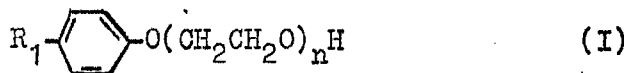




1 cha sustancia viscosa y un efecto de control de la fluidez
de dicha sustancia viscosa, añadiendo a continuación a la
mezcla resultante, (C) una disolución acuosa de un compues-
to inorgánico u orgánico que es adhesivo a la sustancia (A),
5 conteniendo dicha disolución agua en cantidad suficiente
para suministrar por lo menos un mol de agua de cristali-
zación o agua saturada de adsorción a la sustancia (A),
amasado de la mezcla y granulación de la mezcla amasada.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 La presente invención se refiere a un procedimiento
para la obtención de partículas no pegajosas que tienen u-
na concentración elevada de una sustancia altamente visco-
sa. Mas particularmente, la invención se refiere a un pro-
cedimiento para la obtención, mediante granulación, de par-
tículas no pegajosas que contienen una concentración eleva-
15 da de una sustancia viscosa elegida del grupo que consta
de alcoholes superiores que tienen 8 a 18 átomos de carbo-
no y que son blandos o fundidos o líquidos a una temperatu-
ra inferior a 40°C y de agentes tensoactivos no iónicos
20 que tienen las fórmulas siguientes (I) y (II):



y



25 en la que R_1 es alquilo que tiene 4 a 18 átomos de carbono,
 R_2 es alquilo o alquenilo que tiene 8 a 22 átomos de carbo-
no, y n y m son un número desde 1 a 50

DESCRIPCION DE LA TECNICA PRECEDENTE

30 Como medios para la granulación de las sustancias
viscosas citadas anteriormente, se conoce un método que con-



1 siste en añadir a la sustancia viscosa un polvo fino de una
sustancia inorgánica tal como hidróxido de aluminio, talco
o similares. Sin embargo, en partículas obtenidas por este
5 método conocido, es difícil evitar la unión y pegado de
las partículas durante el almacenaje y la concentración de
la sustancia viscosa ha de ser reducida al 20 % en peso co-
mo máximo, normalmente 10 % o menor. Por supuesto, si se
sacrifica la propiedad de solubilidad o dispersabilidad
en agua deseada, es posible aumentar la concentración de
10 la sustancia viscosa a un nivel próximo al 40 % en peso.
Sin embargo, en este caso no se pueden obtener partículas
que tengan una utilidad práctica.

15 Por ejemplo, La Publicación de Patente Japonesa Nº
25630/65 describe un método en el que se forma sobre la sus-
tancia viscosa una película de resina sintética insoluble
en agua. Sin embargo, de acuerdo con este método, puesto que
se intenta la consecución de mejoras de la resistencia a la
humedad y resistencia al agua, aun si se evita el pegado,
20 las partículas resultantes no se pueden aplicar para uti-
lizar en sistemas acuosos.

25 Además, la Publicación de Patente Japonesa Nº 25317/
64 describe un procedimiento para evitar el pegado tratando
las superficies de las partículas con un polvo fino no pe-
gajoso. De acuerdo con este procedimiento, el polvo fino
no pegajoso se debe emplear en gran cantidad si se trata
una sustancia viscosa tal como las mencionadas anterior-
mente.

RESUMEN DE LA INVENCION

30 Hemos descubierto un procedimiento para la obtención
de un producto granulado que esta libre de la tendencia a



1 pegarse y que contiene por lo menos el 20 % en peso de una
sustancia viscosa tal como las mencionadas anteriormente,
sin sacrificio de la solubilidad o dispersabilidad en agua
del mismo.

5 Mas especialmente, de acuerdo con la presente inven-
ción, se proporciona un procedimiento para la obtención de
gránulos que contienen una concentración elevada de una sus-
tancia viscosa, gránulos que son de fluidez libre y no ten-
dentes a pegarse o aglomerarse en condiciones de almacena-
10 miento normales a temperaturas ambientes y en condiciones
de humedad ambiente. De acuerdo con la invención, se incor-
pora por lo menos una sustancia viscosa elegida del grupo
que consta de alcoholes superiores que tienen de 8 a 18 áto-
mos de carbono y que son blandos o fundidos o líquidos a
15 una temperatura inferior a 40°C y tensoactivos no iónicos
que tienen las fórmulas anteriores (I) y (II), (A) aproxima-
damente 40 a aproximadamente 300 % en peso, referido al
peso de dicha sustancia viscosa, de un compuesto orgánico
o inorgánico capaz de captar rápidamente agua de cristaliza-
20 ción para formar partículas porosas o de adsorber agua fí-
sicamente para formar partículas porosas superficialmente,
y (B) aproximadamente 30 a aproximadamente 100 % en peso,
referido al peso de dicha sustancia viscosa, de una sustan-
cia inorgánica que tiene una elevada afinidad por dicha sus-
25 tancia viscosa y un efecto de control de la fluidez de di-
cha sustancia viscosa, añadiendo a continuación a la mez-
cla resultante, (C) una disolución acuosa de un compuesto
inorgánico u orgánico que se adhiere a la sustancia (A),
conteniendo dicha disolución agua en cantidad suficiente
30 para suministrar por lo menos un mol de agua de cristaliza-



1 ción o agua saturada de adsorción a la sustancia (A), amasado de la mezcla para hacerla homogénea y posterior granulado de la mezcla amasada.

5 Como alcohol adecuado para esta invención, se prefiere un alcohol que tenga la fórmula ROH en la que R es un radical de hidrocarburo saturado acíclico o no saturado etilénico que tenga de 8 a 18 átomos de carbono.

10 Como se aprecia de la descripción precedente, las principales sustancias que se añaden a la sustancia viscosa, de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, son las siguientes tres sustancias:

15 (A) Una sustancia orgánica o inorgánica capaz de captar rápidamente agua de cristalización para formar partículas porosas de sales hidratadas o de adsorber físicamente agua para formar partículas aparentemente porosas, sustancia (A) que comprende, por ejemplo, compuestos inorgánicos tales como sulfato sódico anhidro, tripolifosfato sódico anhidro, talco, bentonita y sulfato cálcico anhidro, y compuestos orgánicos de pulpa celulósica insoluble en agua y
20 pulpa celulósica soluble en agua tales como hidroxietil celulosa y carboximetilcelulosa.

25 (B) Polvo fino de un compuesto inorgánico que tiene una gran afinidad con la sustancia viscosa, una elevada propiedad absorbente a la sustancia viscosa y un efecto de control de la fluidez de la sustancia viscosa, que comprende, por ejemplo, ácido silícico anhidro, silicato de aluminio, silicato magnésico, silicato cálcico, zeolitas e hidróxido de aluminio.

30 (C) Una disolución acuosa de un compuesto orgánico o inorgánico capaz de actuar como un adherente a la sustancia



1 (A) a la vez que suministra agua de cristalización o agua
adsorbida físicamente a la sustancia (A), que comprende
por ejemplo, disoluciones acuosas de silicato sódico, síli-
ce coloidal, aluminio coloidal, alcohol polivinílico, car-
5 boximetilcelulosa sódica y polietilenglicol (que tiene un
peso molecular de por lo menos 3.000).

La cantidad de sustancia (A) utilizada es aproximada-
mente 40 a aproximadamente 300 % en peso, referido al peso
de sustancia viscosa.

10 La cantidad de sustancia (B) utilizada es aproximada-
mente 30 a aproximadamente 100 % en peso, referido al peso
de sustancia viscosa.

La cantidad de sustancia (C) utilizada es tal que el
15 agua de cristalización se suministra a la sustancia (A) en
cantidad necesaria para formar desde un monohidrato hasta
la máxima extensión de hidratación de la sustancia (A), o
la sustancia (A) contiene una cantidad de saturación máxi-
ma de agua adsorbida físicamente. La cantidad de sustancia
(C) que se añade se prefiere que oscile desde 0,1 a 0,5 %
20 en peso en forma de su disolución acuosa que tiene una con-
centración de 1 a 50 % en peso.

Con el fin de que la sustancia (A) capte agua de cris-
talización con facilidad y forme partículas entrelazadas
mas porosas, se prefiere que el tamaño de la partícula de
25 la sustancia (A) sea mas pequeña que de 60 mallas.

Con el fin de controlar suficientemente la fluidez
de la sustancia viscosa, se prefiere que el area superfi-
cial de la sustancia (B) sea grande, esto es, el tamaño de
partícula de la sustancia (B) debe ser menor que de 30 mi-
30 cras.



1 De acuerdo con el procedimiento de la presente inven-
ción, la sustancia (B) se añade a la sustancia viscosa pa-
ra controlar la fluidez de la sustancia viscosa, y poste-
riormente, se añade la sustancia (A) a la mezcla y el con-
5 junto se mezcla y amasa adecuadamente para obtener una mez-
cla homogénea. A continuación, se añade la sustancia (C)
en una cantidad total calculada de modo que la sustancia
(A) pase a contener agua en cantidad necesaria para trans-
formar (A) en partículas porosas. La sustancia (C) se mez-
10 cla gradualmente en el conjunto durante un periodo de 30
a 40 minutos mientras se enfría la mezcla con agua o aire,
con lo cual el agua en la sustancia (C) es captada por la
sustancia (A) como agua de cristalización, o agua adsorbida
físicamente, y se forman partículas porosas y simultanea-
15 mente, la sustancia viscosa que tiene una fluidez reducida
se introduce en los huecos de las partículas porosas de (A)
así formadas.

Las partículas porosas así obtenidas se granulan en
partículas mayores mediante un extrusor o un granulador
20 rotativo. De este modo, la sustancia viscosa puede estar
contenida en el producto granulado en una cantidad del 20
al 50 % en peso, y se puede obtener un producto granulado
sin tendencia a pegarse y que tiene una buena dispersabili-
dad en agua.

25 Cuando la velocidad de formación de partículas entre-
lazadas de (A) por inclusión de agua de cristalización es
demasiado alta, tiene lugar una fuerte liberación de calor
y se forma fácilmente grandes aglomerados. Además, se hace
difícil incluir la sustancia viscosa en las partículas po-
30 rosas. Consiguientemente, la reacción del agua con (A) se



1 debe hacer progresar gradualmente controlando adecuadamente la velocidad de adición de la disolución acuosa de sustancia (C) de modo que no tenga lugar pegado o aglomeración de (A).

5 La presente invención se describirá ahora a continuación con mas detalle mediante los Ejemplos Ilustrativos siguientes

Ejemplo 1

10	Eter polioxiálquilen (17) alquílico (C ₁₈)	13,5 Kg
	Tripolifosfato sódico anhidro	22,0 Kg
	Acido silícico anhidro	5,0 Kg
	Disolución acuosa de silicato sódico (contenido en sólido = 40 % en peso)	3,0 Kg

15 El éter polioxiétilen (17) alquílico (C₁₈) como sustancia viscosa se mezcla suficientemente con tripolifosfato sódico anhidro y ácido silícico anhidro en un mezclador, y a continuación, se añade a la mezcla una disolución acuosa de tierra de infusorios N° 3.

20 El agua en la disolución acuosa de la tierra de infusorios N° 3 se incluye en el tripolifosfato sódico anhidro como agua de cristalización y se genera calor gradualmente. La mezcla completa se plastifica gradualmente y se inicia la granulación parcial. La mezcla se granula mediante un granulador de extrusión para obtener un producto granulado que tiene un tamaño de 12 a 48 mallas.

25 Ejemplo 2

30	Eter polioxiétilen (9) s-alquílico (C ₁₄)	17,4 Kg
	Tripolifosfato sódico anhidro	11,0 Kg
	Silicato cálcico	8,7 Kg
	Disolución acuosa de alcohol polivinílico al 5 %	2,0 Kg



1 El éter polioxietilen (9) s-alquílico (C₁₄) se mez-
cla suficientemente con silicato cálcico, y a esto se aña-
de tripolifosfato sódico anhidro. Se continua el mezclado
y se añade gradualmente la disolución acuosa de alcohol
5 polivinílico. El tripolifosfato sódico anhidro capta el
agua de la disolución acuosa como agua de cristalización
y se genera calor. De este modo se forman partículas poro-
sas entrelazadas, y se inicia la solidificación en las
partículas que contienen como inclusiones en las mismas el
10 éter polioxietilen (9) s-alquílico (C₁₄) como sustancia vis-
cosa. A continuación se rompen las partículas y se granu-
lan a un tamaño de 12 a 48 mallas.

Ejemplo 3

15	Alcohol oleílico (sustancia viscosa)	12,0 Kg
	Sulfato sódico anhidro	8,2 Kg
	Celulosa cristalina	2,0 Kg
	Silicato de aluminio	4,8 Kg
	Disolución acuosa al 10 % de polietilen glicol (peso molecular = 6.000)	3,0 Kg

20 La celulosa cristalina y el silicato de aluminio se
mezclan en alcohol oleílico y se añade sulfato sódico anhi-
dro y la mezcla se agita suficientemente. Cuando la diso-
lución acuosa de polietilenglicol se añade a la mezcla, el
sulfato sódico anhidro capta el agua de la disolución acuo-
25 sa como agua de cristalización para formar partículas entre-
lazadas. Las partículas se granulan a un tamaño de 12 a
48 mallas mediante un granulador rotativo.

Ejemplo 4

30	Alcohol laurílico (sustancia viscosa)	20,0 Kg
	Polvo fino de pulpa celulósica soluble	14,0 Kg



1	Silicato magnésico	6,0 Kg
	Disolución acuosa de sílice coloidal al 20 %	3,0 Kg

5 Todos los componentes se mezclan simultáneamente y una vez completado el mezclado, la mezcla se transforma en gránulos que tienen un tamaño de 12 a 48 mallas.

Ejemplo comparativo 1

	Alcohol oleílico (sustancia viscosa)	10 Kg
	Acido silícico anhidro	20 Kg
10	Disolución acuosa de alcohol polivinílico al 10 %	0,6 Kg

Una mezcla que tiene la composición anterior se mezcla por agitación y se transforma en gránulos que tienen un tamaño de 12 a 48 mallas. El producto granulado se seca a 60°C durante 1 hora.

15 Ejemplo comparativo 2

	Eter polioxietilen (17) alquílico (C ₁₈)	10 Kg
	Silicato de aluminio	20 Kg
	Disolución acuosa de silicato sódico (contenido en sólidos = 40 %)	1 Kg

20 Una mezcla que tiene la composición anterior se mezcla por agitación y se granula en un tamaño de 12 a 48 mallas. El producto granulado se seca a 60°C durante 1 hora.

Ejemplo comparativo 3

	Eter polioxietilen (9) s-alquílico (C ₁₄)	10 Kg
25	Hidróxido de aluminio	20 Kg
	Polietilenglicol (peso molecular=6000)	3 Kg

Una mezcla que tiene la composición anterior se mezcla por agitación y se granula en un tamaño de 12 a 48 mallas.

30 Los productos granulados obtenidos en los Ejemplos



1 1 a 4 y en los Ejemplos Comparativos 1 a 3 se sometieron a varios ensayos. Se obtuvieron los resultados que se muestran a continuación

Tabla 1

5	Faci- lidad de <u>granu- lación</u>	Necesidad de etapa de secado especial para obte- ner grá- nulos	Propiedad de pegarse durante el <u>almacenaje</u> [⌘]	escurrido en el ai- re a 50°C <u>⌘⌘</u>	Tiem- po de diso- lución (min) <u>⌘⌘⌘</u>	
	Ejemplo 1	fácil	innecesaria	no observada	no observado	4
10	Ejemplo 2	fácil	innecesaria	no observada	no observado	3
	Ejemplo 3	fácil	innecesaria	no observada	no observado	3
	Ejemplo 4	fácil	innecesaria	no observada	no observado	2
	Ejemplo compara- tivo 1	fácil	necesaria	observada	observado	13
15	Ejemplo compara- tivo 2	fácil	necesaria	observada	observado	10
	Ejemplo compara- tivo 3	fácil	innecesaria	observada	observado	11

Notas:

20 ⌘: La formación de pegado se observa después que el producto granulado ha sido almacenado durante 10 días en un estado en el que 10 sacos se amontonaron uno sobre otro, conteniendo cada saco 25 Kg de producto granulado.

25 ⌘⌘: 30 g de producto granulado se colocan en una caja petri que tiene una profundidad de 30 mm y un diámetro de 60 mm, y la caja petri se deja en reposo en una cámara con aire acondicionado mantenida a una temperatura de 50°C y con una humedad relativa de 65 % y se examinó visualmente el escurrido de las sustancias viscosas sobre las superficies de las partículas.
30

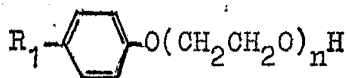


1 ~~SECC:~~ 30 l de agua mantenida a 25°C se pasan a una máquina
de lavar disponible en el mercado, y se colocan en el
agua 40 g de producto granulado y se mide el tiempo
(en minutos) requerido para la disolución completa.

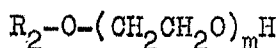
5 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

10 1. Un procedimiento para la obtención de gránulos
que fluyen libremente que contienen una concentración ele-
vada de sustancia viscosa que comprende las etapas de
mezclado en una sustancia viscosa elegida del grupo
que consta de alcoholes que tienen de 8 a 18 átomos de car-
bono y que son blandos, fundidos o líquidos a una temperatu-
ra inferior a 40°C, y tensoactivos no iónicos que tienen
15 las fórmulas



y



20 en la que R₁ es alquilo que tiene 4 a 18 átomos de carbono,
R₂ es alquilo o alquenilo que tiene 8 a 22 átomos de car-
bono, y n y m son un número desde 1 a 50, y mezclas de és-
tos,

25 desde aproximadamente 40 a aproximadamente 300 % en peso,
referido al peso de dicha sustancia viscosa, de partículas
sólidas de una sustancia orgánica o inorgánica (A), o mez-
clas de éstas, capaces de ser transformadas en partículas
porosas por absorción de agua como agua de cristalización
o por absorción de agua físicamente, y

desde aproximadamente 30 a aproximadamente 100 % en peso



1 referido al peso de dicha sustancia viscosa, de una sustan-
cia inorgánica (B) que tiene una gran afinidad por dicha
sustancia viscosa y es capaz de controlar la fluidez de
dicha sustancia viscosa,

5 para obtener una primera mezcla homogénea que consta
esencialmente de dicha sustancia viscosa, la sustancia (A)
y la sustancia (B),

10 posterior adición a y mezclado en dicha primera mez-
cla, de una disolución acuosa de una sustancia inorgánica
u orgánica (C) que tiene adherencia a dicha mezcla, con-
teniendo dicha disolución acuosa agua suficiente para su-
ministrar a la sustancia (A) por lo menos 1 mol de agua de
15 cristalización o suficiente agua de absorción para saturar
completamente la sustancia (A) con lo cual se transforma
la sustancia (A) en partículas porosas, siendo añadida
la sustancia (C) a y mezclada en la primera mezcla a una
velocidad controlada efectiva para formar gradualmente par-
tículas porosas de sustancia (A) sin formar aglomerados de
la misma con lo cual obtener una segunda mezcla homogénea
20 de dicha sustancia viscosa, la sustancia (A), la sustancia
(B) y la sustancia (C),

posterior granulación de la segunda mezcla y obten-
ción de gránulos de la misma.

25 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, en el que la sustancia (A) se elige del grupo que consta
de sulfato sódico anhidro, tripolifosfato sódico anhidro,
talco, bentonita, sulfato cálcico anhidro, celulosa cris-
talina, pulpa celulósica soluble en agua, carboximetil celu-
losa y mezclas de los mismos, dicha sustancia (B) se elige
del grupo que consta de ácido silícico anhidro, silicato

29



1 de aluminio, silicato magnésico, silicato cálcico, zeolitas, hidróxido de aluminio y mezclas de los mismos, y la
sustancia (C) se elige del grupo que consta de tierras de
infusorios, silicato sódico, sílice coloidal, aluminio co-
5 loidal, alcohol polivinílico, carboximetil celulosa sódica,
polietilen glicol que tiene un peso molecular de por lo me-
nos 3.000 y mezclas de los mismos.

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1 en el que la sustancia (A) tiene un tamaño de partículas
10 menor que de 60 mallas y en el que la sustancia (B) tiene
un tamaño de partículas menor que de 30 micras.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1 en el que dichos alcoholes tienen la fórmula ROH en la
que R es un radical de hidrocarburo saturado acíclico o no
15 saturado etilénico que tiene de 8 a 18 átomos de carbono.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1 en el que la sustancia (A) es soluble en agua.

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN
20 PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE GRANULOS QUE FLUYEN LI-
BREMENTE.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente memoria descriptiva que consta de quince páginas meca-
nografiadas.

25

Madrid, 29 April 1.976
BERNARDO UNGRIA
p.p.

30