

P.- 5.108.

174968

Nº. 41.967-Case 10.978/79.-

14 SEP. 1946



14
MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

1
e nombre de AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30 Rockefeller Plaza, Nueva York, N. Y. ESTADOS UNIDOS DE AMERICA, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PRODUCIR UN MATERIAL RESINOSO".-

=====

Este invento se refiere a la producción de materiales resinosos y a su utilización para separar aniones de agentes fluidos.

Según el invento se ofrece un método para producir



174968

un material resinoso que comprende mezclar una combinación
alfa-cloro-beta, gamma, epoxi y una o más poliaminas de al-
kileno en la proporción de por lo menos 2 moles de dicha com-
binación epoxi por mol de poliamina. Si se quiere, se puede
5 dejar gelizar el producto resultante y curarse luego el gel por
calentamiento. Luego el gel puede granularse para el uso en
la purificación de agentes fluidos.

Para que el invento se comprenda plenamente, se des-
cribiremos ahora la producción de los materiales resinosos con
10 referencias a los siguientes ejemplos en los cuales las pro-
porciones son en partes de peso.

Ejemplo I

2.776 partes de epi-clorohidrina (30 moles).
1.890 partes de pentamina de tetraetileno (10 moles).
15 5.500 partes de agua.
200 partes de hidróxido sódico (5 moles).

Se pone la pentamina de tetraetileno en un recipien-
te de reacción adecuado, provisto de agitador y de medios pa-
ra enfriar el recipiente. Se añaden a la pentamina de tetrae-
tileno 4.500 partes de agua y la solución resultante se enfría
20 a unos 3°C. La epiclорohidrina se añade lentamente en un pe-
riodo de 30 a 70 minutos o más mientras la mezcla de reacción
se agita sin cesar. Una vez que se ha añadido toda la epiclo-
rohidrina el jarabe resultante se mantiene a temperatura infe-
rior a unos 10°C durante hora y media o más. Luego se deja
25 calentar el jarabe hasta la temperatura ambiente aproximadamen-
te, en un periodo de 45 minutos o más, y se añade el hidróxi-
do sódico disuelto en 1.000 partes de agua. La solución resul-



174968

tante se calienta, por ejemplo, haciendo pasar vapor por una
5 camisa que rodea el recipiente de reacción durante 5 minutos,
haciendo así que el jarabe gelice. El gel se deshace en pe-
queños pedazos y se cura en bandejas colocadas en un horno a
temperatura de unos 95-105°C durante 17-18 horas. La resina
10 curada se tritura y tamiza y el material de 20-40 mallas se
coloca en un lecho adecuado por el cual se hace pasar agua
que contenga 0.004 de ácido sulfúrico y 0.002 N. de H Cl.
La resina separa el ácido del agua y su capacidad resulta ser
equivalente a 24-27 kilogramos (en adelante abreviado kgrs.)
15 de carbonato cálcico por pie cúbico de resina. La resina
tiene una densidad de unas 14 libras por pie cúbico.

Después de regeneración la resina agotada se usa
para quitar ácido de agua nuevamente y este ciclo puede repe-
15 tarse 100 o más veces sin pérdida de capacidad. No se obser-
va disminución de capacidad en repetidos ciclos cuando el áci-
do que contiene agua esté a temperatura de unos 70°C.

Ejemplo II.

- 2.313 partes de epíclorohidrina (25 moles).
- 20 1.890 partes de pentamina de tetraetileno (10 mo-
les).
- 4.300 partes de agua.

Estas sustancias se hacen reaccionar del mismo mo-
do general que se describe en el ejemplo I salvo que no se aña-
25 de hidróxido sódico. Se obtiene una resina de una capacidad
equivalente a unos 21.4 kgrs de carbonato cálcico por pie
cúbico de resina y tiene una densidad de unas 18.7 libras por



174968

pie cúbico.

Ejemplo III.

2.238 partes de epíclorohidrina (35 moles).

1.890 partes de pentamina de tetraetileno (10 moles).

6.000 partes de agua.

400 partes de hidróxido sódico (10 moles).

5 El hidróxido sódico se disuelve en 1.000 partes de agua y las sustancias se hacen reaccionar de la manera descrita en el ejemplo I para producir una resina con una capacidad equivalente a unas 16.7 kgrs. de carbonato cálcico por pie cúbico de resina, y tiene una densidad de unas 10.4 libras por pie cúbico.

Ejemplo IV.

3.700 partes de epíclorohidrina (40 moles).

15 1.890 partes de pentamina de tetraetileno (10 moles).

6.000 partes de agua.

600 partes de hidróxido sódico (15 moles).

20 El hidróxido sódico se disuelve en 1.500 partes de agua y la reacción se realiza como en el ejemplo I, salvo que la mezcla de reacción no se calienta después de añadir el hidróxido sódico. Se obtiene un producto de una capacidad equivalente a 15 krs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina, y el producto tiene una densidad de unas 10.4 libras por pie cúbico.

Ejemplo V.

4.163 partes de epíclorohidrina (45 moles).

1.890 partes de pentamina de tetraetileno (10 moles).



174968

6,500 partes de agua.

800 partes de hidróxido sódico (20 moles)

El hidróxido sódico se disuelve en el agua y las reacciones se realizan como se describe en el ejemplo I.

5 El producto tiene una capacidad equivalente a 19.2 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina, y tiene una densidad de 11.1 libras por pie cúbico.

Ejemplo VI.

2,776 partes de epiclorhidrina (30 moles).

10 1,890 " de pentamina de tetraetileno (10 moles).

4,520 partes de agua.

400 " de hidróxido sódico (10 moles).

15 El hidróxido sódico se disuelve en 870 partes de agua y las reacciones se realizan como se describe en el ejemplo I. El producto tiene una capacidad equivalente a unas 22.3 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y tiene una densidad de unas 10.5 libras por pie cúbico.

Ejemplo VII.

20 2,776 partes de epiclorhidrina (30 moles).

1,890 " de pentamina de tetraetileno (10 moles).

5,360 partes de agua.

800 partes de hidróxido sódico (20 moles).

25 El hidróxido sódico se disuelve en 21,710 partes de agua y la reacción se realiza como en el ejemplo I. Se obtiene un producto de una capacidad equivalente a 14 kgrs



174968

de carbonato cálcico por pié cúbico de resina, y con una densidad de 9.7 libras por pié cúbico.

Ejemplo VIII.

5 Se prepara una resina con arreglo al ejemplo 2 salvo que se cura en condiciones diferentes. En este ejemplo el
gel húmedo después de deshacerse, se coloca en una vasija provista de un condensador de reflujo y una camisa por la cual se hace circular aceite caliente. La resina se calienta en esta vasija a reflujo durante unas 17 1/2 horas a 95-105°C
10 y luego la resina se seca al aire. Si tritura, se sumerge en agua y se tamiza húmeda al tamaño de 20-40 mallas. Este producto tiene una capacidad equivalente a 15.3 kgrs. por pié cúbico de resina y una densidad de 12.1 libras por pié cúbico.

15

Ejemplo IX.

Se repite el ejemplo VIII, salvo que antes de calentarse se añade dos veces el peso del agua en comparación con el peso de la resina. La capacidad del producto obtenido en este ejemplo es equivalente a 10.3 kgrs de carbonato cálcico
20 por pié cúbico de resina y el producto tiene una densidad de 6.8 libras por pié cúbico.

Ejemplo X.

2.776 partes de epíclorohidrina (30 moles).
600 " de diamina de etileno (10 moles).
25 2.250 " de agua.
800 " de hidróxido sódico (20 moles).

El hidróxido sódico se disuelve en 1.000 partes de



174968

5 agua y estas sustancias se hacen reaccionar por el procedimiento del ejemplo I. El producto tiene una capacidad equivalente a 13.9 kgrs. de carbonato cálcico por pié cúbico de resina, y tiene una densidad de 11.9 libras por pié cúbico.

Ejemplo XI.

2.313 partes de epiclorohidrina (25 moles).
1.030 " de triamina de dietileno (10 moles).
3.750 " de agua.
10 300 " de hidróxido sódico (7.5 moles).

El hidróxido sódico se disuelve en 750 partes del agua y la reacción se realice como en el ejemplo I. El producto tiene una capacidad equivalente a 20.7 kgrs de carbonato por pié cúbico de resina, y una densidad de 18.1 libras por pié cúbico de resina.

15 Ejemplo XII.

2.313 partes de epiclorohidrina (25 moles).
1.310 partes de di-(3-aminopropil)-amina (10 moles)
3.000 partes de agua.

20 Estas sustancias se hacen reaccionar como en el ejemplo I salvo que no se añade hidróxido sódico. La capacidad del producto es equivalente a 13.6 kgrs. de carbonato cálcico por pié cúbico de resina, y la densidad es de 21.9 libras por pié cúbico.

Ejemplo XIII.

25 2.313 partes de epiclorohidrina (25 moles).
1.181 partes de mezcla de poliamina de polietileno (10 moles).
4.250 partes de agua.

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



174968

300 partes de hidróxido sódico (7.5 moles).

La mezcla de poliaminas contiene como un 75% de triamina de dietileno, 15% de tetramina de trietileno y 10% de pentamina de tetraetileno. El hidróxido sódico se disuelve en unas 750 partes de agua y la reacción se realiza con arreglo al ejemplo I. Se obtiene una resina anion-activa con una capacidad equivalente a 18.3 kgr de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y el producto tiene una densidad de 14.3 libras por pie cúbico.

10

Ejemplo XIV.

2.776 partes de epiclorohidrina (30 moles).

1.181 partes de una mezcla de poliamina de polietileno (10 moles).

4.250 partes de agua.

15

240 partes de hidróxido sódico.

La mezcla de poliaminas de polietileno contiene como un 75% de triamina de dietileno, 15% de tetramina de trietileno y 10% de pentamina de tetraetileno. El hidróxido sódico se disuelve en unas 750 partes de agua y la reacción se realiza como se describe en el ejemplo I. La capacidad del producto final es equivalente a unos 20.3 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y la densidad es como de 16.4 libras por pie cúbico.

20

Ejemplo XV.

25

Un reactivo de poliamina de alto peso molecular puede prepararse de:

284 partes de pentamina de tetraetileno.

202 partes de dibromuro de trimetileno.



174968

1.100 partes de agua.

40 partes de hidróxido sódico.

La pentamina de tetrastileno se colocó en un recipiente de reacción adecuado provisto de medios de calentar el recipiente, tal como una camisa de vapor. El recipiente de reacción está también provisto de un agitador.

La pentamina de tetrastileno se calienta a unos 85°C, al paso que el dibromuro de trimetileno se añade lentamente manteniendo la temperatura a unos 85-90°C. Una vez que se ha añadido todo el dibromuro de trimetileno al jarabe viscoso resultante se calienta durante media hora o más. El jarabe se disuelve en 1.000 partes de agua, y luego se enfría a unos 5°C. El hidróxido sódico se disuelve en 100 partes del agua y se añade para formar la base libre de poliamina.

Técnicamente debería formarse una poliamina lineal con 15 átomos de nitrógeno por molécula, pero se cree que la composición es una mezcla que contiene algunas poliaminas que tienen menos de 15 átomos de nitrógeno así como algunas que contienen más de 15 átomos de nitrógeno por molécula.

La solución de poliamina preparada con arreglo a lo anterior se mantiene a unos 5° y se agita mientras se añaden lentamente 254 partes de epiclorohidrina. La mezcla de reacción resultante se mantiene a unos 5°C durante cosa de 1 hora, y luego la mezcla se calienta gradualmente mediante vapor hasta que geliza formando un producto firme anaranjado opaco. El gel resultante se deshace y cura, se tritura y se tamiza según el ejemplo I. El producto tiene una capacidad equivalente a 26.5 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y una densidad de unas 12.4 libras por pie



1946

174968

cúbico.

Ejemplo XVI.

Puede prepararse un reactivo de poliamina de alto peso molecular, a base de: 284 partes de pentamina de tetractileno.

151 partes de dibromuro de trimetileno.

1.100 partes de agua.

30 partes de hidróxido sódico.

Estas sustancias se hacen reaccionar de la manera descrita en el ejemplo 15 disolviéndose el hidróxido sódico en 100 partes de agua para preparar una solución de poliamina cuya poliamina debe contener teóricamente 10 átomos de nitrógeno por molécula.

La solución de poliamina preparada con arreglo a este ejemplo se condensa con 277 partes de epiclorhidrina con arreglo al ejemplo 1 para formar un material sólido activo con una capacidad equivalente a 23.1 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y que tiene una densidad de 11.8 libras por pie cúbico.

Ejemplo XVII.

Puede prepararse un reactivo de poliamina de alto peso molecular con:

284 partes de pentamina de tetractileno.

121 partes de dibromuro de trimetileno.

850 partes de agua.

24 partes de hidróxido sódico.

La solución de poliamina se prepara haciendo reaccionar estas sustancias en la forma descrita en el ejemplo 15.



174968

disolviendo el hidróxido sódico en 100 partes de agua y usándose las 750 partes de agua en lugar de las 1.000 usadas en el ejemplo I.

5 La solución de poliamina preparada con arreglo al procedimiento anterior se coloca en un recipiente de reacción adecuado y se le añade 291 partes de epiclorohidrina y la reacción y el tratamiento ulterior se ajustan al ejemplo I. Se obtiene una resina anión-activa con una capacidad equivalente a 23.8 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y una densidad de 18.4 libras por pie cúbico.

10 Ejemplo XVIII.

Puede prepararse un reactivo de poliamina de alto peso molecular de:

473 partes de pentamina de tetraetileno.

15 1.700 partes de agua.

200 partes de hidróxido sódico.

247 partes de bicloruro de etileno.

Una solución que contiene la pentamina de tetraetileno, 200 partes del agua y el hidróxido sódico se calienta en una vasija de reacción adecuada provista de un medio para calentar y enfriar y de un agitador. La solución se calienta a unos 85°C y luego el bicloruro de etileno se añade lentamente a tal proporción que la temperatura no suba de 95°C. Durante la adición del bicloruro de etileno tiene lugar una reacción exotérmica que continúa durante corto tiempo después de haberse añadido todo el bicloruro de etileno. Una vez que cesa la reacción exotérmica el jarabe resultante se calienta durante 1/2-1 hora aproximadamente para completar la reacción. Durante la reacción se separa una canti-



174968

dad considerable de cloruro sódico, el cual puede disolverse añadiendo 1.500 partes de agua.

La solución de poliamina, preparada según el procedimiento anterior se enfría a temperatura inferior a unos 5°C y se añaden lentamente con agitación 347 partes de epiclo-
5 rohidrina. Al cabo de unos tres cuartos de hora se deja subir gradualmente la temperatura de la mezcla de reacción, y luego el jarabe se calienta por medio de vapor que lo hace gelificar inmediatamente formando un material rígido transparente.
10 El gel resultante se deshace y se sigue tratando como en el ejemplo I para producir un material anión-activo de capacidad de 9.3 kgrs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y una densidad de unas 3.5 libras por pie cúbico.

Ejemplo XIX.

15 920 partes de epiclorhidrina (10 moles)
436 partes de diamina de etileno (68.8%) (5 moles).

1650 partes de agua.

206 partes de hidróxido sódico.

20 A una solución de la diamina de etileno en unas 1.250 partes de agua, se añade lentamente la epiclorhidrina mientras se mantiene la temperatura por debajo de 10°C. Se separa un aceite opaco y luego se forma un sólido cristalino. Al cabo de 1 1/2 horas aproximadamente, la mezcla de
25 reacción se calienta por medio de vapor en una camisa que rodea el recipiente de reacción. Sigue una reacción exotérmica y el sólido que estaba suspendido en líquido se disuelve para dar un jarabe amarillo débil que es aproximadamente



174968

neutro. El jarabe se enfría y se añade lentamente una solución que contenga el hidróxido sódico en 400 partes de agua. Al cabo de unos 30 minutos el jarabe se calienta por medio de vapor y se forma un gel en unos 20 minutos.

5 El gel blando, anaranjado gomoso resultante se cura según el procedimiento descrito en el ejemplo I. El producto tiene una capacidad equivalente a 18.5 krgs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina y una densidad de 14 libras por pie cúbico.

Ejemplo XX.

10

Se repite el ejemplo XIX salvo que la epíclorohidrina se añade a la solución de diamina de etileno a 65-70°C. No se aplica calor porque la reacción es exotérmica y la temperatura se regula por la proporción de adición de la epíclorohidrina a la solución de diamina de etileno. Una vez que la adición de epíclorohidrina a la diamina de etileno es completa, cesa la reacción exotérmica y la mezcla de reacción se calienta luego por medio de vapor para producir un jarabe diáfano que es neutro al cabo de unos 10 minutos. Después de añadir la solución de hidróxido sódico la mezcla de reacción se calienta de nuevo por medio de vapor para producir un gel diáfano anaranjado lustroso. Después de curar y granular este gel en la forma descrita en el ejemplo I se ve que tiene una capacidad equivalente a unos 22.2 krgs de carbonato cálcico por pie cúbico de resina, y una densidad de unos 17 libras por pie cúbico.

15

20

25

Otras poliaminas de polialkileno pueden sustituir a totalidad o en parte a las empleadas en los ejemplos anteriores. Además pueden emplearse mezclas de dos, tres, cua-



174968

tre, cinco, siete, u otro número cualquiera de poli-
aminas.

Ejemplos de poli-aminas adecuadas incluyen 1,3
diaminopropeno, 1,4-diamino-n-butano, 1,3-diamino-no-bute-
5 no, 1,5-diamino-n-pentano, 1,6-diamino-n-hexano, 1,10-dia-
mino-n-decano, 1,6-diamino-3-metil-n-hexano, éter 3,3'-dia-
mino-dipropílico y otras diaminas similares que contienen
hétéro-átomos en las cadenas que separan los grupos amí-
nicos, tetramina de trietileno, hexamina de pentaetileno y
10 todos los homólogos más altos de la misma que contengan gru-
pos $-CH_2CH_2NH-$ adicionales en la cadena entre los grupos amí-
nicos primarios etc. También pueden usarse mezclas comple-
jas de poli-aminas de polietileno de alto peso molecular obte-
nidas por adición de grandes números de moléculas de amonia-
co a dibromuro de etileno o bicloruro de etileno etc.

Es esencial que la relación molar de epiclorohi-
drina con la poli-amina sea por lo menos como de 2:1 cuando
las dos sustancias se ponen juntas para obtener resinas in-
solubles. No hay cantidad máxima de epiclorohidrina que pue-
20 de usarse, pero en general no debe rebasar de una proporción
molar de 5:1 o con poli-aminas que tengan más de cinco grupos
amínicos, la proporción no debe ser mayor de 1 mol de epiclo-
rohídrina por cada grupo amínico de la poli-amina. Aunque pue-
den usarse si se quiere proporciones de epiclorohidrina mayo-
25 res de las mencionadas, será en general indeseable, porque
esto reduciría ordinariamente la capacidad de las resinas
resultantes. Por otra parte, por razones económicas puede
ser ventajoso el uso de proporciones mayores de epiclorohi-

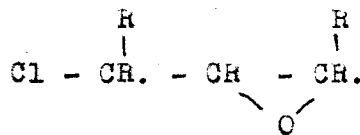


174968

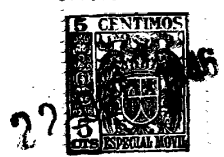
rina con las poliaminas.

Aunque la adición de un álcali fuerte tal como hidróxido sódico no es esencial, es a menudo deseable cuando la relación molar de epíclorohidrina con la poliamina es de 3:1 o mayor. Cuanto mayor sea la proporción de epíclorohidrina con la poliamina tanto más lenta será la reacción, y, por tanto para acelerarla sirve de auxilio el uso de algún álcali fuerte para reaccionar con el ácido clorhídrico que queda libre en la reacción. Por otra parte es indeseable el uso de álcali particularmente en grandes cantidades porque reduce la rigidez estructural o la resistencia al roce del producto. La relación molar de álcali con la epíclorohidrina es desahablemente de entre 1:10 y 1:1 aproximadamente. Puede usarse cualquier álcali que no se condense con la epíclorohidrina. Ejemplos de sustancias adecuadas son hidróxido sódico, el carbonato sódico, el hidróxido potásico, el carbonato potásico, el hidróxido lítico, el hidróxido cálcico etc.,

En vez de epíclorohidrina otras sustancias que tienen una disposición de alfa-cloro-beta, gamma-epoxi son adecuadas para reaccionar con poliaminas según este invento para producir resinas anion-activas. Entre estas algunos ejemplos son combinaciones de la siguiente fórmula general:



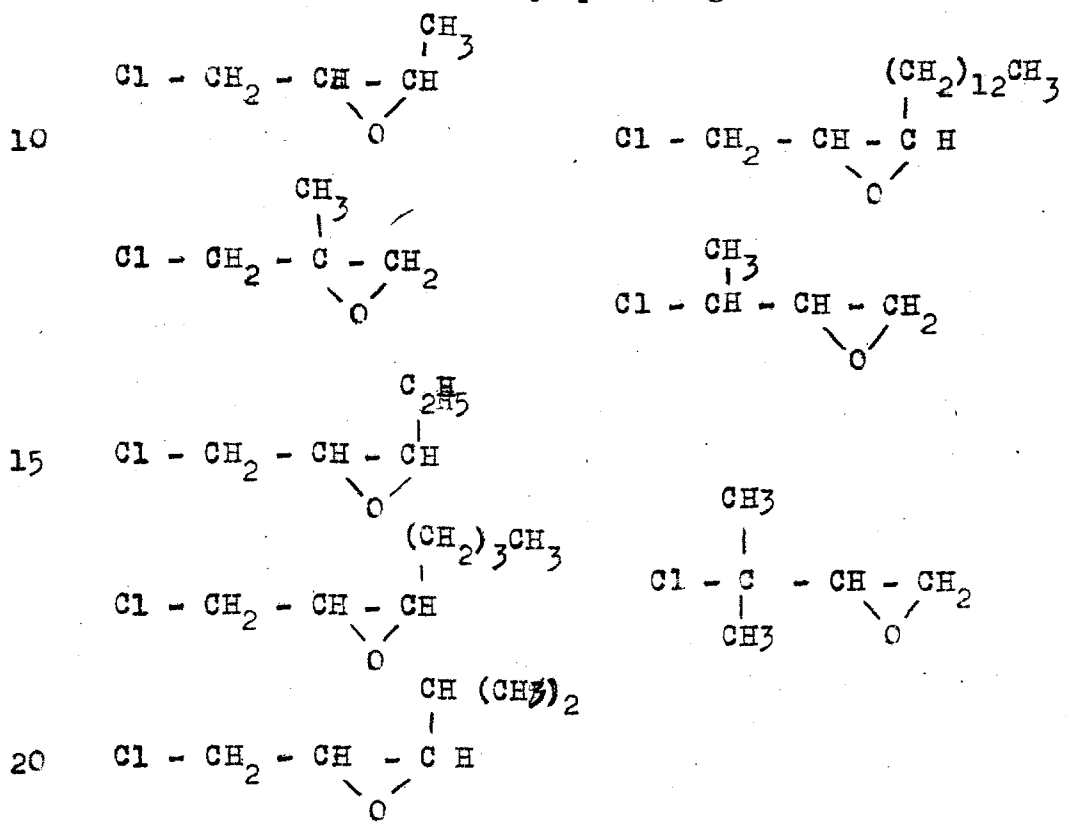
donde R es el mismo radical orgánico u otro diferente o hi-



174968

drógeno. Con preferencia los grupos R no contienen grupos
 5 acidicos fuerte tales como grupos de ácidos sulfúricos, pe-
 ro, pueden usarse cualesquiera radicales orgánicos ya que los
 grupos R no son importantes. Es importante que los grupos
 cloro y epoxi estén en las posiciones indicadas. Los gru-
 pos R pueden ser por ejemplo CH₃-, C₂H₅-, C₃H₇-, C₅H₁₁-, C₈H₁₇
 C₁₀H₂₁-, fenil, bencil, totil, xilil, piridil, furil, etc;

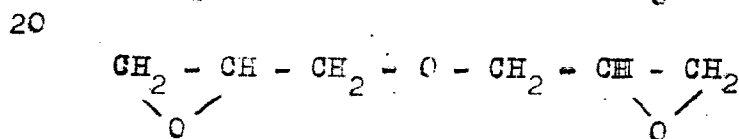
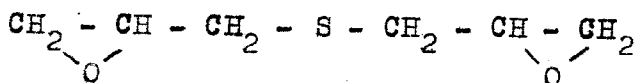
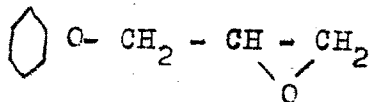
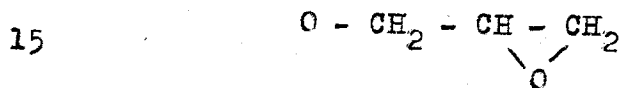
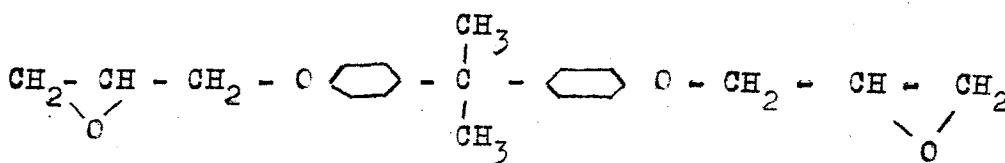
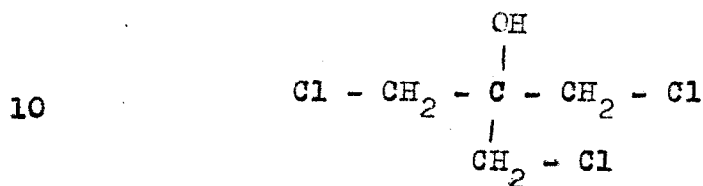
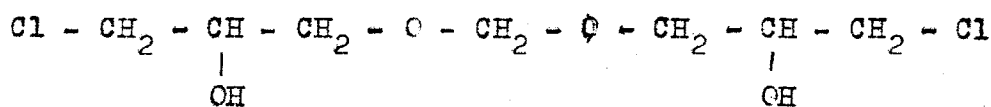
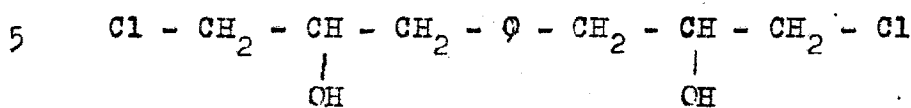
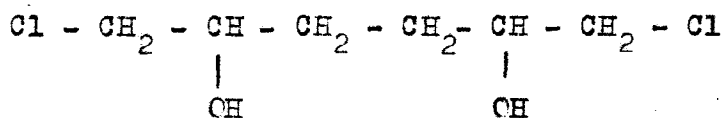
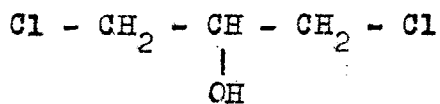
Entre estos ejemplos figura:



Las combinaciones alfa-cloro-beta, gamma, epoxi pue-
 25 dan hacerse reaccionar con poliaminas de alquileno con arreglo
 al invento para producir resinas anión-activas. Los siguien-
 tes son ejemplos de compuestos con estructura similar a tales
 combinaciones alfa-cloro-beta, gamma-epoxi:

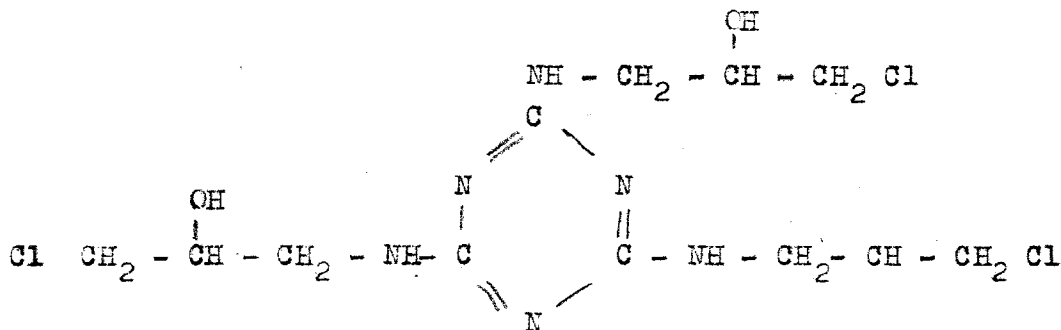
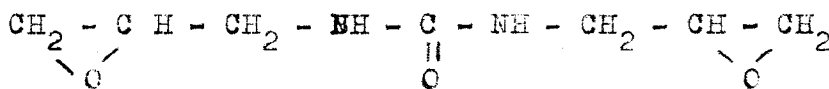
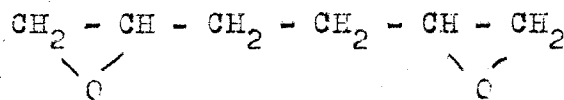
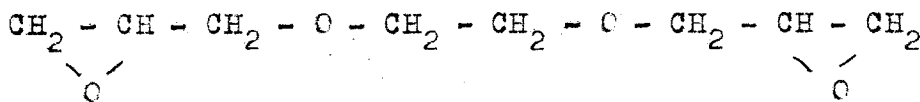
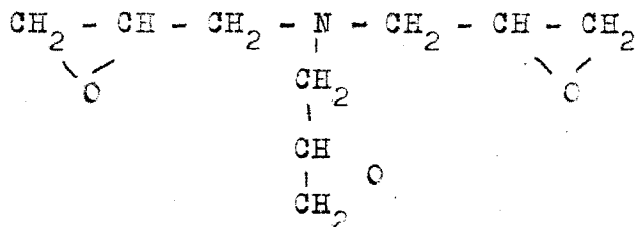
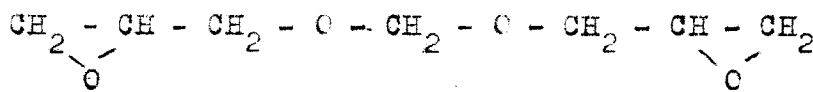


174968





174968



5 Aunque el presente invento no cubre el uso de una proporción mayor o la totalidad de una de las combinaciones de la precedente lista de sustancias para reaccionar con una poliamina de alquileno, sin embargo pueden emplearse según el invento proporciones molares menores con respecto a las sustancias totales reaccionadas con la poliamina y pueden reemplazarse proporciones molares menores de la poliamina de po-



14 SE

174968

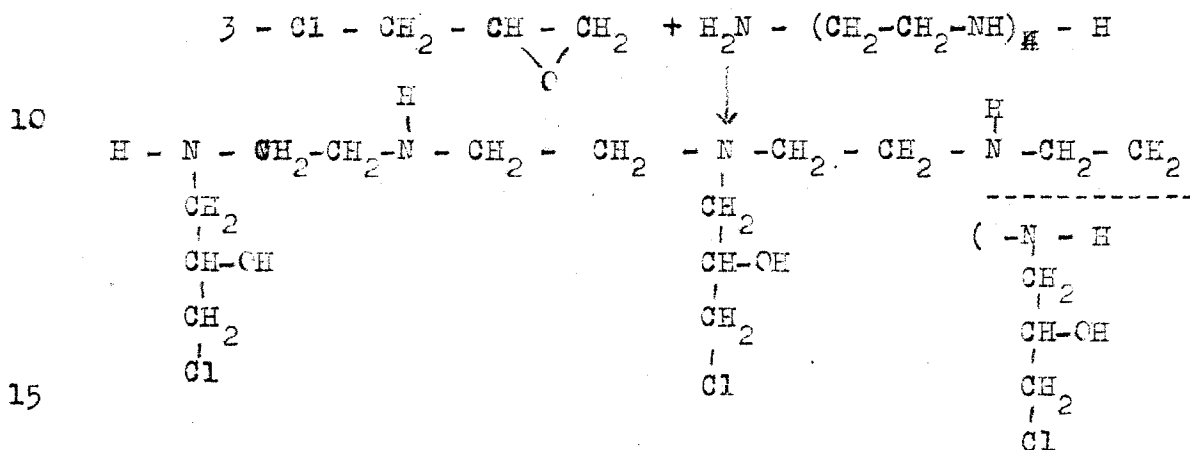
lialkileno con amoníaco o mono- o poliaminas que no sean las de alquileno. Sin embargo se emplean con preferencia exclusivamente poliaminas de polialkileno.

5 La condensación de la epíclorohidrina y la poliamina puede realizarse en presencia de cualquier disolvente adecuado que no reaccione con los reactivos o los productos de reacción como agua, metanol, etanol, los éteres, mono-etilicos o mono-etilicos de glicol dietilénico etc. Aunque es conveniente añadir la epíclorohidrina a la poliamina, el orden de adición puede invertirse. La reacción inicial de epíclorohidrina con una poliamina da por resultado principalmente la apertura del anillo epoxi y la formación de una 2-hidroxi-3-cloro-propilamina. Esta reacción es totalmente exotérmica, y por esta razón la epíclorohidrina se mezcla con la poliamina añadiendo una a otra lentamente, para evitar el sobrecalentamiento. Además, la poliamina y la mezcla de reacción se enfrían con preferencia con la misma razón. Sin embargo, la reacción puede realizarse a temperaturas ambientales ordinarias, o a elevadas temperaturas, o de ambos modos, si la epíclorohidrina se añade a la poliamina lentamente para evitar cualquiera de las dificultades que pueden producirse por el sobrecalentamiento. Las dificultades que pueden surgir son dificultades prácticas tales como la ebullición rápida de la mezcla de reacción, la pérdida de los materiales reactivos por vaporización etc. En otros términos, la temperatura de reacción no es crítica y por tanto la temperatura puede variarse desde 0°C a 70°C y aun más alta. Sin embargo en la condensación de la epíclo-



174968

5 rohidrina con una poliamina, la mezcla de reacción se en-
 fría profundamente para permitir la rotura del anillo
 epoxi y para impedir la alquilación por los grupos cloro.
 Los productos formados en la reacción inicial son solu-
 5 bles en agua. Aparentemente, la condensación de 3 moles
 de epilohidrina con 1 mol de pentamina de tetratileno
 en las condiciones aquí usadas puede representarse como si-
 gue:

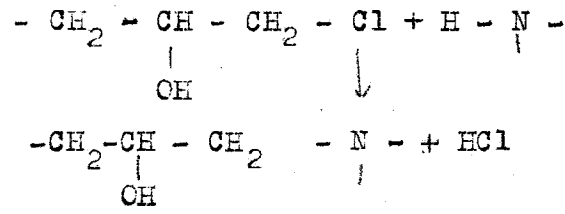


15

20

25

En el segundo periodo usualmente, cuando la mez-
 cle de reacción se calienta (o más lentamente si no se ca-
 lienta) tiene lugar auto-alkilación entre los grupos cloro
 y los grupos amínicos que tienen hidrógeno para formar una
 20 resina tridimensional insoluble. Esta reacción puede ocu-
 rrir directamente con arreglo al siguiente esquema:





174968

En vista de lo anterior es evidente que los materiales resinosos formados con arreglo a este invento son productos de condensación y por tanto la cura de estas resinas se hace por condensación y esto ocurre sin el uso de catalizadores. Como queda libre ácido clorhídrico, puede añadirse álcali como se ha indicado antes para absorber el exceso de ácido. El tratamiento térmico que se da a la resina es una operación final del procedimiento, y aunque se ha llamado algunas veces "cura" en la exposición, es primariamente una operación de desecación. Durante este tratamiento térmico, la estructura de gel de la resina un tanto alterada por cuanto tiene lugar un encojimiento considerable. Cuando la resina se vuelve a humedecer no se esponja en el mismo volumen que antes del tratamiento, aunque se sigue esponjando en cierta medida.

El tratamiento térmico final o curado de la resina según el invento se realiza preferentemente a temperatura de 95-105°C en calor seco, aunque pueden usarse otras condiciones, que incluyendo temperaturas desde 50° hasta unos 125°C o más altos.

Las resinas anion-activas pueden activarse o regenerarse por medio de soluciones alcalinas diluidas, por ejemplo, soluciones acuosas de 0.1 a 10% de hidróxido sódico, carbonato sódico etc.

Los materiales resinosos producidos según este invento son adecuados para separar toda clase de ácidos y aniones en general de agentes fluidos. Pueden usarse para extraer los ácidos minerales fuertes (con preferencia en

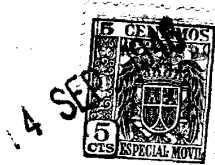


174968

5 concentraciones relativamente bajas) ácidos orgánicos tales como el acético, el oxálico etc., de agua y líquidos orgánicos. Las aniones de sales tales como el ion-cloruro del cloruro amónico o el ion-sulfato de sulfato amónico pueden separarse por medio de los productos resinosos aquí descritos.

10 Las resinas anion-activas son útiles para muchos fines, ejemplos de los cuales son la separación de ácido del agua, la separación de ácidos de las soluciones alcohólicas, la purificación de zumos de azúcar, la purificación de pectina, la separación de ácido de soluciones acuosas de formaldehído etc. Aunque las resinas son especialmente adecuadas para separar aniones de agentes acuosos, pueden usarse para extraer ácidos o aniones de medios fluidos distintos del agua, y aun pueden usarse para extraer ácidos de gases. Las resinas pueden usarse como absorbentes para nutrientes de plantas y como tales pueden usarse como medios para criar 15 plantas o como un medio para aplicar fertilizantes al suelo. Para ser lo bastante insoluble para el uso práctico en el arte de la depuración de aguas, las resinas deben tener una solubilidad lo bastante baja para que no sean disueltas muy rápidamente por la solución a tratar. Así, el agua no debe disolver más de una parte de resina en 1.000 partes de agua cuando pasa por un lecho de resina (después del primer ciclo que comprende una activación, agotamiento y reactivación de la resina).

25 Aunque el mecanismo de las reacciones implicadas en la producción de las resinas aquí descritas se cree



174968

que tiene lugar con arreglo a la exposición hecha arriba, debe entenderse que no nos consideramos ligados a ella.

Se comprenderá que pueden hacerse varias modificaciones en los procedimientos específicos descritos sin apartarse de la finalidad del invento.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 15 de septiembre de 1945, bajo el número 616.644, se recoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

- c - N O T A - o -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Un procedimiento de producir un material resinoso, caracterizado porque se mezcla una combinación de alfa-cloro-beta, gamma epoxi, con una o más poliaminas de alquileno en la proporción de por lo menos 2 moles de dicha combinación epoxi por mol de poliamina.



174968

2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque se mezcla epichlorhidrina y una o más poliaminas de alquilino en la proporción de por lo menos 2 moles de epichlorhidrina por mol de poliamina.

5 3º.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º o 2º, caracterizado por el hecho de que la reacción se realice en presencia de un álcali fuerte siendo con preferencia de 1:10 a 1:1 aproximadamente la relación molar de álcali con la combinación epoxi.

10 4º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º a 3º, caracterizado por el hecho de que la reacción se realice en presencia de un disolvente inerte.

15 5º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º a 4º, caracterizado por el hecho de que la combinación epoxi se añade a la poliamina lentamente y con preferencia a la temperatura ambiente.

20 6º.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1º a 4º, caracterizado por las ulteriores operaciones de dejar que el producto resultante gelice, curar el gel por calentamiento y luego, si se desea, granular el gel.

25 7º.- Un procedimiento de separar aniones de un agente fluido caracterizado porque este agente se pone en contacto con un material resinoso producido según el procedimiento de los puntos 1º-6º.

8º.- Un procedimiento de producir un material re-

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



174968

sinoso.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintiseis hojas escritas por una sola cara.

La Habana, 14 SEP. 1946

P. A.

Alberto de Elizaburu

Por Fidei