

209 J



403 97

403 105

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

PATENTE DE INVENCION.

SOLICITANTE: **NORDDEUTSCHE AFFINERIE.**

RESIDENCIA: **Alsterterrasse 2, 2000 HAMBURG -36**

(ALEMANIA)

ENUNCIADO: **UN PROCEDIMIENTO PARA UNIR SUBSTANCIAS
ACTIVAS SOLIDAS.**

Prioridad: Patente alemana, P 21 25 781.8 del 25.5.71
anr.-

403105

- 2 -



23

1

El invento se refiere a un procedimiento para unir sustancias activas sólidas, finamente distribuidas, con bases sobre las que en sí no se adhieren, o bien se adhieren tan solo insuficientemente. A este particular se piensa especialmente en la aplicación de capas porosas de medios químicos sorbedores, catalizadores o similares, sobre substratos granulosos a granados, en sí no reactivos.

5

10

Los sólidos cuyas superficies participan en el curso de reacciones, tienen por lo general que estar presentes en forma finamente distribuida, con el fin de conseguir una velocidad alta de reacción o respectivamente una cuota elevada de transformación.

15

Para eludir la constante y por lo general muy costosa mezcla y nueva separación de la solución de la reacción y el sólido, es conocido aplicar los sólidos, por ejemplo, mediante precipitado desde soluciones, sobre portadores de gran superficie, o bien moldearlos en forma de cuerpos porosos. A este particular es preciso conformarse con una pequeña pérdida de eficacia.

20

En muchos casos en los que la superficie activa de los sólidos es sensible contra la pérdida de agua o frente a la acción del aire, no pueden aplicarse estos procedimientos conocidos. Tal es especialmente el caso tratándose de sustancias como, por ejemplo, algunos oxihidratos, cuya forma activa es viscosa y que son inactivados de manera irreversible en caso de pérdida de agua.

25

30

La separación de estas sustancias finamente distribuidas, extrayéndolas de las soluciones de la reacción, se facilita mediante la adición de agentes floculadores, si bien la clarificación de los líquidos exige pilas de decantación



1 de un tamaño correspondiente al rendimiento cuantitativo,
puesto que es difícil filtrar los precipitados.

5 Con separadores de sólido-líquido que trabajen confor-
me al principio de centrifugado, si bien se puede conseguir
una separación más rápida, requiere en cambio el paso de
cantidades grandes de líquido un considerable gasto técnico.

10 Mediante el invento se resuelve el problema de ligar
también estas sustancias finamente distribuidas, en forma
activa, sobre bases, en especial substratos granulados a
granados, evitándose con ello el considerable gasto técnico
en su aplicación.

15 Este problema se resuelve por el hecho de que para la
formación de capas porosas, totalmente eficaces en el sen-
tido de los sólidos activos citados, sobre las bases indica-
das, se agregan en presencia de las mismas a dispersiones
acuosas de los sólidos activos, en calidad de agentes flo-
culadores, sucesivamente dos sustancias hidrosolubles, de
las que por lo menos una tiene una afinidad con respecto al
sólido activo, y que al ser incorporadas a una solución
20 acuosa forman una masa pegajosa, insoluble en agua, que que-
da adherida fijamente sobre la base e incluye al sólido ac-
tivo, y porque una vez formado el precipitado, se agregan
en caso necesario látices de sustancias insolubles en agua,
que proporcionen recubrimientos porosos, no pegajosos.

25 La mencionada afinidad de una o respectivamente de las
dos sustancias hidrosolubles que forman el agente flocula-
dor con respecto al sólido activo, puede consistir, por
ejemplo, en una adsorción sobre el sólido.

30 La pegajosidad y viscosidad de la masa formada vienen
determinadas por la clase y por la relación cuantitativa de

403105

- 4 -



1 las dos sustancias hidrosolubles.

La pegajosidad hacia fuera se contrarresta agregando en forma de látex otra sustancia, si bien convenientemente insoluble en agua y que ha de tener una afinidad con respecto a por lo menos una de las sustancias anteriores, siendo precipitada con ello sobre la capa pegajosa en forma de envoltura delgada, de poros bastos.

Un exceso no iraguado de esta tercera sustancia queda disperso en el látex. En determinados casos se puede destruir la dispersión mediante variación del valor pH, de modo que por lo general se puede aplicar todavía una cantidad adicional de sustancia sobre el material presente.

En algunos casos parece ser útil este tratamiento ulterior, por motivos de la estabilidad mecánica. En otros casos se puede prescindir de la tercera sustancia, no soluble en agua, si la pegajosidad exterior demuestra ser pequeña y no perjudicial para el fin de aplicación ulterior.

Como sustancias hidrosolubles que originan la floculación recíproca, son apropiados polielectrolitos. Son éstos sustancias de elevado peso molecular, con carácter ácido o respectivamente básico. Ahora bien, materias prácticamente no ionógenas, tales como, por ejemplo, amidas de ácidos de alto peso molecular, proporcionan con polielectrolitos básicos compuestos insolubles apropiados.

Un carácter ácido proporcionan, por ejemplo, los grupos carboxílicos, sulfónicos y fosfóricos, y un carácter básico, casi siempre grupos nitrogenados.

El número de sustancias que pueden ser consideradas es muy grande, ya que no se trata tan solo de la función ácida o básica. Son apropiados, por ejemplo, polimerizados puros o



1 mixtos de maleina, vinilo, acrílo, metacrilo, estírol, etc.,
y los productos que se obtienen por degradación o saponifi-
cación total o parcial de, por ejemplo, ésteres o amidas.
Entre las sustancias básicas especialmente apropiadas figu-
5 ran, sobre todo, las polietileniminas. En la literatura es-
pecial del ramo se describen suficientemente la obtención y
las propiedades de estas sustancias.

10 Para la tercera sustancia, que evita la pegajosidad,
es en principio válido lo mismo en cuanto al carácter del
electrolito, a excepción de que las sustancias han de ser
convenientemente insolubles en agua. Para su aplicación, de-
ben estas sustancias encontrarse presentes entonces en forma
de dispersión (látex).

15 En algunos casos es ventajoso tratar los substratos
previamente con uno de los agentes floculadores. Esto puede
realizarse, por ejemplo, mediante el secado encima de una
solución poco consistente que, en el caso de la polietilenimi-
na o de otras bases de nitrógeno, puede contener un endure-
cedor, tal como epiclorhidrina.

20 Otra posibilidad radica en generar una capa delgada so-
bre los substratos, para lo cual se aplican previamente can-
tidades pequeñas de las dos sustancias hidrosolubles, sin el
sólido en cuestión.

25 Como substratos son apropiados fundamentalmente todos
los materiales que sean estables ante los medios de trabajo.

Para una mejor humectación de los substratos, se les
pueden agregar a las soluciones agentes mojantes conocidos.

Ejemplo 1

30 A una suspensión a base de 400 kg de ácido estánnico
(30 % de contenido en extracto seco) y 500 kg de arena de

403105

- 6 -



23

1 mar de grano fino en 1,5 metros cúbicos de agua se le agre-
gan sucesivamente, agitando, las soluciones de 1 kg de un
agente floculador consistente en poliacrilamida, y 5 kg de
un agente floculador consistente en polietilenimina con un
5 peso equivalente de 320, con relación a la forma usual en
el comercio. Cada granito del substrato quedó con ello re-
cubierto con una masa pegajosa microporosa, que contenía la
totalidad del ácido estánnico. Mediante la adición de 40 kg
de una dispersión al 5 % de un copolimerizado amino-activo
10 de acrilato, se tendió en torno de los granos, a manera de
terminación, una envoltura de poros bastos.

Ejemplo 2

15 A una suspensión a base de 100 kg de sustrato de gra-
no fino consistente en coque menudo (0,5 - 1 mm de tamaño
de grano) en 1,5 m³ de agua, se le agregan sucesivamente,
agitando, las soluciones de 250 g de un agente floculador
a base de poliacrilamida, y 500 g de un agente floculador a
base de polietilenimina con un peso equivalente de 120, con
relación a la forma usual en el comercio. Después de agitar
20 durante 10 minutos se agregan sucesivamente 400 kg de ácido
estánnico (30 % de contenido en extracto seco) y las triples
cantidades de los agentes floculadores indicados en el ejem-
plo 1, es decir, 750 g de poliacrilamida y 1500 g de poli-
etilenimina. Cada granito quedó con ello recubierto con una
25 masa pegajosa microporosa, adherida de manera especialmente
fuerte gracias al tratamiento previo, que contenía la tota-
lidad del ácido estánnico. Un tratamiento ulterior con una
dispersión como la del ejemplo 1, no es preciso a este par-
ticular.

30 (Gracias a este tratamiento indicado en los ejemplos,



1 el ácido estánnico se halla presente en una forma granulosa muy activa, que es apropiada especialmente para la utilización en columnas de adsorción con una cantidad muy grande de paso de líquido.

5 La ligazón del ácido estánnico sobre los granos del substrato es estable inclusive frente a ácidos calientes de alta concentración, con lo que resulta posible de manera sencilla, entre otras cosas, el tratamiento adsorbente para la eliminación de lodos arrastrados y de arsénico, antimonio y bismuto disueltos, entre otras cosas, también de lejías de electrólisis de cobre.

10 Las relaciones cuantitativas de los substratos, de los sólidos activos y de las sustancias que forman el componente adhesivo, no son críticas. Lo mismo ocurre con respecto al tamaño de grano de los substratos. Estos datos pueden oscilar dentro de amplios límites. Ahora bien, por motivos prácticos existe casi siempre interés por una carga de sólido especialmente densa, lo que ha sido realizado en los ejemplos indicados.

20 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

25 1. Un procedimiento para unir sustancias activas sólidas, finamente distribuidas, con bases sobre las que en sí no se adhieren, o bien se adhieren tan solo insuficientemente, caracterizado porque para la formación de capas porosas, totalmente eficaces en el sentido de los sólidos activos citados, sobre las bases indicadas, en especial substratos inertes de grano fino hasta granados, se agregan en presencia de los mismos a dispersiones acuosas de los

30

403105

- 8 -



1

sólidos activos, en calidad de agentes floculadores, sucesivamente dos sustancias hidrosolubles, de las que por lo menos una tiene una afinidad con respecto al sólido activo, y que al ser incorporadas a una solución acuosa forman una

5 masa pegajosa, insoluble en agua, que queda adherida fijamente sobre la base e incluye al sólido activo, y porque una vez formado el precipitado, se agregan en caso necesario látices de sustancias insolubles en agua, que proporcionen recubrimientos porosos, no pegajosos.

10

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como agentes floculadores se emplean polielectrolitos orgánicos, de alto peso molecular, con carácter ácido, junto con otros de carácter básico.

15

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como agentes floculadores se emplean polielectrolitos básicos, junto con amidas ácidas de alto peso molecular.

20

4. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque como agentes floculadores se emplean derivados de poliacrilo y polietileniminas.

25

5. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las bases se tratan previamente con los agentes floculadores.

6. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque como sustancias que contrarrestan la pegajosidad se emplean derivados amino-activos de poliacrilo.

30

7. Se reivindica por último como objeto que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENT

403105



1 TO PARA UNIR SUBSTANCIAS ACTIVAS SOLIDAS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de nueve páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 23 de mayo de 1.972

BERNARDO UNGRIA

P.D.

10

15

20

25

30