionalidad alemana.



1 Muchos productos químicos previstos para fines técnicos, se emplean en estado sólido en forma de polvo. Así se utilizan por ejemplo, sales metálicas insolubles, agua y pigmentos en forma sólida, en gran escala en la industria, especialmente en la de plásticos, o por ejemplo azufre, especialmente para fines de vulcanización o para combatir plagas. Las sales, especialmente los jabones metálicos sirven muy frecuentemente como medios deslizantes, agentes de acción hidrófoba, agentes para la conservación, agentes estabilizantes y muchos otros fines.

5
10 Las sales metálicas, especialmente los jabones, pueden formarse por el procedimiento de fusión mediante el calentamiento de los ácidos grasos con un óxido metálico (por ejemplo óxido de zinc con óxido esteárico), formándose entonces en la mayoría de los casos la sal en forma de masas de fusión viscosas difícilmente dosificables.

15 En la reacción de los óxidos, respectivamente hidróxidos y ácidos en un disolvente, se conduce éste generalmente en circuito.

20 Al utilizar disolventes de alto punto de ebullición, como por ejemplo, reblandecedores, se llega directamente a las pastas de jabón metálico exentas de polvo, las cuales se pueden utilizar como tales por ejemplo, para la estabilización de polimerizados con contenido de cloro. También se conoce hacer reaccionar óxidos, hidróxidos, o carbonatos por una parte, y ácidos, por otra parte, sobre un material de soporte.

25 El procedimiento de precipitación más generalmente aplicado para la preparación de jabones metálicos, da en la mayoría de los casos productos voluminosos extraordinarios.



1 riamente ligeros. Este método se utiliza con frecuencia para la
preparación de estearatos y palmitatos del aluminio, calcio,
plomo, cinc y magnesio. Se parte del ácido graso que en primer
lugar se transforma en los jabones solubles al agua de sodio, po-
tasio o amonio. Estos jabones solubles en agua se hacen reaccio-
5 nar entonces para obtener jabones metálicos insolubles en agua
en sentido estricto con soluciones de sales de metales alcalino-
térreos o sales de metales pesados. Así, por ejemplo, se hace
reaccionar estearato sódico con cloruro de calcio formando estea-
10 rato cálcico y sal común.

15 El jabón metálico precipitado se centri-
fuga entonces, o se filtra, mediante un prolongado lavado se li-
bra de todas las impurezas y seguidamente se seca.

20 Las sales metálicas insolubles en agua
se pueden obtener, además de la doble reacción en disolventes
15 adecuados aislando el producto insoluble, en general también me-
diante hidrólisis de una sal metálica soluble en agua, o bien
por reacción de una sal metálica, en sí insoluble en agua, con-
viertiéndola en otra sal del mismo metal, insoluble al agua,
20 utilizando ácidos de efectos catalíticos, como por ejemplo, los
de la fabricación de sulfatos y fosfitos de plomo polibásicos a
partir de litargirio suspendido en agua con ácido sulfúrico o
ácido fosforoso en presencia de un catalizador.

25 Muchas sales metálicas, casi todos
los jabones metálicos y pigmentos tienden mucho a desprender
polvo porque son polvos voluminosos sumamente finos. Este polvo
produce efectos muy desagradables al utilizar los productos, y
ello tanto más, cuanto que precisamente al mismo tiempo los más
importantes de estos productos insolubles en agua son tóxicos.



1 final, por ejemplo en la industria de plásticos con reblandecedores y en la industria de la goma con aceites minerales. También se ha probado mezclar los jabones y sales metálicos con pequeñas cantidades de reblandecedores para ligar el polvo fino.

5 El suministro en forma de pasta tiene la desventaja de tener que mover al mismo tiempo grandes cantidades de reblandecedores, de recargar los gastos de transporte y de que la mayoría de las pastas líquidas viscosas son difíciles de pesar y dosificar. Además el reblandecedor o el aceite mineral perturba la posibilidad de aplicación general.

10 La fabricación de los llamados productos de poca formación de polvo tampoco ha dado resultados satisfactorios, ya que una pequeña cantidad de reblandecedor es ineficaz mientras que una gran cantidad produce apelsonamientos, difíciles de repartir. Se forman terrones duros que, al aplicar los productos, producen dificultades. También se ha intentado repetidamente el granular de alguna manera o hacer tabletas de los compuestos en cuestión. La formación de tabletas y la granulación en principio son posibles, pero conducen a productos más difíciles todavía de distribuir que los compuestos normales de partida de que se dispone en forma de polvo, con lo que el gasto de maquinaria es considerable.

20 Se descubrió entonces que se logra de forma sorprendentemente simple transformar productos químicos en forma de polvo, insolubles o difícilmente solubles en agua, especialmente sales metálicas, incluso jabones metálicos y pigmentos inorgánicos, en una forma que no produzca polvo, facil-



1 mente manejable y dosificable y que no entorpece la utilización.

El invento, por consiguiente se refiere a la fabricación de productos granulados en base de materias químicas insolubles o difícilmente solubles en agua que con tendencia a la formación de polvo, dispersables en agua, como sales metálicas y especialmente jabones metálicos y pigmentos precipitando las materias desde su suspensión en un medio acuoso, a temperaturas aproximadas de por encima de 60°C en presencia de compuestos orgánicos insolubles o difícilmente solubles en agua con un peso molar de por encima de 150, preferentemente por encima de 200 con un punto de reblandecimiento por debajo de 100°C, aislando y secando el precipitado. A menudo estos compuestos acusan un resto alifático de más cadena más larga. En esto han dado en especial buen resultado ésteres de alcohol graso, ácidos de alcoholes polivalentes con éster de ácido graso, ésteres alquídicos, ceras de éster, amidas de ácido graso, y alcanolamidas de ácido graso, nitrilos de ácido graso, fenoles alquílicos, cetonas de ácido graso, mezclas de aceites minerales y parafinas líquidas con jabones metálicos, anhídridos de ácido graso de ácidos grados superiores y mezclas, que contengan aceites minerales o parafinas líquidas y acusen un punto de reblandecimiento por bajo de 100°C.

Bajo alcoholes grasos se entienden aquí también sus derivados funcionales, por ejemplo éteres de alcohol graso. Entre los ésteres se cuentan especialmente también, ésteres de alquilenoglicol, incluidos los ésteres de polialquilenoglicol, siendo el resto de alquileno, generalmente etileno. Aquí existe naturalmente también la posibilidad de



1 utilizar tales ésteres que prestan al producto final propieda-
des especiales, por ejemplo efecto estabilizador para materia-
les plásticos.

5 El procedimiento del presente invento
es además susceptible de aplicación para la granulación de mate-
rias en forma de polvo insolubles o difícilmente solubles en
agua, dispersables en ella. Además de emplearse en sales metáli-
cas, pigmentos, azufre, etc. puede aplicarse por ejemplo también
10 sobre las antes citadas bases, en materias plásticas como cloru-
ro de polivinilo, polialquilenos, como polietileno, compuestos
poliacrílicos, así como polimerizados mixtos. En este caso pue-
de realizarse directamente la granulación en las emulsiones ob-
tenidas mediante procedimientos de emulsión.

15 Como productos de partida pueden emplear-
se también los jabones metálicos terminados de precipitar y la-
vados, así como eventualmente jabones metálicos secados o jabo-
nes metálicos secos producidos según el procedimiento de fusión,
otra sal metálica o pigmento insolubles en agua,

20 Para mayor sencillez puede procederse
en la ejecución del procedimiento de forma que los compuestos,
en cuya presencia las materias se precipitan, se añadan a una
suspensión acuosa de las materias. Naturalmente también es posi-
ble reunir las materias contenidas en un soporte acuoso y orgá-
nico con los compuestos contenidos en un soporte acuoso y orgá-
25 nico, en cuya presencia se efectúa la precipitación añadiendo
entonces la cantidad de agua eventualmente aún necesaria.

También es posible añadir removiéndolo
las materias sólidas a los compuestos contenidos en un soporte



1 de la clase de que se trata, así como también es posible la recepción mediante agua de mezclas sólidas de estas materias y de estos compuestos y subsiguiente provocación de la precipitación.

5 Es ventajoso proceder de tal forma que el calentamiento a temperaturas por encima de 60°C sólo se ponga en práctica después de reunidas las materias con los compuestos, en cuya presencia se produce la precipitación.

10 Generalmente se trabaja de forma que los compuestos, en cuya presencia tiene lugar la precipitación, se utilice en una cantidad de 3 hasta 25, preferiblemente de 10 hasta 20 % de peso, referido a la materia que ha de granularse.

15 El procedimiento de granulación según el invento presenta también grandes ventajas bajo el punto de vista de la técnica de procedimiento. El llenado de los productos polvorientos produce grandes dificultades en cuanto a los aparatos. Sobre todo las molestias del polvo, respectivamente las medidas para evitar dichas molestias significan ya para el fabricante de los productos un gasto bastante importante en cuanto a los aparatos.

20 Las instalaciones para la fabricación de granulados resultan ahora bastantes sencillas y esencialmente más económicas. Las materias granuladas, especialmente las sales y jabones metálicos, son mucho más fáciles de separar del agua y de lavar que los productos en forma de polvo. Los granulados contienen por término medio sólo aproximadamente un 50 % de la cantidad de agua que los productos presentados en forma de polvo y respectivamente de las tortas de filtro. Son más fáciles



1 y mucho más rápidos de secar y no precisan ser molidos. Los com-
plicados dispositivos de llenado ya no son necesarios, de forma
que todo el proceso de fabricación también resulta mucho más eco-
nómico. El secado es en parte tan sencillo, rápido y falto de
5 complicaciones que en parte los productos ordinariamente ya pue-
den obtenerse mediante secado al aire en 24 horas en forma ap-
ta para la venta.

También los productos obtenidos por el
procedimiento del presente invento como tales presentan venta-
10 josas propiedades. Así, en la comprobación práctica de los pro-
ductos preparados según el procedimiento del invento, se ha de-
mostrado que utilizando por ejemplo, las sales y los jabones me-
tálicos en forma de granulado, aumenta de modo extraordinario
la eficacia. Muchas de estas sales metálicas, como se sabe, se
utilizan como estabilizantes. Sorprendentemente resultó ser que
15 los estabilizantes son más eficaces en forma de granulado que
los correspondientes estabilizadores en forma de polvo, difíci-
les de distribuir, y que el consumo de productos deslizantes adi-
cionales es mucho menor.

20 Así, la utilización de un sulfato de plo-
mo básico en forma de granulado, que fué granulado en presencia
de aproximadamente 15% de un éster de ácido diestearínico del
pentaeritrito dió por resultado en la fabricación de tubos una
brillantez de superficie esencialmente más presentable, valores
mecánicos mejores y aumento de la extrusión. La mejora de los va-
25 lores mecánicos se debe posiblemente también a que el sulfato
en su propio efecto deslizante es más favorable que el sulfato
normal, a que los aditivos necesarios en materias deslizantes
para la dispersión del sulfato en la materia plástica, son meno-



1 res y a que mediante la reducción de las cantidades de materias
deslizantes se obtiene una mejora de los valores mecánicos, es-
pecialmente respecto a la resistencia al impacto en pieza enta-
llada y a la resistencia al impacto en frío. Se sabe, que los
5 sulfatos de plomo básicos y especialmente los fosfitos de plomo
básicos, en sí ya son difíciles de repartir en el plástico, si
son fabricados según los procedimientos normales. Relativamente
se precisan pues grandes cantidades en productos de dispersión.
En estos productos de dispersión se trata frecuentemente de ma-
terias que empeoran los valores mecánicos de las materias plás-
10 ticas elaboradas con ellos.

Muchos pigmentos entre ellos óxido de
titanio, azul de ftalicianino, hollín, azul de prusia y pigmen-
to de óxido rojo férrico, son de muy difícil dispersión, de ma-
nera que en algunos de ellos hay que cargar con costosos proce-
15 dimientos de revestimiento, a fin de obtener una mayor posibili-
dad de dispersión, Aquí el nuevo procedimiento aportaría una esen-
cial mejora a la técnica hasta ahora en uso, ya que según el mis-
mo puede evitarse que sea afectada la fuerza de pigmentación.

20 El procedimiento es particularmente
aplicable a la fabricación de compuestos que hallan empleo como
estabilizantes, deslizantes, pigmentos, aditivos de caucho en
la fabricación de materias plásticas, artículos de goma, linó-
leos, colores y barnices y en muchas otras ramas de la industria,
También materiales de relleno, productos auxiliares del papel
25 e innumerables otros productos pueden fabricarse según este pro-
cedimiento.

Ejemplo 1

100 grs. de sulfato de plomo tetrabási-



1 co se suspenden en 200 cm^3 de agua y se calientan removiéndolo por encima de 60°C . Entonces se añaden 15 grs. de diéster de ácido trietilenglicolestearínico. A unos 90° se forma de la suspensión un granulado que se separa filtrando y se seca a continuación brevemente.

5

Ejemplo 2

100 grs. de dióxido de titanio se suspenden en 300 cm^3 de agua, y removiéndolo bien se calienta hasta unos 95° y se mezcla a esta temperatura con 15 grs. de éster de dioleina de trimetilolpropano. A los 5 minutos se separa el granulado que se puede separar por filtrado y secar.

10

Ejemplo 3

100 grs. de óxido de zinc se suspenden en 200 cm^3 de agua y se calientan agitando bien hasta 85°C . A esta temperatura se añade una mezcla de 5 grs. de aceite blanco, y 10 grs. de dioleato sorbitol monoestearato. Pasados unos 5 minutos se separa el granulado que se puede secar después brevemente y empaquetar.

15

Ejemplo 4

100 grs. de carbonato cálcico recién precipitado se suspenden en 200 cm^3 de agua, mezclándolos con 15 g de dietinolamida de ácido estearínico. Aproximadamente a los 5 minutos se separa a 95° el granulado.

20

Ejemplo 5

100 grs. de laurato de bario-cadmio se suspenden de igual manera en 200 cm^3 de agua, mezclándolo a 90° con 15 grs. de monooleato de pentaeritrita. A los 5 minutos se precipita el granulado, que se seca brevemente, después.

25



1

N O T A

=====

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5

1.- Procedimiento para la granulación de materias pulverulentas difícilmente solubles o insolubles en agua, como sales metálicas o semejantes, caracterizado porque las materias se dejan precipitar desde su suspensión en un medio acuoso, a temperaturas por encima de unos 60°C, en presencia de compuestos orgánicos difícilmente solubles respectivamente insolubles en agua con un peso molar por encima de 150, preferiblemente 200 y un punto de reblandecimiento por debajo de 100°C, aislándose el precipitado y finalmente secándolo.

10

15

20

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como compuestos, en cuya presencia se realiza la precipitación se incluyen ésteres de alcohol graso, ácidos de alcoholes polivalentes con ésteres de ácidos grasos, éster alquídico, ceras de éster, amidas de ácido graso, y alcanolemidas de alcohol graso, nitrilos de ácido graso, fenoles alquílicos, cetonas de ácido graso, mezclas de aceites minerales y parafinas líquidas con jabones metálicos; anhídridos de ácido graso, de ácidos grasos de superiores y mezclas conteniendo aceites minerales o parafinas líquidas y que presentan un punto de reblandecimiento por debajo de 100°C.

25

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2. caracterizado porque los compuestos, en cuya presencia se precipitan las sales y los pigmentos, se añaden a una suspensión acuosa de las sales, respectivamente de los pig-

13 1966



- 12 -

1 mentos.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 - 3, caracterizado porque el calentamiento a temperaturas por
encima de 60°C, solo se realiza después de reunión de las sales
y de los pigmentos con los compuestos, en cuya presencia tiene
5 efecto la precipitación.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones
1 - 4, caracterizado porque los compuestos, en cuya presencia
se verifica la precipitación, se incluyen en una cantidad de
3 hasta 25, preferiblemente de 10 hasta 20% de peso, referido a
10 la sal respectivamente al pigmento.

6.- Procedimiento para la granulación de ma-
terias pulverulentas difícilmente solubles o insolubles en agua,
como sales metálicas y semejantes.

Según se describe y reivindica en esta memo-
15 ria descriptiva, que consta de doce hojas foliadas y escritas a
máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 13 DIC. 1966

CARLOS ROEB
P. P.

20

25