

Int. Cl.:	C05G
	422,688

nº 422.688

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

COMPAGNIE FRANCAISE DE
PRODUITS INDUSTRIELS

sociedad anónima francesa, domiciliada en
177, quai du Docteur Dervaux, 92601-Asnières,
Francia, relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PRO
DUCTOS ANTIAPELMAZANTES"

=====

Inventores: Joseph Schapira, Jean-Claude Cheminaud
y Alexandre Askienazy

Prioridad: Solicitud de patente en Francia nº
73 02163 de fecha 22 enero 1973.



MEMORIA DESCRIPTIVA

La invención tiene por objeto la preparación de pro
ductos antiapelmazantes para impedir el apelmazado o aglomera
ción en masa de sales, abonos simples y abonos complejos. - -

5. Se sabe que las sales y los abonos, simples y com-
plejos, demuestran una notoria tendencia al apelmazado, es de
cir a la aglomeración en masa, en particular cuando están so-
metidos a variaciones climáticas, es decir durante el almace-
naje que precede a su empleo. Se subraya que tal apelmazado
10. puede traducirse, por ejemplo, en la transformación de un sa-
co de abono en un monolito absolutamente inutilizable. - - -

- Entre las sales y los abonos simples a que se refie-
re la invención se pueden citar las sales nitrogenadas, ta-
les como los nitratos de amonio, de sodio, de potasio y de
15. calcio, los sulfatos monoamónico y diamónico, la urea y el
cloruro de potasio; por lo que se refiere a los abonos comple-
jos, se recuerda que están constituidos por mezclas complejas
de sales a base de por lo menos dos elementos del grupo cons-
tituido por el nitrógeno, el fósforo y el potasio, identifi-
cándose estos abonos por fórmulas del tipo NPK x-y-z en las
20. cuales los números x, y, z designan respectivamente el porcen-
taje de nitrógeno, de anhídrido fosfórico y de K_2O de la mez-
cla que constituye el abono complejo. - - - - -



Se han propuesto ya diversas soluciones para luchar contra el apelmazado de dichos materiales pero ninguno de ellos ha dado completa satisfacción. - - - - -

5. Así se ha propuesto protegerlos contra el apelmazado recubriéndolos de un polvo, por ejemplo de yeso, de talco, de tierra de infusorios o de arcilla, en cantidades que lleguen al 2,5% en peso, con respecto al peso de los productos a tratar. Se ha constatado que no sólo el efecto antiapelmazante obtenido es insuficiente, sino que además estos productos se adhieren mal a las superficies y provocan polvos indeseables cuando tienen lugar las diferentes manipulaciones de los materiales tratados. - - - - -

15. Se ha propuesto igualmente la utilización de sustancias adhesivas, tales como las colas, los aceites, los éteres glicólicos de polisacáridos y los productos de condensación del formaldehído y de la urea. Sin embargo, la utilización de estas sustancias no evita, de forma duradera, la formación de polvo. - - - - -

20. Se ha propuesto igualmente utilizar aceites minerales, ceras parafínicas o su mezcla pero, si bien así se evitan los polvos, el efecto antiapelmazante es insuficiente a dosis suficientemente débil para que estos productos se hayan podido imponer en la práctica. - - - - -

25. Se ha propuesto igualmente utilizar aminas grasas. Estos tratamientos no dan entera satisfacción, puesto que se está obligado, para obtener un efecto antiapelmazante sufi-



ciente, a utilizar cantidades relativamente elevadas de cargas minerales intermedias, generalmente arcillas caolínicas, lo que provoca cantidades importantes de polvos indeseables.-

5. Se ha propuesto además recurrir a sustancias polimerizables, tales como el estireno, el cloruro de vinilo, el acrilonitrilo y el etileno que, después de aplicación, se transforman en polímeros insolubles en agua. Esta solución tampoco ha tenido desarrollo debido al coste demasiado elevado de los productos preconizados. - - - - -

10. Finalmente, se ha propuesto también la utilización de cargas tratadas con sustancias tensioactivas, tales como los alcoilarilsulfonatos de sodio. Sin embargo, estos productos no se han impuesto hasta el presente puesto que el efecto antiapelmazante obtenido es insuficiente y la formación de polvo no puede evitarse debido a las cantidades relativamente importantes de carga necesarias. - - - - -

15. La invención tiene ante todo por objetivo proveer a la preparación de un producto antiapelmazante del género en cuestión que responda mejor que los que ya existen a las distintas exigencias de la práctica. - - - - -

20. El solicitante ha hallado que, de forma inesperada, los alcoilarilsulfonatos alcalinotérreos, en particular los de calcio, están dotados de propiedades antiapelmazantes notables con respecto a las sales, a los abonos simples y a los abonos complejos. - - - - -

25.



Por consiguiente, el producto antiaglomerante para sales, abonos simples y abonos complejos, preparado según la invención, se dota como substancia activa de por lo menos un alcoilarilsulfonato alcalinotérreo, preferentemente de calcio, que tiene de 7 a 30, preferentemente de 10 a 26, átomos de carbono. - - - - -

Otras características de la invención resaltarán de la descripción y de los ejemplos que siguen y con la ayuda de los cuales podrá comprenderse perfectamente la invención. - -

10. Para luchar contra el apelmazado de las sales, abonos simples o complejos, se recurre, según la invención a un producto que presenta por lo menos un alcoilarilsulfonato alcalinotérreo, preferentemente de calcio, que tiene de 7 a 30, preferentemente de 10 a 26, átomos de carbono. - - - - -

15. Por lo que se refiere ante todo a los alcoilarilsulfonatos alcalinotérreos, su grupo aromático puede ser el benceno o, preferentemente, el naftaleno. - - - - -

20. Los alcoilarilsulfonatos inferiores, a saber los que tienen hasta 18 átomos de carbono aproximadamente, son solubles en agua y pueden emplearse en solución acuosa. Más allá de 18 átomos de carbono la solubilidad en agua disminuye al tiempo que aumenta la solubilidad en los solventes orgánicos, de forma que los miembros superiores pueden emplearse en los solventes industriales tales como los productos derivados del petróleo. - - - - -

25.



A título de ejemplos de alcoilarilsulfonatos susceptibles de emplearse en el marco de la invención, se pueden citar las sales alcalinotérreas de los ácidos toluensulfónico, xilensulfónico, etilbencensulfónico, isopropilbencensulfónico, diisopropilbencensulfónico, butilbencensulfónico, isobutilbencensulfónico, dibutilbencensulfónico, diisobutilbencensulfónico, metilnaftalensulfónico, dimetilnaftalensulfónico, dietilnaftalensulfónico, propil- e isopropilnaftalensulfónicos, dipropil- y diisopropilnaftalensulfónicos, butil- e isobutilnaftalensulfónicos, dibutilnaftalensulfónico, diisobutilnaftalensulfónico, metilbutilnaftalensulfónico, metilisobutilnaftalensulfónico, tetrabutilnaftalensulfónico, tetraisobutilnaftalensulfónico, triamilnaftalensulfónico, tetraamilnaftalensulfónico, pentabutilnaftalensulfónico, pentaisobutilnaftalensulfónico y dinonilnaftalensulfónico. - - - - -

Es posible utilizar mezclas de por lo menos dos de estos compuestos. - - - - -

Para tratar una sal, abono simple o complejo a fin de impedir su apelmazado se le incorpora una cantidad de 0,01 a 0,2% en peso con respecto a dicha sal, abono simple o complejo de dicho producto antiapelmazante, preparado según la invención. - - - - -

La incorporación puede realizarse: - - - - -

- por pulverización, sobre la sal, abono simple o complejo a tratar, de una solución en agua o en un solvente (según que el producto elegido sea hidro- o liposoluble) del



producto antiapelmazante, siendo seguida esta pulverización por un recubierto mediante una carga tal como el yeso, la tierra de infusorios, el talco, las arcillas y similares, - - -

5. - por recubierto de las sales, abonos simples o complejos, con la ayuda de una carga del tipo mencionado anteriormente, seguido por una pulverización de dicha solución del producto antiapelmazante, - - - - -

10. - por tratamiento de una carga del tipo mencionado anteriormente con la ayuda del producto antiapelmazante, y luego recubierto de las sales, abonos simples o complejos por medio de la carga así tratada, - - - - -

15. - por mezcla del producto antiapelmazante con las soluciones de sales, abonos simples o complejos a tratar durante la fabricación de éstos, y ello antes de la obtención del producto seco. - - - - -

20. Se ha observado - y ello puede parecer sorprendente cuando se conoce el efecto nefasto del agua sobre la tendencia al apelmazado - que las sales y abonos simples o complejos tratados con los productos preparados según la invención presentaban una excelente resistencia al apelmazado, incluso cuando los productos preparados según la invención se utilizaban en solución acuosa. - - - - -

25. Las cantidades de producto antiapelmazantes empleadas pueden variar de 0,01% a 0,2% en peso con respecto a la sal, al abono simple y al abono complejo; preferentemente, es



tas cantidades están comprendidas entre 0,02% y 0,1%. - - - -

La cantidad de cargas empleadas puede llegar hasta 2,5% con respecto a la sal o abono tratado; en general, son suficientes cantidades de 1% aproximadamente. - - - - -

5. Se observa que los productos antiapelmazantes preparados según la invención pueden emplearse en combinación con productos antiapelmazantes ya conocidos. - - - - -

10. Para ilustrar las propiedades antiapelmazantes de los productos preparados según la invención se ha procedido a cierto número de ensayos que consisten en realizar probetas cilíndricas de 4 cm de altura y de 4 cm de diámetro utilizando la sal o el abono, tratados o no, y en someterlas a una presión de 0,8 kg/cm² durante 48 horas, en un recinto cuya temperatura y cuya humedad se hacen variar según dos ciclos de 15. 24 horas, comprendiendo un período cálido y húmedo durante el día (aproximadamente 29°C y aproximadamente 60% de humedad relativa) y un período frío y seco durante la noche (aproximadamente 26°C y 40% de humedad relativa). - - - - -

20. Luego las probetas son aplastadas entre dos placas paralelas. - - - - -

25. La fuerza de aplastamiento observada constituye una medida del grado de apelmazado de la sal o del abono. El valor 100 se da a la fuerza de aplastamiento observada para un tratamiento que se toma como referencia, y los valores hallados para los otros tratamientos se expresan en porcentaje con



respecto a la medida de referencia. Los resultados de las experiencias realizadas se reunen en forma de ejemplos en la tabla siguiente. - - - - -

5. Los tres tratamientos de referencia (ej. nº 1, 13 y 16) se refieren respectivamente a un abono complejo, a un abono simple y a una sal; en los dos primeros tratamientos de referencia se ha utilizado como producto antiapelmazante de referencia la estearilamina que se aplica por medio de una carga constituida por caolín en el caso del ejemplo 1 y por medio de una solución en petróleo doméstico en el caso del ejemplo 13; en el caso del tercer tratamiento de referencia se ha considerado que el valor 100 se obtenía con KCL sin antiapelmazante. - - - - -

15. En las experiencias realizadas, el abono simple es el NH_4NO_3 , los abonos complejos los designados por NPK 14-18-18 y NPK 17-17-17 y las sales el cloruro de potasio. - - - - -

Se han realizado, para cada tratamiento, 10 probetas y se indica el porcentaje del grado medio de apelmazado.-

20. Se ha realizado igualmente un tratamiento de comparación con dibutilnaftalensulfonato de sodio. - - - - -

25. Los productos antiapelmazantes preparados según la invención y empleados en dichas experiencias comprenden 1,25-ó 1,5-isobutilnaftalensulfonato de calcio o diisobutilnaftalensulfonato de calcio o pentaisobutilnaftalensulfonato de calcio o pentabutilnaftalensulfonato de calcio o monoisobutil



naftalensulfonato de calcio o tetrabutylnaftalensulfonato de calcio o diisopropilbencensulfonato de calcio. - - - - -

Por lo que se refiere a la preparación de los ácidos que se hallan en la base del dibutilnaftalensulfonato de sodio y de dichos productos preparados según la invención, se puede proceder como sigue: - - - - -

5.

- el ácido dibutilnaftalensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de naftaleno por 2 moles de n-butanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

10.

- el ácido 1,25-isobutilnaftalensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de naftaleno por 1,25 moles de isobutanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

15.

- el ácido 1,5-isobutilnaftalensulfónico puede prepararse por métodos bien conocidos, por ejemplo tratando 1 mol de naftaleno por 1,5 moles de isobutanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

20.

- el ácido diisobutilnaftalensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de naftaleno por 2 moles de isobutanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

- el ácido pentaisobutilnaftalensulfónico puede pre



pararse tratando 1 mol de naftaleno por 5 moles de isobutanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

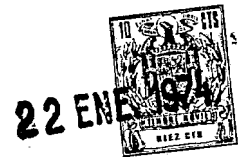
5. - el ácido pentaisobutilnaftalensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de naftaleno por 5 moles de n-butanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

10. - el ácido monoisobutilnaftalensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de naftaleno por 1 mol de isobutanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

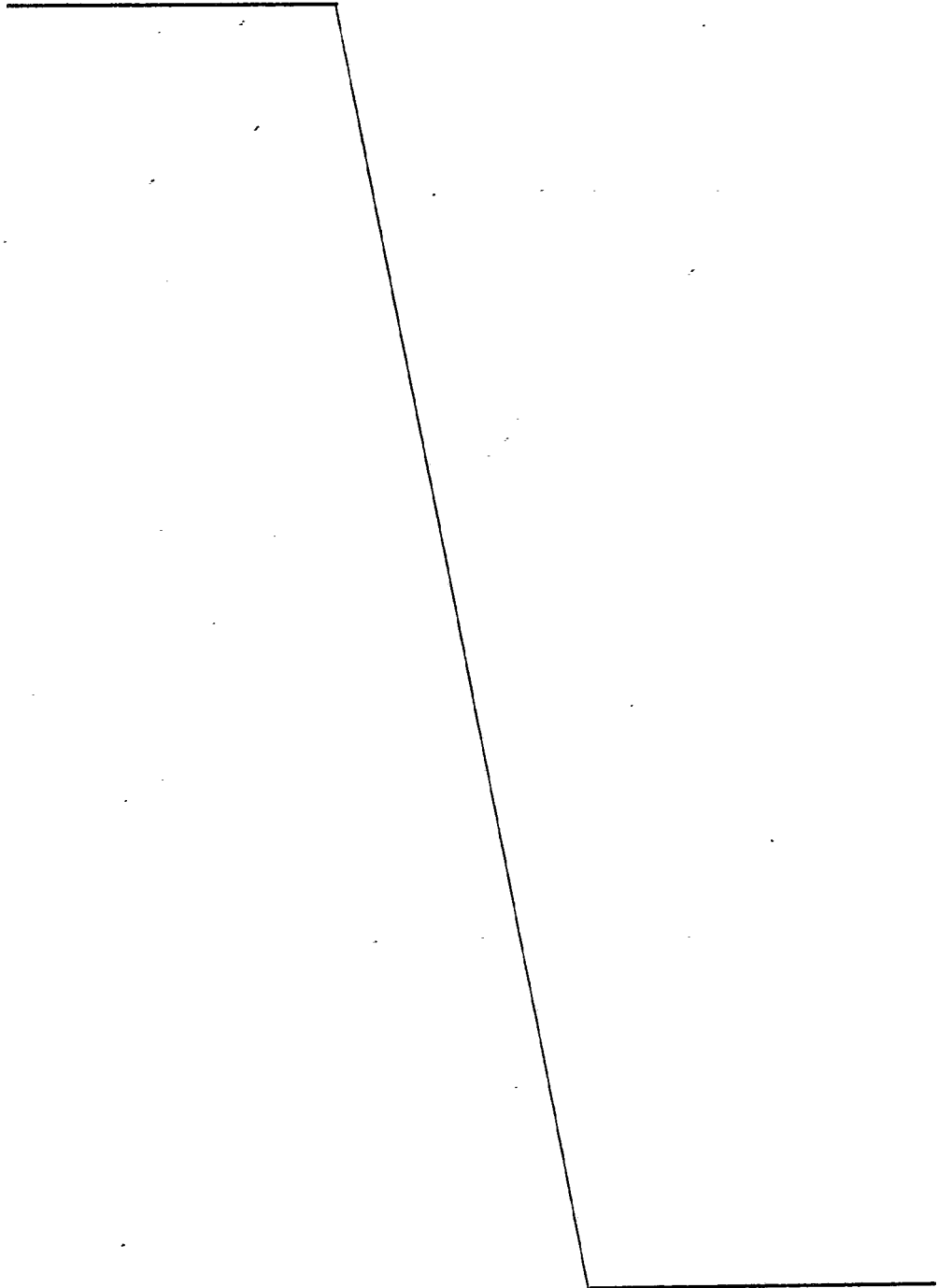
15. - el ácido tetrabutylnaftalensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de naftaleno por 4 moles de n-butanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃, - - - - -

20. - el ácido diisopropilbencensulfónico puede prepararse tratando 1 mol de benceno por 2 moles de isopropanol en presencia de ácido sulfúrico y luego sulfonando con, por ejemplo, óleum al 20% de SO₃. - - - - -

Se subraya que las expresiones mono- ó dialcoilnaftalensulfonato significan que se utilizan relaciones molares al cohol/naftaleno de 1/1 ó 2/1, siendo los productos obtenidos mezclas complejas de mono-, di-, tri- y polialcoilnaftalensulfonatos. - - - - -



Dichos constituyentes se designan en la tabla siguiente, respectivamente, por A, B, C, D, E, F, G, H y K. - -



Ej. No	Sal o abono tratado	Producto antiapelmazante: naturaleza y cantidad en % en peso	Carga: naturaleza y cantidad en % en peso	Modo de tratamiento	Grado de apelmazado
1	NPK 14-18-18	0,018% estearilamina	1,5 % caolín	Recubierta	100 %
2	NPK 14-18-18	0,07 % de A	1,3 % caolín	Tratamiento de la carga por una solución acuosa al 33% de materia activa y luego recubierta del abono por la carga tratada	130 %
3	NPK 14-18-18	0,06 % de B	1,3 % caolín	idéntico al ejemplo 2	55 %
4	NPK 14-18-18	0,06 % de C	1,3 % caolín	idéntico al ejemplo 2	50 %
5	NPK 14-18-18	0,07 % de D	1 % caolín	idéntico al ejemplo 2	33 %
6	NPK 14-18-18	0,07 % de D	1 % caolín	Pulverización sobre el abono de una solución acuosa al 33% de materia activa y luego recubierta del abono por la carga	30 %

22



Ej. No	Sal o abono tratado	Producto antiapelmazante: naturaleza y cantidad en % en peso	Carga: naturaleza y cantidad en % en peso	Modo de tratamiento	Grado de apelmazado
7	NPK 14-18-18	0,07 % de E	0,9 % caolín	Tratamiento de la carga por la materia activa en solución al 33% en petróleo doméstico y luego recubierto del abono por la carga tratada	55 %
8	NPK 14-18-18	0,05 % de F	0,9 % caolín	idéntico al ejemplo 7	71 %
9	NPK 17-17-17	0,018 % de estearilamina	1,5 % caolín	Recubierto	Algunos grumos
10	NPK 17-17-17	0,06 % de G	1,3 % caolín	idéntico al ejemplo 6	Fluida sin grumos
11	NPK 17-17-17	0,06 % de D	1,3 % caolín	idéntico al ejemplo 6	Fluida sin grumos
12	NPK 17-17-17	0,05 % de E	1,35% caolín	idéntico al ejemplo 6	Fluida sin grumos
13	NH ₄ NO ₃ que contiene 4% de carga	0,02 % de estearilamina	-	Pulverización sobre el abono de una solución de petróleo doméstico al 20% de materia activa	100 %



22 FEB 1974

Ej. N°	Sal o abono tratado	Producto antiapelmazante: naturaleza y cantidad en % en peso	Carga: naturaleza y cantidad en % en peso	Modo de tratamiento	Grado de apelmazado
14	NH ₄ NO ₃ que contiene 4% de carga	0,049 % de E	-	Pulverización sobre el abono de una solución en petróleo doméstico a 25% de materia activa	85 %
15	NH ₄ NO ₃ que contiene 4% de carga	0,055 % de H	-	idéntico al ejemplo 14	70 %
16	KCl	-	-	-	100 %
17	KCl	0,11 % de D	-	Pulverización sobre el abono de una solución acuosa al 40% de materia activa	60 %
18	KCl	0,11 % de K	-	Pulverización sobre el abono de una solución acuosa al 55% de materia activa	20 %





Del exámen de dicha tabla resulta claramente que los productos preparados según la invención tienen propiedades antiapelmazantes notorias y permiten luchar eficazmente contra el apelmazado de las sales y abonos, siendo estas propiedades antiapelmazantes notablemente superiores que las de las aminas grasas que, por su parte, tienen propiedades antiapelmazantes superiores a las de los alcoilarilsulfonatos alcalinos, lo que subraya el carácter inesperado de los resultados obtenidos con los productos preparados según la presente invención.

10. Como resultado de lo anterior y sea el que fuere el modo de realización adoptado, se dispone así de productos antiapelmazantes cuyas características y ventajas resultan suficientemente de lo que precede para que sea inútil insistir al respecto y que presentan, con relación con los que ya existen, numerosas ventajas entre las cuales se puede citar la de disminuir los polvos indeseables que eran inevitables anteriormente. - - - - -

20. Como es evidente y como ya resulta por lo demás de lo que precede, la invención no se limita en forma alguna a aquéllos de sus modos de aplicación y de realización que se han previsto más especialmente; abarca, por el contrario, todas sus variantes. - - - - -

N O T A

25. Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -



REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento para la preparación de productos antiapelmazantes, para sales, abonos simples y abonos complejos, caracterizado porque comprende la provisión, como sustancia activa, de una cantidad eficaz de por lo menos un alcoilarsulfonato de alcalinotérreo elegido del grupo constituido por los alcoilnaftalensulfonatos y los alcoilbencensulfonatos de alcalinotérreos que tienen de 7 a 30 átomos de carbono. - - - - -

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la provisión, como sustancia activa, de una cantidad eficaz de por lo menos un alcoilnaftalensulfonato de alcalinotérreo que tiene de 7 a 30 átomos de carbono. - - - - -

15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la provisión, como sustancia activa, de una cantidad eficaz de por lo menos un alcoilbencensulfonato de calcio que tiene de 10 a 26 átomos de carbono.-

20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la provisión, como sustancia activa, de una cantidad eficaz de por lo menos un alcoilbencensulfonato de calcio que tiene de 15 a 26 átomos de carbono.-

25. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los alcoilarsulfonatos empleados se eligen del grupo que comprende las sales alcalinotérreas de los áci

ME



5. dos toluensulfónico, xilensulfónico, metilnaftalensulfónico, dimetilnaftalensulfónico, dietilnaftalensulfónico, metilbutilnaftalensulfónico, metilisobutilnaftalensulfónico, tetrabutilnaftalensulfónico, tetraisobutilnaftalensulfónico, triamilnaftalensulfónico, tetraamilnaftalensulfónico, pentabutilnaftalensulfónico, pentaisobutilnaftalensulfónico y dinonilnaftalensulfónico. - - - - -

10. 6.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque comprende la provisión, como substancia activa, de una cantidad eficaz de propil- ó isopropilnaftalensulfonato de calcio. - - - - -

15. 7.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque comprende la provisión, como substancia activa, de una cantidad eficaz de butil- ó de isobutilnaftalensulfonato de calcio. - - - - -

20. 8.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque comprende la provisión, como substancia activa, de una cantidad eficaz de dipropil- ó de diisopropilnaftalensulfonato de calcio. - - - - -

20. 9.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque comprende la provisión, como substancia activa, de una cantidad eficaz de dibutil- ó de diisobutilnaftalensulfonato de calcio. - - - - -

25. 10.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque comprende la provisión, como substancia

ME

22 ENE 1974

activa, de una cantidad eficaz de tetrabutyl ó de tetraisobu
tilnaftalensulfonato de calcio. - - - - -

5. 11.- Procedimiento según la reivindicación 2, ca-
racterizado porque comprende la provisión, como substancia
activa, de una cantidad eficaz de pentabutyl o de pentaisobu
tilnaftalensulfonato de calcio. - - - - -

10. 12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a
11, caracterizado porque comprende la provisión, en combina-
ción, de por lo menos uno de dichos alcoilarilsulfonatos y
otro antiapelmazante. - - - - -

13.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PRODUC-
TOS ANTIAPELMAZANTES". - - - - -

15. Todo ello conforme se describe y reivindica en la
presente memoria que consta de diecinueve hojas foliadas y
mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 22 ENE. 1974

P.A. M. CURELL SUÑOL

Abelcurell

MGE

mam.