



381074

SECCION TECNICA
CLASIFICACION U.I.C.
CLAS. <u>B01</u> <u>B01</u>
SUBCLASE <u>b</u> <u>f</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA
 de una Patente de Invención a nombre de:
 KNAPSACK AKTIENGESELLSCHAFT, de naciona-
 lidad alemana, domiciliada en Knapsack
 bei Köln, (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO
 PARA LA PREPARACIÓN DE UNA BASE PARA PAS-
 TAS QUE CONTIENE ACIDO FOSFÓRICO".

.....ooo000ooo.....

El presente invento concierne a un procedimiento
 para la preparación de una base para pastas que contiene
 ácido fosfórico.

5 En una serie de casos, por ejemplo para el trans-
 porte o el almacenamiento de ácido fosfórico, así como especial-
 mente para su utilización para el tratamiento de superficies o
 la limpieza de metales, es de gran importancia que el ácido
 fosfórico no esté presente en forma poco viscosa-sinó en forma
 pastosa. El ácido fosfórico en forma de pasta no se escurre
 10 por ejemplo desde una superficie metálica que ha de ser deso-
 xidada, de modo que el ácido permanece en contacto con la capa



de óxido o de roña durante suficiente tiempo para poder disolverla.

En principio, según es sabido, se pueden transformar en pastas sistemas líquidos, acuosos y no acuosos, añadiéndoles bajo agitación o bajo amasado una cantidad de materiales de carga orgánicos o inorgánicos tal que se alcance la consistencia deseada. La cantidad de material de carga necesaria para cada caso depende enteramente de la clase de este material de carga. Así, por ejemplo, para espesar un ácido acuoso se necesita una cantidad muchísimo menor de material de carga si, en calidad de éste, se utiliza ácido silícico finamente disperso en lugar de Kieselgur (tierra de diatomeas) más grueso.

Por otro lado, también se necesitan muy grandes cantidades de material de carga si se amasan por ejemplo aminas grasas de cadena larga, que por si mismas producen una protección contra la corrosión, con el fin de obtener lubricantes pastosos, que poseen propiedades anticorrosivas para metales, con ácidos, por ejemplo ácido fosfórico, preferiblemente ácido crómico, cuyas sales también constituyen muy buenos agentes protectores contra la corrosión para metales, de tal modo que la cantidad de sustancia sólida formada en la amina correspondiente es suficiente como material de carga para el espesamiento (memoria de patente británica 1.010.713). Estas sustancias oleosas empastadas con grandes cantidades de sustancia sólida no contienen en ningún caso ácidos libres, ya que se trata de lubricantes.

También es sabido desde hace mucho tiempo que se



5 pueden transformar sistemas líquidos en pastas por formación de emulsiones. Para esto se necesita menos cantidad de material de carga orgánico que en el caso de las dispersiones sólidas antes descritas. Así, por ejemplo, se pueden emulsio-
nar en agua ácidos grasos con ayuda de un emulgente, preferi-
blemente una sal de amonio de estos ácidos, de tal modo que
resulta una pasta. En lugar de los ácidos grasos, se pueden
utilizar también, según las esperanzas, otros compuestos con
cadenas hidrocarbonadas largas, no pudiéndose obtener enton-
ces el emulgente de la base para pastas propiamente dichas,
10 sino que hay que añadirlo de modo separado, por ejemplo en el caso de aceite de parafina o en el caso de alcoholes grasos. Este modo de formación de pastas es utilizado desde hace mu-
cho tiempo en muchos sectores de utilización, tal como por
ejemplo en la química de los alimentos, en la cosmética, etc.

15 De este modo, también se pueden transformar ácidos acuosos a la forma pastosa. Así, es sabido, de acuerdo con la memoria de patente alemana 1.082.475, preparar pastas desoxi-
dantes que, además de ácido fosfórico, contienen un agente
espesante, por ejemplo un aceite saponificable o un ácido
20 graso susceptible de ser transformado en un jabón, así como, en calidad de agente tensioactivo, un emulgente, por ejemplo una amina terciaria, que tiene un grupo alcoholo graso y dos cadenas de polioxietileno en el átomo de nitrógeno o contienen
aminas de ácido graso, que poseen dos cadenas de polioxietile-
no en el átomo de nitrógeno.

25 Para esto, se mezclan mutuamente, por ejemplo ácido



fosfórico al 75% y agua, por un lado, así como la amina y ácido esteárico, por otro lado, en recipientes separados, se calientan ambas mezclas a 60°C, y después se vierte la segunda mezcla sobre la primera. De este modo, se obtiene una masa cremosa, poco viscosa, la cual al reposar durante la noche se espesa para formar una pasta homogénea.

Las pastas desoxidantes que son preparadas a base de emulsiones tienen sin embargo la desventaja de que, como base para pasta, están presentes compuestos químicos que no sólo no participan en el proceso de desoxidación, sino que tampoco garantizan ninguna protección duradera contra la oxidación. Por lo tanto, en dichos casos se debe añadir expresamente un agente protector contra la corrosión de modo que una pasta desoxidante eficaz deberá consistir en los componentes siguientes: base para pasta, ácido acuoso y agente protector contra la corrosión. Por otro lado, una propiedad de las emulsiones consiste en secarse con destrucción de la estructura. De este modo tiene lugar formación de terrones, que conduce a un efecto irregular del ácido que sirve para la desoxidación.

La misión del presente invento es preparar una base para pastas, que por si misma actúa como agente protector contra la corrosión, de modo que una pasta desoxidante está compuesta por ejemplo sólo por dos componentes, a saber ácido acuoso y agente protector contra la corrosión.

Sorprendentemente, se obtiene dicha base para pasta por incorporación de ácido fosfórico precalentado, bajo vigorosa agitación, en una dispersión acuosa de una amina de cadena



larga a temperatura elevada hasta alcanzar el punto de neutralización, y por subsiguiente agitación en frío de la mezcla de reacción.

5 Dicha base para pasta se caracteriza especialmente porque no contiene ningún agente espesante ni ningún material de carga especial, y además porque en ella, según la finalidad de utilización, se pueden incorporar un gran número de las más diversas sustancias.

10 De acuerdo con el invento, se obtiene esta base para pastas a base de ácido fosfórico y una amina de cadena larga, preparando en primer lugar una dispersión acuosa finamente dividida de la amina, incorporando bajo vigorosa agitación en la dispersión precalentada el ácido fosfórico también precalentado a temperatura elevada hasta alcanzar el
15 punto de neutralización, y agitando en frío a continuación la mezcla de reacción.

En este caso, la amina puede ser dispuesta previamente en una emulsión acuosa para obtener una mejor dispersión. A esta emulsión se pueden añadir adicionalmente emulgentes conocidos, por ejemplo los que son a base de ésteres de
20 ácido fosfórico orgánicos. Además, ésta puede contener, también para la mejor dispersión, disolventes orgánicos no miscibles con agua, tales como por ejemplo hidrocarburos parafínicos, especialmente petróleo, así como hidrocarburos clorados.
25 En este caso, los emulgentes se pueden emplear en cantidades de 5 hasta 10% en peso, referido a la amina y, si se emplea un disolvente orgánico, en las cantidades usuales de 5 hasta



1978

10% en peso, referido a este disolvente.

Ventajosamente, los componentes de partida o sus mezclas son mantenidos a temperaturas de aproximadamente 80°C hasta alcanzar el punto de neutralización. Después de haber alcanzado el punto de neutralización, la mezcla de reacción es agitada en frío. El enfriamiento desde la temperatura de reacción hasta la temperatura ambiente debe tener lugar en este caso con la mayor rapidez que sea posible.

El ácido fosfórico acuoso puede ser empleado con una concentración de 5 hasta 90% en peso, preferiblemente de 30 hasta 60% en peso.

En calidad de aminas de cadena larga son apropiadas especialmente las que tienen una cadena hidrocarbonada de 12 hasta 18 átomos de carbono, a saber las correspondientes alcoholaminas, alcoholéndiaminas u otras aminas con una o varias funciones amina de tipo primario, secundario o terciario en un radical hidrocarbonado de cadena larga, no sustituido o sustituido, tales como por ejemplo estearilamina, oleilamina, o mezclas de aminas grasas, tales como aminas grasas de coco o aminas grasas de sebo.

Después de alcanzar el punto de neutralización, se pueden añadir a la mezcla de reacción, según la finalidad de utilización de la base para pastas, otros componentes, a la temperatura de reacción o también a temperaturas más bajas, bajo agitación.

Dichos componentes pueden ser, por ejemplo: nuevamente ácido fosfórico y/o aminas de cadena larga, aminas de

- 7 - 381074



cadena corta y/o ácidos orgánicos o inorgánicos, tales como
por ejemplo ácido oxálico, ácido tartárico, ácido sulfúrico,
ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico, ácido nítrico y/o
agentes abrasivos, por ejemplo polvo fino de cuarzo o arcilla
5 para pulir, y/o sustancias auxiliares tales como tiourea,
cloruro de amonio, así como otras sustancias conocidas como
agentes de limpieza o de bruñido de metales o protectoras
de la corrosión especiales, tales como por ejemplo ceras,
ácidos céreos, aceite de silicona, etc.

10 La base para pastas preparada de acuerdo con el
invento puede encontrar utilización bien sea sola, bien sea
después de añadir los otros componentes, por ejemplo para el
tratamiento de superficies metálicas, especialmente en cali-
dad de agente de limpieza de metales o de agente de elimina-
15 ción de óxido o, por ejemplo, también para el tratamiento
de superficies de hormigón.

Los productos preparados de acuerdo con el inven-
to tienen, en comparación con los productos obtenidos según
procedimientos conocidos, una serie de ventajas. Disponen de
20 una concentración elevada de sustancia activa, dado que,
aparte de los componentes necesarios para la limpieza de me-
tales y para la protección de metales, no contienen ninguna
base para pastas de tipo extraño. Pueden ser eliminados de
nuevo con facilidad, eventualmente por lavado con agua, des-
25 de superficies sobre las cuales habían sido aplicados, de-
jando una película protectora hidrófoba con un efecto desu-
sadamente duradero sobre la superficie metálica lisa. Según



la finalidad de utilización, pueden ser ajustados en el margen ácido, neutro o básico.

Los siguientes ejemplos sirven para explicar el invento con más detalle, sin que el invento deba estar limitado a ellos.

5

EJEMPLO 1

4 g de estearilamina son calentados con 48 g de agua en baño María a 80°C y son agitados hasta quedar homogéneos con un agitador rápido. Después de esto se añaden lentamente, bajo agitación, tantas partes en peso de ácido fosfórico al 85% en peso, precalentado a 80°C, que se alcanza el punto de neutralización. De este modo se obtiene una base para pastas muy espesa en la que se pueden incorporar otros componentes (véase ejemplo 2).

10

15

EJEMPLO 2

Se procede como en el Ejemplo 1, y después de alcanzar el punto de neutralización, se añade más cantidad de ácido fosfórico, aproximadamente en la cantidad del agua añadida, en estado frío a aproximadamente 20°C. Se obtiene una pasta suave con una elevada proporción de ácido fosfórico, que puede ser utilizada por ejemplo en calidad de agente desoxidante.

20

EJEMPLO 3

La preparación de las pastas tiene lugar como en el

Y



Ejemplo 1. En lugar de estearilamina se utiliza oleilamina, aminas grasas de coco o aminas grasas de sebo.

EJEMPLO 4

5 20 g de estearilamina son calentados a 80°C con 2 g de un emulgente a base de ésteres orgánicos de ácido fosfórico y se añaden bajo agitación, lentamente, 100 g de agua precalentada a 80°C. Después de agitar hasta homogeneidad, se incorpora ácido fosfórico al 75% en peso según el modo descrito en el Ejemplo 1.

10

EJEMPLO 5

A la mezcla de amina y emulgente de acuerdo con el Ejemplo 4 antes de la adición de agua, se añaden hasta 75 g de petróleo. Esta adición hace que se logre una mejor penetración a través de la capa de óxido.

15

EJEMPLO 6

20 A las mezclas según los Ejemplos 1 a 5 se añade, después de alcanzar el punto de neutralización o posteriormente, hasta 30% en peso de agente abrasivo, referido a la base para pastas. Las pastas obtenidas de este modo son empleadas como agentes de bruñido de metales con un efecto disolvente del óxido y, en comparación con las pastas ya conocidas para estos fines, se caracterizan porque el efecto mecánico de limpieza es completado por la eliminación química del óxido.



1970

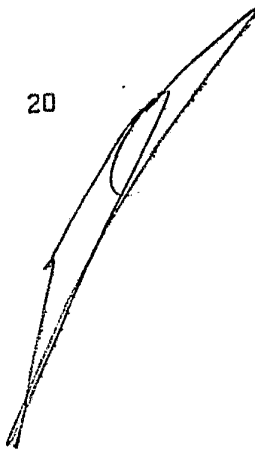
EJEMPLO 7

5 Se procede como en el Ejemplo 1 y, después de alcanzar el punto de neutralización de la base para pastas, se añade una solución débilmente ácida de 8 g de tiourea en 50 g de agua. Además, se pueden añadir agentes de pulimentación, ceras y disolventes, y de este modo se obtiene un eficaz agente para bruffir plata, con un agente protector contra la corrosión como base para pasta. En lugar de la tiourea se puede emplear cloruro de amonio y entonces se obtiene un agente para
10 para bruffir cobre con un agente protector contra la corrosión en calidad de base para pasta.

EJEMPLO 8

15 Para la preparación de un agente para bruffir metal neutro se hacen reaccionar en primer lugar, de acuerdo con el Ejemplo 5, 3 g de estearilamina, 4 g de emulgente, 50 g de agua así como 20 g de petróleo, con 1,3 g de ácido fosfórico al 85% en peso, y luego se añaden al producto de reacción 4 g de un ácido céreo, 20 g de arcilla para pulir, 20 g de un agente abrasivo así como 5 g de aceite de silicona.

20



----- N O T A -----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:
1.- Procedimiento para la preparación de una base



5 para pastas que contiene ácido fosfórico, caracterizado por-
que en una dispersión acuosa finamente dividida, preparada
previamente, de una amina de cadena larga, se incorpora a
temperatura elevada el ácido fosfórico también precalentado,
bajo vigorosa agitación, hasta alcanzar el punto de neutrali-
zación, y a continuación se agita en frío la mezcla de reac-
ción.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque la amina es preparada previamente en forma
de una emulsión acuosa.

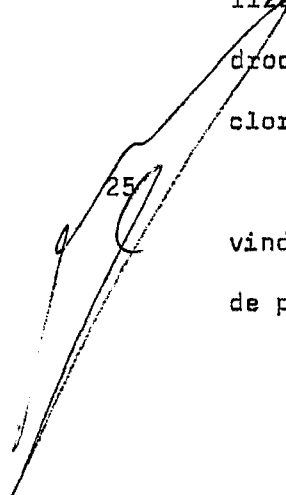
3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracte-
rizado porque se prepara previamente una emulsión acuosa de
la amina, la cual contiene adicionalmente emulgentes.

15 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracte-
rizado porque a la emulsión acuosa se añaden emulgentes
conocidos a base de ésteres orgánicos de ácido fosfórico.

20 5.- Procedimiento según una cualquiera de las rei-
vindicaciones 2 hasta 4, caracterizado porque a la emulsión
acuosa de la amina se añaden adicionalmente disolventes orgá-
nicos no miscibles con agua.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracte-
rizado porque a la emulsión acuosa de la amina se añaden hi-
drocarburos parafínicos, por ejemplo petróleo o hidrocarburos
clorados.

25 7.- Procedimiento según una cualquiera de las rei-
vindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque los componentes
de partida o sus mezclas son mantenidos a temperaturas de





381072

aproximadamente 80°C hasta alcanzar el punto de neutralización.

5 8.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado porque la mezcla de reacción es agitada en frío con la mayor rapidez posible hasta la temperatura ambiente.

10 9.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizado porque se emplea ácido fosfórico acuoso con una concentración de 5 hasta 90% en peso.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el ácido fosfórico acuoso se emplea con una concentración de 30 hasta 60% en peso.

15 11.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 10, caracterizado porque en calidad de amina de cadena larga se emplea una con una cadena hidrocarbonada de 12 hasta 18 átomos de carbono.

20 12.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque en calidad de aminas de cadena larga se emplean alcoholaminas, alcoholéndiaminas u otras aminas con una o varias funciones amina de tipo primario, secundario o terciario en un radical hidrocarbonado de cadena larga, no sustituido o sustituido, tales como por ejemplo estearilamina, oleilamina o mezclas de aminas grasas, tales como aminas grasas de coco o aminas grasas de sebo.

25

13.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizado porque después de



23

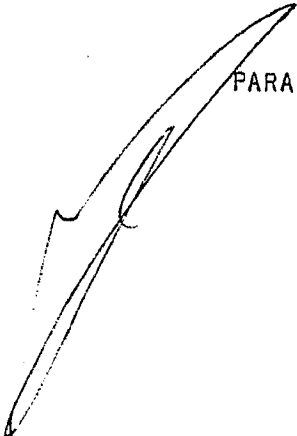
alcanzar el punto de neutralización de la mezcla de reacción, según la finalidad de utilización de la base para pastas, se añaden otros componentes bajo agitación.

5 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque estos otros componentes están a la temperatura ambiente.

15.- Procedimiento según las reivindicaciones 13 ó 14, caracterizado porque como otros componentes se añaden de nuevo el ácido fosfórico y/o la amina de cadena larga.

10 16.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 13 hasta 15, caracterizado porque en calidad de otros componentes se añaden otras aminas y/o ácidos orgánicos o inorgánicos, tales como por ejemplo ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico, ácido nítrico o ácido
15 oxálico o ácido tartárico y/o agentes abrasivos, tales como por ejemplo polvo fino de cuarzo o arcilla para pulir y/u otras sustancias auxiliares, tales como tiourea o cloruro de amonio y/o sustancias conocidas como agentes especiales de limpieza o bruñido de metales o agentes protectores contra
20 la corrosión, tales como por ejemplo ceras, ácidos céreos o aceite de silicona.

17.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE UNA BASE PARA PASTAS QUE CONTIENE ÁCIDO FOSFÓRICO.



381074



1970

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 JUN. 1970

CARLOS FERNÁNDEZ CANDELAS
P.P.

Handwritten signature of Carlos Fernández Candelas.

A large, stylized handwritten mark or signature.