

P.- 9817.-
O.L. 672.-

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**



14
2 025 00

14 MAR. 1952

202500

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

e n

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de **NORSK HYDRO-ELEKTRISK KVAELSTOFAKTIESELSKAB**, entidad noruega, establecida en Solligaten 7, Oslo, Noruega, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SUSTANCIAS DE BASE PARA PERMUTADORES IONICOS".

La preparación de aminas cíclicas macromoleculares y su utilización como intercambiadores de aniones son conocidas. Entre las sustancias de las que se parte para la fabricación de tales intercambiadores aniónicos podemos mencionar los productos de condensación de las anilinas con los aldehidos (R. Griesbach, Beihefte, 31, Angew. Chemie 52 [1939] 215). Según la presente invención, se utilizan como substan-

202500



5 cias de partida para la preparación de intercambiadores de aniones, nuevos productos sintéticos que poseen propiedades esencialmente diferentes de los productos mencionados y como al introducir nuevos grupos, se puede, partiendo de estas aminas macro moleculares, preparar compuestos macromoleculares ácidos que son intercambiadores de cationes, resulta que estas substancias representan el punto de partida para nuevos intercambiadores, tanto de aniones como de cationes.

10 Son conocidos los nitro- y amino-estirolenos. Por polimerización de éstos, se obtienen respectivamente los poliestirolenos nitrados y los poliestirolenos aminados. Pero los nitroestirolenos y los aminoestirolenos monómeros se preparan indirectamente y con tan pequeño rendimiento que el método no resulta utilizable técnicamente.

15 Conforme esta invención, se preparan poliestirolenos nitrados con un rendimiento teórico, por nitración directa del poliestireno con el ácido nítrico a concentración conveniente, preferentemente, enfriando al mismo tiempo. El poliestireno se disuelve fácilmente en el ácido nítrico concentrado (peso específico superior a 1,46) durante la nitración. El poliestireno nitrado precipita por dilución de la disolución con agua. Si se reducen los poliestirenos nitrados preparados de este modo (por ejemplo: utilizando un compuesto de azufre reductor, en particular, el disulfuro de sodio) se obtienen poliestirenos aminados.

20 Si la reducción del compuesto nitrado por el disulfuro de sodio se efectúa en solución acuosa, a la temperatura de

25

202500

14



ebullición (100° aproximadamente) la reducción resulta lenta y solamente una pequeña parte del compuesto queda reducida. La reducción se realiza mejor en solución alcohólica a la temperatura de ebullición (unos 80°). Pero si la reducción en solución acuosa se efectúa a una temperatura más elevada bajo presión por ejemplo: a 150° la reducción resulta relativamente rápida y completa. De este modo, en 8 horas se obtiene una reducción del 75% del poliestireno nitrado.

De manera análoga, los polivinilnaftalenos y otros compuestos macromoleculares pueden ser transformados en derivados nitrados y aminados.

Contrariamente a los intercambiadores de iones ya conocidos y que se pueden considerar como productos de condensación de anilinas y aldehidos, los compuestos preparados conforme a la presente invención, son termoplásticos. Las propiedades termoplásticas resultan importantes para la preparación de intercambiadores de iones bajo una forma técnica utilizable (procedimiento de granulación). Para la precitada reducción de los compuestos nitrados en compuestos aminados, se obtienen, con ventaja, un buen rendimiento utilizando una materia porosa y finamente dividida. Para obtener un intercambiador técnicamente utilizable) el compuesto aminado debe ser sometido después a un briquetaje. Para conservar los capilares, el briquetaje puede hacerse, por ejemplo, en presencia de agua o de sal que se elimina después por disolución.

EJEMPLO: Se disuelve 100 grs. de poliestiro-

202500



leno (Trólitul III) en 700 cc. de ácido nítrico a 90% en peso, agitando y enfriando a una temperatura inferior a 10°. Se deja reposar a esta temperatura durante 17 horas. Se vierte enseguida la solución sobre un gran volumen de agua fría. La masa filiforme que se separa es molida y lavada hasta eliminación del ácido nítrico. Se obtiene un rendimiento teórico de poliestiroleno mononitrado. Utilizando una cantidad equivalente de disulfuro de sodio (Na_2S_2) disuelto en agua, los compuestos nitrados obtenidos se reducen, en 8 horas, a compuestos aminados, en el autoclave a 150°. Porcentaje de nitrógeno teórico: 11,75%. Porcentaje hallado: 11,2%. Capacidad 6,2 m. equiv/gr.

Se entiende como capacidad del intercambiador el número de mili-equivalentes del anion intercambiable, retenido por 1 gr. del intercambiador.

El procedimiento no se limita a los compuestos monoaminados. Análogamente, es posible preparar a partir de compuestos más fuertemente nitrados - por ejemplo: a partir de compuestos dinitrados - compuestos diaminados con una capacidad todavía superior a la indicada en el ejemplo precedente.

2025 00

14



----- N O T A -----

202500

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada, ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Introducción, son los siguientes:

1º. Un procedimiento de preparación de aminas cíclicas macromoleculares, utilizables como sustancias básicas para intercambiadores iónicos, caracterizado por que se nitran compuestos cíclicos macromoleculares sintéticos, tales como los poliestirolenos y los polivinilnaftalenos y porque se reducen luego los compuestos nitrados a compuestos aminados.

2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., en modos de realización que presentan una o varias de las siguientes características:

a) Se efectúa la nitración mediante ácido nítrico concentrado, preferentemente, enfriando al mismo tiempo, y se precipitan los compuestos nitrados por dilución con agua.

b) Se efectúa la reducción mediante un com-

202500



14 MAR. 1952

puesto de azufre r-educor- tal que el bisulfuro de sodio-
a una temperatura elevada y bajo presión.

c) Las aminas cíclicas macromoleculares obte-
nidas se someten a un briquetaje en presen-
cia de agua o de sal.

2º. Un procedimiento de preparación de sustan-
cias de base para permutadores iónicos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid

14 MAR. 1952

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder,