

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES	11	NUMERO	A1
	31	480550	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		14 de mayo de 1979	

PATENTE DE INVENCION

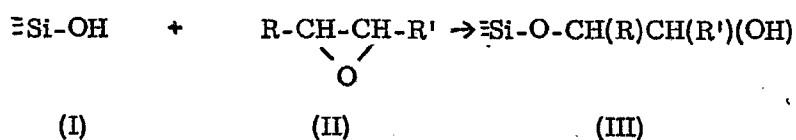
60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO 1833/22; CO 7F 7/02	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMPUESTOS ORGANO-MINERALES DERIVADOS DEL MINERAL SEPIOLITA"		
71 SOLICITANTE (ES)		
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
SERRANO, 117 MADRID-6		
72 INVENTOR (ES)		
B. CASAL PIGA, E. RUIZ HITZKY y J. M. SERRATOSA MARQUEZ		
73 TITULAR (ES)		
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS		
74 REPRESENTANTE		
JAVIER TRUEBA GUTIERREZ		

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento de obtención de materiales de composición organo-mineral, es decir, materiales que constan de una parte orgánica ligada mediante enlaces químicos a la superficie de un mineral. De forma más precisa, ésta invención se refiere a la fijación sobre la superficie de la sepiolita de sustancias orgánicas que poseen grupos epóxido.

Se han descrito con anterioridad procedimientos de obtención de éstos materiales de composición organo-mineral, que generalmente están basados en la reacción de minerales con sustancias organo-metálicas, tales como los organo-silanos. El procedimiento que aquí se describe, está fundamentado en la interacción de epóxidos de diversa naturaleza con grupos silanoles ($\equiv \text{Si-OH}$) de la superficie mineral. La acidez superficial, exaltada por la eliminación de moléculas de agua, es suficiente para abrir funciones epóxido con la subsiguiente fijación de especies orgánicas a través de enlaces químicos Si-O-C, a la superficie del silicato.

El proceso sigue una reacción del tipo:



donde la fórmula (I) representa grupos silanoles, que como es sabido, recubren la superficie de la sepiolita. La fórmula (II), representa epóxidos con diversos sustituyentes, especialmente aquellos en que $\text{R}'=\text{H}$; de forma más concreta, R representa radicales de hidrocarburos saturados, aromáticos o insaturados, o grupos de otra funcionalidad, como por ejemplo, aquellos en que $\text{R}=-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2$, y $\text{R}=-\text{CH}_2-\text{O}=\text{CO}=\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$.

Los compuestos resultantes (III), representan los compuestos organo-minerales obtenidos, y, de acuerdo con la naturaleza de los epóxidos utilizados, R y R' pueden definir una naturaleza química diferente de la superficie del derivado del silicato. De ésta forma, los compuestos que

resultan inciden en diversos campos de aplicación: como materiales reforzantes o cargas diluyentes de cauchos y plásticos, como soportes en las distintas técnicas cromatográficas, como catalizadores o soportes de catalizadores, como adsorbentes selectivos de sustancias orgánicas, etc.

5 Especialmente, los compuestos organo-minerales, que posean grupos insaturados, pueden ser de interés tecnológico en la incorporación en matrices macromoleculares que posean dobles o triples enlaces residuales en vista de una posible homo y/o copolimerización, entre compuestos organo-minerales y polímeros orgánicos.

10 Descripción del procedimiento:

El procedimiento de síntesis de compuestos organo-minerales a partir de epóxidos y sepiolita, objeto de ésta invención, consiste esencialmente en un tratamiento del mineral secado previamente (100-200°C, hasta peso constante) con una disolución del epóxido en un medio orgánico inerte. El tratamiento se efectúa a la temperatura de ebullición del disolvente empleado, y una enérgica agitación continua asegura la perfecta dispersión de las partículas del sólido en el medio de la reacción. El aparato de síntesis consiste, esencialmente, en un reactor provisto de un tubo vertical refrigerante adaptado a un sistema de separación aceotrópica del tipo Dean-Stark. Con el fin de evitar la entrada de agua en el medio reaccional, es conveniente instalar un tubo de cloruro de calcio al extremo del refrigerante, conteniendo una sustancia desecante. Asimismo, es conveniente mantener el sistema bajo atmósfera de nitrógeno, haciendo pasar un flujo continuo de éste gas durante el transcurso de la experiencia. El proceso de síntesis se desarrolla controlando el tiempo, siendo una hora de duración suficiente para alcanzar el equilibrio, es decir llegar a una misma composición, dada una cantidad fija de mineral y reactivo.

25 Ejemplo 1:

30 En un matraz de tres bocas, de 1000 centímetros cúbicos, provisto de agitador mecánico, un refrigerante de reflujo con separador aceotrópico, y un embudo de bromo, conteniendo un volumen de 800 centímetros cúbicos de tetracloruro de carbono, se añaden 20.0 gramos de sepiolita previamente secada en estufa a 110 °C, hasta peso constante (1 hora aproxi-

madamente). Seguidamente se añaden 60.0 ml. de éter alilglicídico, y la mezcla de reacción se mantiene a reflujo, durante una hora. Transcurrido éste tiempo, se recupera el sólido resultante, mediante filtrado o por centrifugación, lavándolo a continuación con aproximadamente 500 ml. de alcohol etílico; el producto fué secado a temperatura ambiente hasta la total eliminación de disolventes orgánicos.

Su análisis químico arroja el siguiente resultado:

Carbono= 8.53 %

Hidrógeno= 2.31 %

10 Su espectro infrarrojo muestra bandas a: 3680, 3550, 3080, 3020, 2970, 2920, 1720, 1620, 1450, 1420, 1390, 1360, 1250, 1190, 930-1100, 880, 790, 690 y 650 cm^{-1} .

Su superficie específica determinada por adsorción de nitrógeno (método B. E. T.) es 102 m^2/g .

15 Ejemplo 2:

Consiste en un procedimiento similar al del ejemplo 1, excepto que como disolvente se utilizó benceno. El producto organo-mineral resultante, contiene:

Carbono= 9.05 %

20 Hidrógeno= 2.11 %

Su espectro infrarrojo, es practicamente idéntico al del producto obtenido en el ejemplo 1.

Ejemplo 3:

25 Consiste en un procedimiento similar al del ejemplo 2 si bien la cantidad de epóxido añadido fué: 3,33 ml.

Análisis Químico:

Carbono= 5.98 %

Hidrógeno= 1.71 %

30 Espectro infrarrojo: es similar al del ejemplo 1, apareciendo además la banda a 3720 cm^{-1} .

Ejemplo 4:

Consiste en un procedimiento similar al del ejemplo 3, excepto que

el reactivo utilizado fué: epoxiestireno, en cantidad de 24.15 ml.

Análisis químico:

Carbono= 8,44 %

Hidrógeno= 1,57 %

5 Su espectro infrarrojo muestra bandas a: 3720, 3680, 3095, 3090, 3040, 2970, 2905, 1800, 1705, 1620, 1495, 1450, 1420, 1350, 1320, 1290, 1190, 900-1100 cm^{-1} .

Ejemplo 5:

10 Consiste en un procedimiento similar al del ejemplo 4, excepto que el reactivo utilizado fué: 3-vinil-7 oxabicyclo (4, 1, 0) heptano, en cantidad de 2,0 ml.

Análisis químico:

Carbono= 2.18 %

Hidrógeno= 2.11 %

15 Ejemplo 6:

Consiste en un procedimiento similar al del ejemplo 5, utilizando como reactivo 2, 3-epoxipropilmetacrilato, añadiendo una cantidad de -- 1,33 ml. de éste reactivo.

Análisis químico:

20 Carbono: 3,91 %

Hidrógeno= 1,77 %.

REIVINDICACIONES

25 Se reivindica como de nueva y propia invención la propiedad y explotación exclusiva de:

1) "NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COMPUESTOS ORGANO-MINERALES DERIVADOS DEL MINERAL SEPIOLITA", caracterizado porque se trata la sepiolita, previamente secada hasta peso constante (100-200 $^{\circ}\text{C}$), con una disolución de un epóxido a la temperatura de 30 ebullición del disolvente, durante un período de 1 hora como máximo y manteniendo la mezcla bajo agitación constante.

2) Un nuevo procedimiento, según reivindicación 1, y caracterizado porque se mantiene la mezcla bajo atmósfera de nitrógeno.

3) Un nuevo procedimiento, según reivindicación 1, y caracterizado porque el epóxido empleado es éter alilglicídico.

5

4) Un nuevo procedimiento, según reivindicación 1, y caracterizado porque el epóxido empleado es epoxiestireno.

5) Un nuevo procedimiento, según reivindicación 1, y caracterizado porque el epóxido empleado es 3-vinil-7-oxabicyclo (4, 1, 0) heptano.

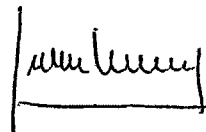
10

6) Un nuevo procedimiento, según reivindicación 1, y caracterizado porque el epóxido empleado es 2, 3-epoxipropilametilacrilato.

7) Un nuevo procedimiento, según reivindicación 1, y caracterizado porque el disolvente empleado es tetracloruro de carbono o benceno.

15

8) "NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCIÓN DE COMPUESTOS ORGANO-MINERALES DERIVADOS DEL MINERAL SEPIOLITA", tal y como se describe en el cuerpo de esta memoria y reivindicaciones que consta de cinco páginas escritas por una sola cara.



Madrid, 14 de Mayo de 1. 979