

Case 0.231



283578

283578

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA AISLAR POLICONDENSADOS DE NITRÓGENO BÁSICO", a favor de la firma MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, de nacionalidad italiana, residente en MILAN (Italia), Largo G. Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Este invento se refiere a un procedimiento para aislar policondensados de nitrógeno básico de la masa reaccional y, más particularmente, al aislamiento de los policondensados de nitrógeno básico obtenidos por reacción (en presencia o ausencia de disolventes y agentes de condensación) de una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secundarias de C_4-C_{60} , con epíclorohidrina y con una amina bis-secundaria alifática, aromática o heterocíclica.
5. La preparación de policondensados de nitrógeno
10. básico puede efectuarse de diversas maneras. Recientemente

283578



se ha descrito un procedimiento muy ventajoso en el que la síntesis de estos policondensados de nitrógeno básico se efectúa por reacción de una o más aminas alifáticas, primarias o secundarias, con epiclorohidrina y a esta primera condensación sigue otra reacción con aminas bis-secundarias, tales como la piperazina, y la adición de un hidróxido alcalino para neutralizar el cloro iónico formado.

5.

Los policondensados que así se obtienen se utilizan en la preparación de fibras textiles y películas a base de poliolefinas cristalinas y de otros polímeros o copolímeros sintéticos, más particularmente polímeros y copolímeros de acrilonitrilo, para aumentar la receptividad de las fibras y las películas a los colorantes ácidos.

10.

En procedimientos anteriores, la separación del policondensado de la masa reaccional se efectuaba por destilación del disolvente, después de filtrar el cloruro sódico formado; pero de esta manera quedaban también en el producto obtenido los policondensados de peso molecular muy bajo, que tienen el inconveniente de ser solubles en agua,

15.

Ahora hemos descubierto sorprendentemente, y este es uno de los objetos de este invento, que el aislamiento de los policondensados de nitrógeno básico puede simplificarse extraordinariamente substituyendo las operaciones de filtración y destilación por la precipitación del policondensado con agua, seguida por filtración, por eliminación del cloruro sódico residual mediante lavado con agua y por secado.

20.

25.

Así es posible eliminar del policondensado los productos de peso molecular muy bajo formados durante la reacción, los cuales son solubles en agua y por consiguien-

30.



283578

te se eliminan de la torta de policondensado junto con el cloruro sódico.

La posibilidad de eliminar del policondensado los productos solubles en agua constituye evidentemente una ventaja notable, más particularmente porque permite aislar una fracción homogénea de policondensados.

5.

Los policondensados aislados según este invento mejoran la capacidad de hilatura de la composición de policondensado/polímero sintético.

10.

También cabe realizar la precipitación de los policondensados en agua que contenga dispersa la poliolefina. Más particularmente, el método de este invento se refiere al aislamiento de policondensados de nitrógeno básico preparados por medio de las operaciones siguientes:

15.

1) una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secundarias de C_4-C_{60} , se hacen reaccionar con epíclorohidrina en presencia o ausencia de disolvente;

2) a la primera condensación sigue otra condensación con aminas bis-secundarias tales como la piperazina,

20.

posiblemente junto con otra cantidad de epíclorohidrina;

3) se añade a la masa reaccional un hidróxido alcalino, para neutralizar el cloro iónico formado durante la policondensación;

25.

4) se precipita con agua a $10^{\circ}-40^{\circ}C$, y más particularmente a $10-25^{\circ}C$, la masa reaccional, empleando 2 a 20 partes en peso de agua por 1 parte en peso de la mezcla reaccional (con exclusión del disolvente);

30.

5) se separa por filtración el policondensado precipitado con agua y se le lava con agua a temperaturas de 10 a $40^{\circ}C$, y más particularmente de 10 a $25^{\circ}C$;



283578

6) se seca, según un método tecnológico conocido, la torta acuosa separada.

De los líquidos de lavado que contienen el disolvente y que se han usado en la reacción, es posible recuperar el disolvente por destilación sencilla o de vapor.

5. Los policondensados obtenidos según este invento son particularmente aptos para usar como modificadores tintóreos en la preparación de fibras, películas, tintas y análogos a base de polímeros olefínicos o acrilonitrílicos.

10. Los policondensados pueden granularse, solos o en mezcla con otros polímeros sintéticos en polvo, o bien pueden usarse directamente en estado de polvo; también pueden usarse mezclas de policondensados granulados con polímeros sintéticos granulados. En los detalles de la realización práctica de este invento cabe efectuar diversas variaciones y modificaciones sin por eso salirse de su alcance.

15. Los ejemplos que siguen ilustran el invento sin limitar su alcance.

20. EJEMPLO 1

En un reactor de acero inoxidable, de 550 litros de capacidad y provisto de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 50,9 kg de n-octadecilamina disueltos en 80 kg de metanol.

25. A la solución, mantenida a 25°C, se añaden agitando 35 kg de epíclorohidrina.

Después de agitar durante 2 horas a 25-30°C, se aumenta la temperatura hasta 65°C y se mantiene la masa



4 505 780

a esta temperatura durante 8 horas, mientras se agita.

Luego se enfria la masa hasta 25°C y se añaden 54,2 kg de piperazina disueltos en 83 kg de metanol. A continuación inmediata se añaden gota a gota, durante 4 horas, 5. 40,8 kg de epíclorohidrina.

Se mantiene la masa reaccional a 25-40°C durante 90 minutos, se eleva la temperatura hasta 65°C y luego se mantiene la masa reaccional a esta temperatura.

Se añaden entonces 33,8 kg de hidróxido sódico 10. en el curso de 8 horas y a continuación se mantiene la masa a 65°C durante 4 horas.

A continuación se vierte la masa reaccional en un reactor de acero inoxidable, de 2000 litros de capacidad, que contiene 1200 litros de agua a 17°C.

Se agita la suspensión acuosa durante 3 horas y se la centrifuga; la torta acuosa, que todavía contiene 70% de agua, se lava con agua hasta eliminar de la reacción el ión de cloro. 15.

El policondensado que se obtiene después de secar es un producto blanco pulverulento, que tiene un punto de reblandecimiento de 55°-60°C y una viscosidad específica de 0,29 (determinada en una solución al 1% de isopropanol a 25°C). 20.

E J E M P L O 2

En un reactor de acero inoxidable de 550 litros de capacidad, provisto de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 54 kg de n-octadecilamina disueltos en 90 kg de metanol. 25.



283578

A la solución, mantenida a 25°C, se añaden agitando 37 kg de epíclorohidrina.

Después de agitar a 25-30°C durante 2 horas, se eleva la temperatura hasta 65°C y se agita la masa a esta temperatura durante 6 horas.

5.

Después de enfriar hasta 25°C, se añaden 43 kg de piperazina disueltos en 85 kg de metanol.

A continuación inmediata se añaden gota a gota, en el curso de 3 horas, 27,7 kg de epíclorohidrina.

10.

Se prosigue la reacción a 25-40°C durante 90 minutos y luego se eleva la temperatura hasta 65°C y se mantiene la masa a esta temperatura.

Se añaden entonces, en el curso de 8 horas, 28 kg de hidróxido sódico y se mantiene la masa a 65°C durante 4 horas.

15.

A continuación se vierte la masa reaccional en un reactor de acero inoxidable, de 2000 litros de capacidad, que contiene 1200 litros de agua a 21°C.

Se agita la suspensión acuosa durante 2 horas y se le centrifuga; la torta acuosa, que contiene todavía 70% de agua, se lava con agua hasta que la reacción del ión de cloro es negativa.

20.

El policondensado obtenido después de secar es un producto blanco, pulverulento, que tiene un punto de reblandecimiento de 58-65°C y una viscosidad específica de 0,30 (determinada en una solución al 1% de isopropanol, a 25°C).

25.



EJEMPLO 3

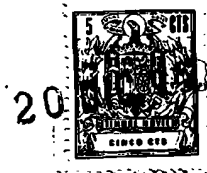
283578

- En una autoclave de acero inoxidable, de 550 litros de capacidad y provista de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 46,2 kg de n-dodecilamina, disueltos en 85 kg de metanol.
5. A la solución, mantenida a 25°C, se añaden agitando 46,2 kg de epíclorohidrina.
- Después de agitar a 25-30°C durante 2 horas, se eleva la temperatura hasta 65°C y se agita la masa a esta temperatura durante 6 horas.
10. Después de enfriar hasta 25°C, se añaden 43 kg de piperazina disueltos en 80 kg de metanol.
- A continuación inmediata se añaden gota a gota, en el curso de 4 horas, 23,2 kg de epíclorohidrina.
15. Se prosigue la reacción a 25-40°C durante 90 minutos, se eleva la temperatura hasta 65°C y se mantiene la masa reaccional a esta temperatura.
- Luego se añaden 30 kg de hidróxido sódico en el curso de 8 horas y se mantiene la masa a 65°C durante 4 horas.
20. A continuación se vierte la masa reaccional en un reactor de acero inoxidable, de 2000 litros de capacidad, que contiene 1200 litros de agua a 15°C.
- Se agita la suspensión acuosa durante 2 horas y se la centrifuga; la torta acuosa, que todavía contiene 70% de agua, se lava con agua hasta que la reacción del ión de cloro es negativa.
- 25.

283578



El policondensado obtenido después de secar un producto blanco, con un punto de reblandecimiento de 45-50°C y una viscosidad específica de 0,23 (determinada en una solución al 1% de isopropanol, a 25°C).



N O T A

283578

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 22806/61 del 21 de Diciembre de 1961.

5. 1. Un procedimiento para aislar policondensados de nitrógeno básico, obtenidos por reacción de epíclorohidrina con una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secundarias de C_4-C_{60} , en presencia o ausencia de disolventes, seguida por una segunda condensación con aminas bis-secundarias, posiblemente junto con otra cantidad de epíclorohidrina, y por la adición de un hidróxido alcalino a la masa reaccional, para neutralizar el cloro iónico formado durante la policondensación, caracterizado por el hecho de que el policondensado se precipita añadiendo agua a la masa reaccional en cantidad que varía de 2 a 20 partes en peso por 1 parte en peso de la mezcla reaccional.
10. 2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el policondensado precipitado con agua se separa por filtración y se vuelve a lavar con agua.
15. 3. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que la can-
- 20.

283578



tividad de agua usada para la precipitación y el lavado se mantiene a 10-40°C, y más particularmente a 10-25°C.

4. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que
5. el agua usada para la precipitación contiene en dispersión el polímero con el cual se ha de mezclar el policondensado para la producción de fibras y/o películas.
5. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que,
10. después de separar el agua usada para la precipitación, se seca el policondensado.
6. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que los policondensados se separan por reacción de 0,3 moles de octadecilamina con 1,3 moles de epíclorohidrina y $\frac{1}{\text{mol}}$ de piperazina.
15. 7. Un procedimiento para aislar policondensados de nitrógeno básico.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 20 de Diciembre 1962

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER
L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA

p.a.

JAI ME ISE RN IRR ALLES
P. P.