

P.- 44.408

OWE File

3319-Procedimiento

378621

378621



Memoria descriptiva

ACIC.
B-01 C-09
Stim: F D

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de PACIFIC VEGETABLE OIL CORPORATION

entidad / de nacionalidad norteamericana

con domicilio en World Trade Center, San Francisco, California, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA EMULSION CONCENTRADA CONSTITUIDA ESENCIALMENTE POR UN LIQUIDO INSOLUBLE EN AGUA DISPERSADO EN UNA FASE ACUOSA CONTINUA", (Clase Internacional B01f)

22-5-70

- 1 -

BAD ORIGINAL



Esta invención se refiere a un sistema, método, y aparato para la producción, de manera continua, de una emulsión del tipo de aceite en agua, esto es, en la que el agua es la fase continua, especialmente en la que el agua está presente en la emulsión primaria concentrada o espesa en una pequeña cantidad o en una cantidad no superior al 20% en peso.

Una emulsión primaria espesa de este tipo, constituida por aceites secantes y sus resinas alquídicas se ha descrito, por ejemplo, en la Patente de EE.UU. 3.266.922, expedida el 16 de agosto de 1966 a nombre de Lowell O. Cummings y John A. Kneeland. No obstante, se ha acusado la necesidad de un dispositivo y sistema que permitan la producción económica continua de un gran número de tales emulsiones, especialmente diluidas para realizaciones útiles para su empleo, por ejemplo, en la industria o técnica de la pintura o del recubrimiento. La presente invención proporciona tal sistema y tal dispositivo.

El aparato de la invención proporciona un recipiente inicial para los componentes a emulsificar, medios adecuados de entrada para cada componente o mezcla de componentes, y uno o más batidores en el recipiente. El batidor se extiende a lo largo de la mayor parte de la longitud del recipiente, y su anchura está comprendida entre aproximadamente un octavo y tres cuartos del diámetro del recipiente de tal manera que está adaptado para batir y desintegrar componentes líquidos añadidos posteriormente y para reducir un componente insoluble en agua a pequeñas gotitas de no más de 10 micras de diámetro dispersadas en la fase acuosa. El recipiente posee paredes laterales y

378621



una pared de base, y está provisto de una abertura en su pared de base o en una pared cualquiera en un punto alejado de los medios de entrada antes mencionados. Soldado a la pared en la abertura hay un conducto de salida para la emulsión formada, la cual se asemeja en aspecto a una mayonesa. El conducto de salida está provisto de una válvula ajustable para regular la salida de producto, y este conducto desemboca en un segundo recipiente o cámara de dilución. La cámara de dilución está provista de una entrada y de medios de dosificación para la introducción de agua de dilución a un caudal requerido a fin de ajustar el contenido de sólidos de la emulsión a cualquier nivel deseado, p.ej., desde más de 50% hasta aproximadamente 65%, para pinturas. En la cámara de dilución se cuenta también con un agitador o medios de mezclado, consistente preferiblemente en una bomba de desplazamiento positivo, a fin de formar una emulsión diluída uniforme. Finalmente, la cámara dispone de medios de salida para conducir la emulsión diluída al almacenamiento o a envases de venta, o de cualquier otro tipo que se desee.

En la realización del procedimiento de esta invención, una cantidad predeterminada principal de un líquido o aceite insoluble en agua, adecuadamente desde aproximadamente 70% hasta aproximadamente 95% del total de los ingredientes iniciales, se carga a una zona de mezclado, a la cual se lleva también una pequeña cantidad de al menos un agente emulsificador o emulsificante suficiente para producir una emulsificación estable en este procedimiento de tal líquido insoluble en agua, en el agua. El agua constituye el resto de la mezcla y se carga también en la



entrada de la zona de mezclado. El emulsificador puede añadirse también mezclado con la fase de aceite, o con la fase acuosa.

El líquido insoluble en agua puede ser un aceite secante espesado de tipo glicérido, p.ej., un aceite vegetal o un aceite de pescado que se ha espesado por el calor o se ha soplado con aire; o bien puede ser una resina epoxídica, estireno, resina de polibutileno, una resina alquídica producida a partir de un aceite glicérido secante y ftalato de glicerilo de la manera conocida, o un aducto de un aceite glicérido insaturado y anhídrido maleico. (Como se sabe, por "resina epoxídica" se conoce un producto de condensación de epiclorhidrina y bisfenol A). Mezclas compatibles de unos líquidos insolubles en agua con otros son también útiles en esta invención. Se emplean componentes insolubles en agua que son líquidos a las temperaturas normales o ambiente, o que pueden licuarse a temperaturas ligeramente elevadas, p.ej., hasta temperaturas inferiores al punto de ebullición del agua.

El emulsificador empleado aquí es soluble en agua y puede ser de tipo no-iónico o de tipo iónico. Se ha encontrado que algunos emulsificadores útiles son nonil fenoxipoli(etilenoxi) etanol, p.ej., que tiene de 10 a 100 moles de óxido de etileno por molécula, tal como una solución al 70% en agua de nonil fenoxipoli(etilenoxi) etanol que tiene 30 moles de óxido de etileno por molécula; una solución al 28% en agua de la sal sódica del nonil fenoxipoli(etilenoxi) etanol sulfatado; nonil fenil polietilenglicol éter que contiene 10,5 moles de óxido de etileno. Puede utilizarse, si se desea, más de uno de los



emulsificadores.

5 En la preparación de la emulsión, el líquido insoluble en agua descrito, el agua, y el agente emulsificante o emulsificador se llevan a una zona de mezclado, convenientemente sin que se produzcan salpicaduras, y los
10 componentes mezclados se someten a continuación a una acción adecuada de batido que es producida, por ejemplo, por un batidor planetario como el que se describe aquí. Se ha encontrado esencial el que se produzca esta acción de batido a fin de, aparentemente, introducir capas de la fase
15 acuosa en la fase de aceite o líquido insoluble en agua, formando una membrana de fase acuosa continua alrededor de gotitas muy pequeñas dispersadas del líquido insoluble en agua, al mismo tiempo que se hace posible la producción continua de la emulsión concentrada deseada y la salida de ésta desde la zona de emulsificación a una zona de dilución para la dilución del concentrado hasta el contenido de agua deseado. La acción del batidor da por resultado
20 tamaños de partícula en la fase dispersada no mayores de 10 micras de diámetro, usualmente desde aproximadamente 0,5 a 2 micras de diámetro, midiéndose el tamaño de partícula por examen microscópico, utilizando una escala en el microscopio calibrada en micras.

25 La formación de un concentrado es una primera etapa vital para la preparación de la emulsión final de esta invención. Este concentrado es una emulsión de aceite en agua que tiene la consistencia general y el aspecto general de la mayonesa común que se encuentra en los comercios de alimentación. Las propiedades reológicas especiales del
30 concentrado de esta invención se deben a partículas de



aceite (u otro líquido insoluble en agua) que están rodeadas por una capa delgada de agua o solución acuosa. Esta configuración produce un comportamiento singular que se asemeja al de la mayonesa. Cuando el concentrado no se halla sometido a perturbación alguna, retiene su forma general y no tiende a fluir. Conserva prácticamente cualquier forma que se le haya dado. Si se arroja un objeto sobre su superficie, quedará una huella, y la huella no se moverá para dar una superficie lisa, aun cuando la fuerza necesaria para producir la huella es pequeña. No cede o cambia de forma hasta que se alcanza una cierta cantidad crítica pequeña de fuerza, y entonces cede más o menos como si fuese un líquido Newtoniano. La fuerza de la gravedad no es suficiente para hacerlo fluir, aunque se deforma fácilmente. Este tipo de comportamiento recibe el nombre de flujo plástico. Es ocasionado por partículas de tamaño más o menos uniforme, todas las cuales están rodeadas por una membrana acuosa. En reposo, estas partículas se disponen reunidas en capas de la misma manera que se observa en las bolitas o perdigones amontonados. Cuando se encuentran sometidas a una perturbación, las capas de partículas resbalan unas sobre otras, pero vuelven a reagruparse después cuando cesa la perturbación.

Los productos de la presente invención son particularmente útiles como vehículos para pinturas o recubrimientos, y son útiles para otros fines. El concentrado no diluido procedente de la zona de emulsificación posee las propiedades indicadas por los siguientes ensayos:

1. Flujo plástico: un ensayo visual determina si la emulsión posee flujo plástico, observando que el material

378621



no fluye cuando no esté sometido a perturbación alguna,
pero se mueve fácilmente en un área en la que se aplica
una fuerza. Típica de este flujo es la huella permanente
que queda en la superficie cuando un objeto arrojado so-
bre ésta la atraviesa.

5
2. Baja resistencia eléctrica: la resistencia eléc-
trica de la emulsión puede medirse con electrodos separa-
dos 3,75 cm uno de otro: las emulsiones de aceite en agua
concentradas que tienen tamaños medios de partícula entre
10 una y tres micras, tenían una resistencia comprendida en
el campo de 10 a 60 kilo-ohms, mientras que las emulsio-
nes de agua en aceite de constitución química similar te-
nían una resistencia comprendida en el campo de 10 a 100
megohms --mil veces mayor, y más aún.

15
3. Dispersabilidad de la emulsión en agua: un con-
centrado de emulsión de aceite en agua de esta invención
se dispersará uniforme y completamente en agua, aun cuan-
do se deje en el agua sin agitación. En las mismas condi-
ciones, una emulsión de agua en aceite no se dispersará
jamás en el agua.

20
Otros objetos y ventajas y características de la
invención resultarán evidentes a partir de la siguiente
descripción de algunas realizaciones preferidas.

En los dibujos:

25
La Fig. 1 es una vista esquemática en corte verti-
cal de un sistema y dispositivo que incorpora los princi-
pios de la invención.

La Fig. 2 es una vista en corte horizontal tomada
a la altura de la línea 2 - 2 de la Fig. 1.

30
La Fig. 3 es una vista esquemática en corte verti-



cal de un sistema y dispositivo modificados que incorpo-
ran también los principios de la invención.

La Fig. 4 es una vista en planta del dispositivo
y sistema de la Fig. 3 tomada a la altura de la línea
5 4 - 4 de la Fig. 3, mostrando la disposición y movimien-
to relativos del batidor y del recipiente.

Algunos modos de llevar a la práctica la presente
invención se ilustran en los dibujos que se acompañan y
en los ejemplos que se dan a continuación. Otros modos
10 se sugerirán por sí mismos a los expertos en esta técni-
ca.

En la Fig. 1, un recipiente 10, ventajosamente de
corte circular transversal y que tiene un eje central A,
posee una pared lateral 11 y una pared de fondo 12, la
15 cual, convenientemente, tiene pendiente descendente en
general hacia el eje central A. Una abertura 13 en la
porción central de la pared 12 permite la salida del pro-
ducto concentrado emulsificado 14. Una válvula ajustable
15, tal como una válvula de compuerta, puede estar dis-
20 puesta bajo la abertura 13 en un conducto de salida 16,
el cual está soldado convenientemente a la pared de fon-
do 12, en la forma del dispositivo que se muestra en la
Fig. 1. El conducto 16 desemboca por una salida 17 en un
segundo recipiente 18, a través de una abertura 19. El
25 recipiente 18 es una cámara de dilución y es de cualquier
configuración deseada.

El recipiente 10 está provisto también de un con-
ducto de salida 20 para el agua, un conducto de entrada
21 para el aceite u otro líquido inmiscible en agua y,
30 si se desea, un tercer conducto de entrada 22, para un



agente emulsificante, agentes de sabor u otros aditivos.
En un sistema adecuado, sin embargo, los dos conductos de
entrada 20 y 21 son suficientes, y el agente emulsifican-
te u otro aditivo (o ambos) se mezcla previamente con el
5 agua o con el aceite y se introduce en el recipiente 10
en estado pre-mezclado.

Dispuesto en el recipiente 10 existe al menos un
batidor 23, el cual es capaz de girar sobre su propio eje
y gira también alrededor del eje central A del recipien-
te 10; en otros términos, opera con un movimiento plane-
tario. El batidor 23 está unido a y suspendido por un
brazo 24 que está conectado a un motor 25 que tiene a su
cargo el movimiento planetario a través de los engrana-
jes 26, representados esquemáticamente. Tales engranajes
15 planetarios 26 son bien conocidos en la técnica de los
mezcladores y no necesitan ser descritos específicamente.
El motor 25 y los engranajes 26 se hallan en carcasas
adecuadas, de la manera usual.

En su extremo de salida 17, el conducto 16, que con-
duce la emulsión acabada fuera del recipiente 10, desem-
boca en el segundo recipiente 18 a través de la abertura
19 existente en su pared extrema, siendo también el re-
cipiente 18 una cámara de dilución. La cámara 18 está
provista de una entrada 30 para líquido de dilución, tal
25 como agua, la cual en una realización está adecuadamente
dispuesta cerca del extremo de salida 17 del conducto 16.
El líquido de dilución de entrada puede dosificarse ade-
cuadamente en 31 para proporcionar la dilución correcta
de la emulsión concentrada. La cámara 18 está provista
30 también, en una realización, de una bomba de circulación



21

32, que puede ser una bomba de desplazamiento positivo tal como una bomba Viking, y que dispersa la emulsión espesa de aceite en agua de entrada en toda la masa del líquido de dilución para formar la emulsión diluída deseada, asimismo de carácter de aceite en agua. La emulsión diluída se retira por un conducto de salida 33, destinándose bien a su utilización o bien a su envío a un depósito de almacenamiento en el que puede guardarse o del cual se puede cargar a recipientes unitarios según se desee.

La Fig. 2, una vista en corte del montaje de la Fig. 1, tomada a la altura de la línea 2-2 de la misma, muestra particularmente las disposiciones relativas del recipiente 10 y su batidor 23 y sugiere la rotación del batidor 23 sobre su eje 24 y también la revolución del brazo 24 alrededor del eje A.

Otra realización de la invención se muestra en la Fig. 3. En ésta, un recipiente 40 lleva dispuesta en su interior una paleta batidora 41. El batidor 41 está conectado a una fuente de energía 42 por una varilla axial 43 y cuando está en operación se vé forzado a girar alrededor de su propio eje. El recipiente 40 está provisto de un engranaje 44 adyacente a su salida 45 en la base 46 del recipiente 40, y el engranaje 44 está conectado a una fuente de energía 47, la cual actúa sobre el engranaje 44 haciendo que el recipiente 40 gire sobre su propio eje vertical, de tal manera que el batidor 41 y el recipiente 40 se ven obligados a girar independientemente de un modo tal que, en efecto, se consigue un movimiento relativo planetario. Los dos elementos giratorios 40 y 41 pueden girar a veces en direcciones opuestas, como se muestra



21 MAY 1970

en la Fig. 4, pero se entenderá que pueden girar alternativamente en la misma dirección.

En el sistema o montaje que se muestra en la Fig. 3, una válvula ajustable 48 está dispuesta en un conducto de salida 49, conectado al recipiente 40 en su abertura 45; y el extremo de salida del conducto 49 está situado en el interior de un recipiente de dilución 50, que puede tener la libertad de girar con el recipiente 40, o el conducto 49 puede, alternativamente, estar unido al recipiente 40 a través de una conexión que permite la rotación relativa del recipiente 40 con respecto al conducto de salida 49 de cualquier manera deseada.

El recipiente está provisto de medios de entrada 51 para aceite u otro líquido inmiscible en agua y una salida 52 para agua, disolviéndose previamente el emulsificador en uno u otro de los componentes agua o aceite. La cámara de dilución 50 está provista también de medios de entrada adecuados 53 para la introducción de cantidades predeterminadas de líquido de dilución, usualmente agua, por ejemplo a través de un medidor 54, medios para mezclar el líquido de dilución con la emulsión de aceite en agua de entrada tales como una bomba de desplazamiento positivo 55, y medios de salida 56 para la retirada del producto diluido, p.ej. a través de una válvula ajustable 57, para su empleo o almacenamiento.

A continuación se dan algunos ejemplos específicos para ilustrar modos de llevar a cabo la presente invención en un dispositivo como el mostrado en las Figs. 1 y 2.

Ejemplo 1

Se cargan al recipiente 10 componentes en una pro-

21 MAR



porción de 87% en peso de un aceite de cártamo térmicamente espesado que tiene una viscosidad Gardner-Holdt de Z_8 , 5% de nonil fenil polietilenglicol éter que contiene 10,5 moles de óxido de etileno como emulsificador no-iónico y 8% de agua, y se emulsifica la mezcla batiendo con el batidor planetario 23, el cual gira a alta velocidad sobre su eje en la dirección de la flecha pequeña de la Fig. 2 y describe también un movimiento giratorio alrededor del eje A del recipiente 10 en una dirección opuesta a su rotación como se muestra por la flecha de revolución y por la Fig. 2. La emulsión así formada se ve impulsada en dirección descendente hacia la zona de salida 14 y hacia el exterior a través de la abertura 13, válvula 15, y conducto 16, controlándose su caudal según se desee mediante un ajuste adecuado de la válvula 15. El concentrado espeso de emulsión fluye hacia el interior de la cámara 18, y la cantidad deseada de agua se introduce dosificada por la entrada 30 y el medidor 31 para proporcionar un contenido no-volátil de 65%. La bomba 32 se pone en marcha y hace circular la mezcla emulsión-agua para formar muy rápidamente una emulsión diluida uniforme que se retira por el conducto de salida 33. Si se desea, puede incorporarse también a la emulsión diluida un fungicida o agente anti-helada, o ambos, teniendo la emulsión diluida un tamaño medio de partícula o gotita de aceite de aproximadamente 1 micra y siendo útil como vehículo de pinturas.

Otros Ejemplos

La Tabla 1 siguiente muestra varios otros ejemplos

21 MAY 1970



de puesta en práctica de la presente invención en los que se varían el componente líquido de partida insoluble en agua, el agente emulsificante y la cantidad relativa de todos los componentes. Se observará que los tamaños medios de partícula de las partículas líquidas insolubles finales son en estos ejemplos no superiores a 2 micras y que en el Ejemplo 7 el tamaño medio es menor de 0,5 micras. La emulsión o mayonesa inicial se diluye en la etapa de dilución hasta un contenido no-acuoso de aproximadamente 65% a 40%, o, en otras palabras, aproximadamente 35% a 60% de agua.

TABLA 1

Ejemplo Núm.	Aceite, Resina, etc.	Canti- dad % en pe- so	Agua % en peso	Emulsifi- cador	Cant. Emuls. % peso	Tamaño Me- dio de Partícula: Producto
2	Resina alquí- dica de 64% de aceite de soja + 36% de ftalato de glicerilo Estireno, mo- nómero, Visc. 1 poise	52,2	9,4	Tergitol NPX	1,2	1 micra
				Igepal CO887	1,2	
				Alipal CO443	1,2	
				Total		
3	Resina alquí- dica de 55% de aceite de cártamo + 45% de ftalato de dietilengli- col; Acetato de vi- nilo Visc. 0,5 poise	43,5	9,4	Como en 2, arriba	Como en 2, arriba	1 micra
4	Indopol H-100 (resina de po- libuteno) de visc. Gardner Holdt E ₆ y p. mol. 830	87,0	8,7	Tergitol NPX	4,3	aprox. 2 micras

378621

21 MAR 1970



(Tabla 1, contin.)

5	Epon 828 (resina Epoxídica, diglicidil éter de bisfenol A, peso equiv. epoxídico 185-192, visc. 6500-6900 cps.	91	4,5	Igepal C0990	4,5	aprox. 1 micra
6	Mater preparado a partir de ácidos grasos de aceite de cártamo y resina epoxídica de epiclorhidrina y bisfenol A que tiene un peso equiv. epoxídico 550-700. Líq. muy viscoso, de visc. superior a Σ_{10} en la escala Gardner.	Como en el Ejemplo 5,	arriba			aprox. 1 micra
7	Aducto de aceite de cártamo con 15% de anhídrido maleico, visc. Gardner Σ_1	71	19	Tergitol NPX	4,91	0,5 micras
				Igepal C0990	4,91	
				Na_2CO_3	0,18	
Total					10.	

En la Tabla anterior, Tergitol NPX es un emulsificador no-iónico, nonil fenoxipoli (etilenoxi) etanol que tiene 10,5 moles de óxido de etileno por molécula; Igepal C0887 es un emulsificador no-iónico, nonil fenoxipoli (etilenoxi) etanol que tiene 100 moles de óxido de etileno por molécula; y Alipal C0443 es un emulsificador aniónico, sal sódica de nonil fenoxipoli (etilenoxi) etanol sulfatado, (empleada como solución al 28% en agua).

Ejemplo 8

En todavía otro procedimiento de acuerdo con la invención, un epoxiéster de ácido graso que era semisólido

378621



21 MAY 1970

5 a la temperatura ambiente se calentó a 60°C para obtener un material que tenía aproximadamente una viscosidad de 300 poises. Este material se cargó en un dispositivo como el que se ha descrito en esta memoria (y operado a alta velocidad) junto con agua y emulsificador dentro de las cantidades descritas en otro lugar de esta memoria para obtener una producción y dilución continua de un concentrado como el que se ha descrito. El tamaño de partícula se controló a un promedio de aproximadamente 1 micra.

10 Debe entenderse que pueden hacerse aquí variaciones y modificaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la invención. Habiéndose descrito así la invención, se reivindica lo siguiente:

15 La presente solicitud que corresponde a la formulada en Estados Unidos de América, con fecha 2 de Mayo de 1969, bajo el Nº 821.235, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

25 1.- Un procedimiento para preparar una emulsión concentrada constituida esencialmente por un líquido insoluble en agua dispersado en una fase acuosa continua que comprende: (a) introducir continuamente una corriente de tal líquido y una corriente de agua en una zona de mezclado; (b) mezclar tales corrientes para formar una mezcla; (c) conducir tal mezcla a una zona de emulsificación;



21 MAY 1970

(d) someter tal mezcla en tal zona a una acción de batido simultáneamente en una gran área de tal mezcla para reducir tal líquido a un tamaño medio de partícula no mayor de 10 micras de diámetro, estando dichas partículas dispersadas en dicha agua; (e) llevar dicha emulsión a una zona de salida con mezclado continuo, y (f) retirar continuamente dicha emulsión de dicha zona de salida.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1 en el que dichos líquido y agua se mueven continuamente en dirección descendente desde dicha introducción a dicho mezclado, a dicha emulsificación, a dicha retirada.

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1 en el que dicho líquido en la etapa 4 constituye aproximadamente del 70% al 95% del total de agua y líquido introducidos en dicha etapa.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 1 que tiene las etapas adicionales de introducir continuamente una cantidad predeterminada de agua de dilución en dicha zona de dilución, y mezclar dicha emulsión y dicha agua para formar una emulsión diluida de líquido en agua en la que dicho líquido insoluble en agua tiene un tamaño medio de partícula no mayor de 10 micras.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 4 en el que dichos líquido y agua se mueven continuamente en sentido descendente desde dicha etapa de introducción hacia dicha etapa de retirada.

6.- Un procedimiento según la reivindicación 4 en el que en la etapa (a) dicho líquido constituye desde aproximadamente 70% hasta aproximadamente 95% del total de líquido y agua introducidos en dicha etapa.



1970

7.- Un procedimiento para preparar una emulsi3n concentrada constituida esencialmente por un l3quido insoluble en agua dispersado en una fase acuosa continua.

5

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompa1a y para los fines especificados.

Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a m1quina por una sola cara.

22 MAY. 1970

Madrid,

P.A.

Alberio de Eizaguirre
Pol. Poder.

378621

- 17 -

22-5-70