

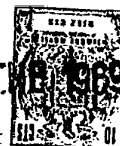
362519



MP/.

memoria descriptiva

CLASE DE REGISTRO	una Patente de Invención, por veinte años en España,
NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE	Chemische Werke München Otto Bärlocher GmbH. (sociedad alemana)
RESIDENCIA Y DOMICILIO	8 München 54 (Alemania) Riesstrasse, 16
<input type="checkbox"/> OBJETO	"PROCEDIMIENTO PARA LA GRANULACIÓN DE PIGMENTOS; COLORANTES Y MATERIALES DE RELLENO". - - - -
INVENTORES:	Christian Rosenthal y Ernst Böttner, ambos de nacionalidad alemana. - - - -
PRIORIDAD:	Solicitud Patente alemana P 16 42 989.3 del día 19 de Enero de 1968. - - - -



1

El objeto de la patente española nº 335.129, es un -
procedimiento para la granulación de sustancias químicas disper
sables en agua difícilmente solubles o insolubles en agua, ten
dentes a la formación de polvo, como sales metálicas, especial-
5 mente jabones metálicos y pigmentos, en lo que, según el inven
to, las sustancias, desde su suspensión en un medio acuoso, se
precipitan a temperaturas por encima de aproximadamente 60°C,
en presencia de compuestos orgánicos difícilmente solubles, res
pectivamente insolubles en agua, con un peso molar de por enci-
10 ma de 150, preferentemente por encima de 200 y con un punto de
reblandecimiento inferior a 100°C, y se aísla y seca el preci-
pitado. Los medios auxiliares de granulación presentan frecuen-
tamente un resto alifático de cadena más larga.

15

20

25

30

Como medios auxiliares de granulación han dado buen
resultado aquí, especialmente ésteres de alcohol graso, ésteres
de ácido graso de alcoholes polivalentes, alquidésteres, ceras
de ésteres, amidas de ácido graso y alquilolamidas de ácido -
graso, nitrilos de ácido graso, alquilfenoles, cetonas grasas,
mezclas de aceites minerales y parafinas líquidas con jabones
metálicos, anhídridos de ácido graso y mezclas, que contienen
aceites minerales o parafinas líquidas y que presenten un pun-
to de reblandecimiento por debajo de 100°C. También pueden uti-
lizarse como medios auxiliares de granulación, según el inven-
to, los ésteres de alcohol graso. Entre los ésteres de ácido -
graso de alcoholes polivalentes son adecuados especialmente és-
ter de alquilenglicol inclusive los ésteres de polialquilengli-
col, siendo el resto de alquilo generalmente etileno. Una ven-
taja del procedimiento reside en la utilización de aquellos és-



1 teres, que confieren al producto final propiedades especiales, como por ejemplo, mayor estabilidad.

5 Un modo sencillo de la ejecución del procedimiento - consiste en agregar los medios auxiliares de granulación, en cuya presencia se precipitan las sustancias, mediante agitación de una suspensión acuosa de las materias, caliente por encima de 60°C. De caso en caso también puede ser ventajoso efectuar el calentamiento sólo después de la adición del medio auxiliar de granulación.

10 En la mayoría de los casos se utilizan los medios - auxiliares de granulación en cantidades de 3 a 25, preferentemente de 10 a 20% de peso, referido al material a granular.

15 Se encontró además que la granulación según el procedimiento del invento puede acelerarse y ejecutarse a temperatura más baja, cuando, al lado de los medios auxiliares conocidos por la patente española nº 335.129, se agregan además disolventes orgánicos, insolubles en agua, en la granulación.

20 Este es el objeto de la patente española nº 339.889. Se trata de un procedimiento para la granulación de sustancias químicas difícilmente solubles o insolubles en agua, pero dispersables, adecuadas para la estabilización, caracterizado por que se granulan estos materiales auxiliándose de medios auxiliares de granulación orgánicos adecuados, que contienen un -
25 resto de hidrocarburo y cuyo punto de fusión está situado por encima de 40°C, conjuntamente con disolventes orgánicos, insolubles en agua, con puntos de ebullición de hasta 135°C o de aquellos disolventes, que son volátiles con vapor de agua, suspendiendo el material a granular, los medios auxiliares de -

15 7 1990

- 3 -

1 granulación y los disolventes en agua, calentando mediante agitación, hasta que se haya formado un precipitado granuloso, filtrando después, eventualmente lavando y secando.

5 Entran en consideración como disolventes, por ejemplo, hidrocarburos insolubles en agua, aromáticos, alifáticos o clorados, alcoholes, éteres, ésteres y cetonas con puntos de ebullición hasta 135°C, pero preferentemente por debajo de 100°C, pero también disolventes con puntos de ebullición más altos, -
10 que sean volátiles con vapor de agua; son disolventes adecuados en detalle, por ejemplo, bencinas alifáticas con puntos de ebullición de 80 - 100°C, cloruro de metileno, tricloretileno, tetraclorcarbono, benzol, toluol, xilol, ciclohexanol, ciclohexanos y nitrobenzol.

15 El procedimiento produce una serie de ventajas: la granulación puede ejecutarse a temperaturas más bajas de lo descrito en la patente española nº 335.129. Como temperatura más
20 baja ya no se necesitan 60°C, sino ahora sólo aproximadamente 40°C. El tiempo de granulación se reduce como promedio a la mitad, por adición de los disolventes.

25 Los granulados se hacen uniformes y se mueven normalmente entre 0,1 y 1 mm de diámetro. Con mayores proporciones de disolvente pueden obtenerse también granulados con 5 mm de diámetro y por encima. Inversamente, el diámetro de los granulados puede disminuirse por aumento de la velocidad de agitación.

Los procedimientos según el invento dan a conocer - ahora interesantes posibilidades técnicas para la granulación de pigmentos, colorantes y materiales de relleno.

Usualmente se efectúa la fabricación y elaboración de

30

15 ENE 1969



1 pigmentos inorgánicos y orgánicos esencialmente en las fases si-
guintes: precipitación del pigmento en fase acuosa; seguidamen-
te filtración y desecación; a la desecación le sigue un proceso
5 de molturación; finalmente el pigmento se prepara en forma de
pasta con aglutinantes y aditivos, para pasar entonces a la -
utilización.

Por rociado de ácidos grasos durante el proceso de -
molturación (patente inglesa nº 429.553) así como por desplaza-
10 miento de la fase acuosa fuera de la torta de filtrado por aglu-
tinantes en el procedimiento de "flushing" (patente alemana -
390.812; patente austriaca 127.824; patente alemana 728.887) se
ha tratado hasta ahora facilitar la introducción de los pigmen-
tos en el producto a colorear, respectivamente evitar el engro-
15 samiento del grano en el procedimiento de desecación, que con-
duce a una disminución de la fuerza coloreante en la desecación.

Se consigue una ulterior mejora de las posibilidades
técnicas cuando se granulan los pigmentos enseguida después de
la precipitación. El procedimiento consiste esencialmente, en
20 que la suspensión acuosa agitada del pigmento, tal como está
presente después de la precipitación, a temperaturas entre 20
y 100°C se une con una mezcla eventualmente conteniendo disol-
ventes, de medios auxiliares de granulación fundidos, ante to-
do ácidos grasos y compuestos de ácido graso. Además de ácidos
25 grasos y compuestos de ácidos grasos, sin embargo, también se
agregan sustancias humectantes activas. En efecto, se halló
que, por la utilización conjunta de medios auxiliares de gra-
nulación y sustancias humectantes activas, puede alcanzarse -
una granulación más rápida; circunstancialmente también puede

30

15



- 5 -

1 rebajarse la temperatura de granulación. El pigmento se precipita después de un tiempo de agitación de 1 a 60 minutos, generalmente en el plazo de 2 a 20 minutos, en forma de un granulado, que sólo necesita ser tamizado y desecado a las temperaturas usuales de desecación de 30 a 120°C, preferentemente de 40 a 60°C, por debajo de la temperatura de fusión del medio auxiliar de granulación. El granulado producido presenta un diámetro de grano de 0,1 - 5 mm. El granulado puede introducirse como tal en preparaciones de material plástico y de laca.

5
10 Al lado de los disolventes ya mencionados arriba entran en consideración ante todo benzol, toluol, xilol, etanol, cloroformo, cloruro de metileno, dimetilformamida y tetrahydrofurano.

15 A la cabeza de la lista de los medios auxiliares de granulación se encuentran ácidos grasos, ésteres de ácido graso, alcanolamidas de ácido graso, jabones metálicos, ésteres del ácido fosforoso y fosfórico, fenoles polinucleares y polivalentes, plastificantes, plastificantes de epoxi, aceite mineral, azúcares polivalentes y sus ésteres de ácido graso, al lado de estos medios auxiliares de granulación pueden colocarse, entre otros, los ya mencionados arriba.

20
25 En la mayoría de los casos se trabaja de tal modo que los medios auxiliares de granulación se utilizan en una cantidad de 2 a 40% de peso, referido al material a granular.

30 Como medios humectantes se utilizan jabones de álcali, jabones de ácido aminocarboxílico, sulfatos, sulfonatos, predominantemente sulfonatos de lignina, ésteres de ácido graso de ácidos oxialcansulfónicos, fosfatos, aminas grasas, y sales



1 de amina grasa, derivados de ácido graso de aminas y aminoalco-
holes polivalentes, por ejemplo, alquilolaminésteres de ácido
graso y derivados de ácido imidazolin graso, compuestos cuater-
narios, como sales de amonio cuaternarias, sales cuaternarias
5 de piridina y derivados cuaternarios de imidazolina, compuestos
anfóteros, tales como los que resultan de la reacción de sustan-
cias superficie-activas de límite catiónicas y aniónicas, por
ejemplo, betainas, sustancias no ionógenas como ésteres de áci-
do graso de alcoholes polivalentes, derivados de celulosa, al-
10 quilolamidas de ácido graso y aductos de óxido de etileno, por
ejemplo, mercaptanos etoxilizados, polipropilenglicoles etoxi-
lizados, amidas etoxilizadas y aminas etoxilizadas.

Referidas al material a granular, se utiliza desde -
15 0, 1 a 30% de peso de sustancia superficie-activa de límite en
la granulación.

El procedimiento según el invento abre ahora nuevas
posibilidades de utilización. Según el mismo, se obtiene un pro-
ducto en forma de granulado que, con la simplificación de pre-
paración máxima posible - se omite totalmente, por ejemplo, el
20 proceso de molturación - reúne en sí todas las ventajas, como
fácil introducción de miscibilidad, reducida carga electrostá-
tica, alta dispersidad, pequeña necesidad de aceite, elevada -
fuerza coloreante por conservación de la finura de grano, sólo
25 alcanzable en el proceso de precipitación, estabilidad aumenta-
da contra calor, luz y humedad, capacidad de ser vertida y efec-
to propio de resbalamiento. Además se consigue supresión de pol-
vo para el fabricante y el elaborador y se evita el desgaste -
por fricción de pigmentos en la elaboración de calandria.



1 El procedimiento de granulación es ahora susceptible de
una posibilidad de utilización más general. El mismo ofrece
ante todo ventajas para la granulación de pigmentos, coloran-
tes, y materiales de relleno. Así, por ejemplo, pueden granu-
5 larse sulfuro de cadmio, negro de óxido de hierro, azul ul-
tramarino y azul de prusia, azul de ftalocianina, azul de mi-
lori, rojo auténtico de polivinilo y verde de heliόgeno entre
otros, así como materiales de relleno, entre los que pueden
nombrarse creta, polvo de amianto, harina mineral y ácido silí-
10 cico.

Ejemplo 1

500 ml de una suspensión de amarillo de sulfuro de cadmio
(aproximadamente 2% de contenido de materia sólida) tal como
15 resulta en el procedimiento de fabricación, se calientan en la
caldera abierta hasta aproximadamente 65°C y se mezcla dentro
lentamente una fusión compuesta de 2 g de ácido graso sintéti-
co C₁₆-C₁₈, 2 g de estearato de monoetanolamina y 1g de 4,4'-
dihidroxi-2,2-difenilpropano. El pigmento se apelotona en el
20 plazo de aproximadamente 3 minutos para formar granulados, el
líquido rebosante se separa por decantación y el granulado se
seca a 50°C. El granulado tiene un diámetro de 0,5 a 1,5 mm.

Ejemplo 2

500 ml de una suspensión de azul de ftalocianina FB 400
25 (aproximadamente 2% de contenido de materia sólida) tal como
resulta en la fabricación, se calientan, agitando bien, en la
caldera abierta, a una temperatura de aproximadamente 80°C y se
agrega lentamente una fusión de 2g de esperma de ballena modi-
ficada con grupos de sulfonato, 2g de ácido graso sintético
30



15 ENE. 1969

1 C₁₆-C₁₈ y 1g de ácido estearínico. El pigmento se apelo-
ta en el plazo de pocos minutos formando granos, se separa por
decantación de la solución clara rebosante y se seca a 50°C.
El granulado tiene un diámetro de 1 - 2 mm.

5 N O T A

La presente patente de invención, comprende las siguien-
tes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la granulación de pigmentos, co-
lorantes y materiales de relleno, por inclusión, en la sus-
10 pensión acuosa de las sustancias, de medios auxiliares de
granulación y eventualmente disolventes, caracterizado porque
se granulan pigmentos, colorantes o materiales de relleno con
medios auxiliares de granulación con adición de sustancias
15 superficie-activas de límite, a temperaturas entre 20 y 100°C,
se separa por tamizado el granulado formado, después de un
tiempo de agitación de 1 a 60 minutos, ventajosamente de 2 a
20 minutos, y se seca a una temperatura de desecación de 30
a 120°C, ventajosamente de 40 a 60°C, por debajo de la tempe-
20 ratura de fusión de los medios auxiliares de granulación o
medios humectantes.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracteriza-
do porque como medios auxiliares de granulación se utilizan
25 ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, alcanolamidas de áci-
dos grasos, jabones metálicos, ésteres del ácido fosforoso y
fosfórico, fenoles polinucleares y polivalentes, plastifican-
tes, epoxi-plastificantes, aceite mineral, azúcares poliva-
lentes y sus ésteres de ácidos grasos.

30



1 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque como sustancias superficie-activas de límite se
utilizan jabones de álcali, jabones de ácidos aminocarboxíli-
5 cos, sulfatos, sulfonatos, predominantemente sulfonatos de lig-
nina, ésteres de ácidos grasos de ácidos oxialcansulfónicos,
fosfatos, aminas grasas y sales de aminas grasas, derivados de
ácidos grasos, de aminas y de amino-alcoholes polivalentes, -
por ejemplo, alquilolaminésteres de ácidos grasos y derivados
10 de ácidos grasos de imidazolina, compuestos cuaternarios, como
sales cuaternarias de amonio, sales cuaternarias de piridina y
derivados cuaternarios de imidazolina, compuestos anfóteros,
como se producen de la reacción de sustancias superficie-acti-
vas de límite catiónicas y aniónicas, por ejemplo, betainas,
15 sustancias no ionógenas, como ésteres de ácidos grasos de al-
coholes polivalentes, derivados de celulosa, alquilolamidas de
ácidos grasos y aductos de óxido de etileno, por ejemplo, mer-
captanos etoxilizados, polipropilenglicoles etoxilizados, ami-
das etoxilizadas y aminas etoxilizadas.

20 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque como sustancias a granular se utilizan sulfuro
de cadmio, negro de óxido de hierro, azul ultramarino, azul de
prusia, azul de ftalocianina, azul milori, rojo auténtico de
polivinilo, verde de heliόgeno, creta, polvo de amianto, hari-
25 na mineral y ácido silícico.

5.- Procedimiento para la granulaci3n de pigmentos,
colorantes y materiales de relleno.

Según se describe y reivindica en esta memoria des-

15 ENE 1969



- 10 -

1 criptiva.

Consta dicha memoria de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sólo de sus caras.

Madrid, 15 ENE. 1969

5

CARLOS ROEM

10

15

20

25

30