



283579

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

por "UN PROCEDIMIENTO CON SU DISPOSITIVO PARA PULVERIZAR POLICONDENSADOS DE NITROGENO BÁSICO", a favor de la firma italiana MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, domiciliada en MILANO (Italia), Largo G. Donnegani 1-2.

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la pulverización de policondensados de nitrógeno básico.

- En patentes anteriores a favor de la peticionaria, se describía la preparación de policondensados de nitrógeno básico por reacción de una o más aminas alifáticas, primarias o secundarias, con epíclorohidrina, seguida por otra reacción con aminas bis-secundarias, tales como la piperazina, y por la adición de un hidróxido alcalino para neutralizar el cloro iónico formado.
- 5.
- 10.

28357020 D



Estos policondensados se usan en la preparación de fibras textiles a base de poliolefinas cristalinas o polímeros y copolímeros acrilonitrílicos, para aumentar la receptividad de las fibras a los colorantes ácidos.

5. En los procedimientos conocidos, la separación del policondensado de la masa reaccional se efectúa por destilación del disolvente después de filtrar el cloruro sódico formado.

10. Para el aislamiento de los policondensados de nitrógeno básico se ha propuesto recientemente un método que consiste en precipitar con agua la masa reaccional después del tratamiento neutralizante con hidróxido alcalino.

15. Después de la precipitación con agua, el policondensado se separa por filtración; la torta de policondensado, después de filtración o centrifugación, contiene todavía 50 a 70% de agua.

20. Esta torta sólo puede secarse con dificultad y con tiempos prolongados de secado, a causa del espesamiento del producto, que presenta una superficie muy reducida para la transmisión del calor.

25. Ahora hemos descubierto sorprendentemente, y este es uno de los objetos de este invento, que los policondensados de nitrógeno básico pueden obtenerse en forma de un polvo fácil de secar, si se los somete en forma de una torta húmeda a extrusión a través de una red de alambre y luego a pulverización con una corriente de aire, de nitrógeno o de otro gas, que establece contacto con ellos a la salida de la red de alambre.

30. El invento comprende también un dispositivo para la realización de este método, dispositivo que, como se desprende del dibujo anexo, consiste en esencia en una



5. tolva alimentadora (1) por la cual se introduce la torta de policondensado; un tornillo (2), un cabezal de extrusión (3), del que se da una vista en sección en la fig. 2 y que consiste en una red de alambre (6) aplicada al dispositivo y un elemento (4) que está constituido fundamentalmente por un tubo Venturi.

10. Por la porción inferior del tubo Venturi (4), que presenta la zona de cuello R-R a la altura de la red de alambre, se introduce aire u otros gases comprimidos, de preferencia nitrógeno.

15. La torta de policondensado es impulsada por el tornillo contra la red de alambre, extruída a través de ésta y pulverizada por una corriente gaseosa que atraviesa la torta, al salir ésta del extrusor, en el cuello del tubo Venturi.

La red de alambre (6) es de preferencia una red de acero inoxidable, con un número de mallas por cm^2 comprendido entre 10 y 1000, y de preferencia entre 50 y 150.

20. La extrusión se realiza a temperatura ambiente; el gas se emplea para la pulverización a temperatura ambiente y a una presión comprendida entre 1 y 10 kg/cm^2 .

25. Procediendo según este invento, es posible obtener, a partir de la torta húmeda y muy espesada de policondensado, un polvo de un tamaño comprendido entre 30 y 500 micras, que puede sacarse fácilmente por cualquiera de los métodos conocidos.

30. El secado del polvo húmedo obtenido según este invento es muy rápido, a causa de la extrema división del policondensado y de su gran superficie de secado.



En los detalles de la realización práctica de este invento caben diversas modificaciones y cambios sin por ello salirse del espíritu y el alcance del invento.

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

5.

E J E M P L O 1.

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

10.

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

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 8 horas.

15.

Después de enfriar hasta 25°C, se añaden 54,2 kg de piperazina disueltos en 83 kg de metanol.

A continuación inmediata se añaden gota a gota, en el curso de 4 horas, 40,8 kg de epiclorhidrina.

20.

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

En el curso de 8 horas se añaden 32,8 kg de hidróxido sódico y luego se mantiene la masa a 65°C durante 4 horas.

25.

Se vierte la masa en un reactor de acero inoxidable, de 2000 litros de capacidad, que contiene 1200 litros de agua a 18°C.

Se agita la suspensión acuosa durante 2 horas y luego se la centrifuga; la torta acuosa, que contiene todavía 70% de agua, se lava con agua hasta que la reac-

30.



ción del ion de cloro es negativa.

El policondensado obtenido se introduce en el dispositivo que muestra el dibujo y se le extruye en las condiciones siguientes:

5. caudal de paso de la torta de policondensado: 10 kg/hora
causal de paso del nitrógeno pulverizante: 250 m³ normales por hora.

10. El tamaño granulométrico medio del producto introducido y del producto retirado es el siguiente:

tamaño del producto introducido: 1 a 10 mm de diámetro
tamaño del producto retirado: 50 a 500 micras de diámetro.

15. E J E M P L O 2.

En un reactor de acero inoxidable y 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.

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

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

25. 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 epiclorhidrina.

30. Se deja reaccionar la masa a 25-40°C durante 90 minutos, se eleva la temperatura hasta 65°C y se man-



2001

197579

tiene la masa a esta temperatura.

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

5. Se vierte la masa en un reactor de acero inoxidable, de 2000 litros de capacidad, que contiene 1000 litros de agua a 21°C.

Se abita la suspensión acuosa durante 2 horas y luego se la centrifuga; la torta acuosa, que contiene

10. todavía 70% de agua, se lava con agua hasta que la reacción del ion de cloro es negativa.

El policondensado obtenido se introduce en el dispositivo representado en el dibujo y se le extruye en las condiciones siguientes:

15. caudal de paso de la torta de policondensado: 14 kg/hora

caudal de paso del nitrógeno pulverizante: 270 m³ normales por hora

20. El tamaño granulométrico medio del producto introducido y retirado es el siguiente:

producto introducido: 0,5 a 15 mm de diámetro

producto retirado: 100 a 500 micras de diámetro.

25. E J E M P L O 3.

En un reactor de acero inoxidable y de 550 litros de capacidad, provisto de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 46,2 kg de n-dodecilamina, disueltos en 85 kg de metanol.



4 la solución, mantenida a 25°C, se añaden agitando 46,2 kg de epíclorhidrina.

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

5.

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 epíclorhidrina.

10.

Se deja reaccionar la masa 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, en el curso de 8 horas, 30 kg de hidróxido sódico y se mantiene la masa a 65°C durante 4 horas.

15.

A continuación se vierte la masa en un reactor de acero inoxidable y de 2000 litros de capacidad, que contiene 1400 litros de agua a 15°C.

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

20.

El policondensado obtenido se introduce en el dispositivo representado en el dibujo y se extruye en las condiciones siguientes:

25.

caudal de paso de la torta de policondensado: 6 kg/hora.

caudal de paso del nitrógeno pulverizante: 280 m³ normales por hora

30.

28357



El tamaño granulométrico medio del producto introducido y del producto retirado es el siguiente:

producto introducido:	1 a 10 mm de diámetro
producto retirado:	1 a 400 mm de diámetro.



N O T A

283579

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana n.º. 22 807/61 del 21 de Diciembre de 1961:

1. Un procedimiento con su dispositivo para pulverizar
5. policondensados de nitrógeno básico, obtenidos por reacción de epiclorhidrina con una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} y secundarias de C_4-C_{60} , en presencia o ausencia de disolventes, seguida por una segunda condensación con aminas bis-secundarias y posiblemente con otra cantidad de epiclorhidrina y por la adición de un hidróxido alcalino para
10. neutralizar el cloro iónico formado en la policondensación, caracterizado por el hecho de que los policondensados de nitrógeno básico formados se toman en forma de una torta húmeda, se extruyen a través de una red de alambre y se pulverizan por medio de una corriente de aire, de nitrógeno o de otro gas que
15. entra en contacto con el policondensado que sale de la red de alambre.
2. Un procedimiento en el que el dispositivo, conforme a lo definido en la reivindicación 1, se caracteriza por el hecho
20. de que consiste en esencia en una tolva alimentadora (1), un tornillo (2), un cabezal de extrusión (3), constituido por una red de alambre (6), y un tubo Venturi (4), que muestra una zona de cuello R-R a la altura de la red de alambre (6), introduciéndose en la parte inferior de este tubo Venturi aire comprimido, nitrógeno u otro gas.
- 25.

283579



3. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el gas se introduce en el tubo Venturi a presión de 1 a 10 kg/cm².

5. 4. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 2 y 3, caracterizado por el hecho de que la red de alambre tiene un número de mallas por cm² de 10 a 1000, y de preferencia de 50 a 150.

10. 5. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se pulverizan policondensados de nitrógeno básico preparados por reacción de 0,3 moles de octadecilamina o dodecilamina con 1,3 moles de epíclorhidrina y 1 mol de piperazina.

15. 6. Un procedimiento con su dispositivo para pulverizar policondensados de nitrógeno básico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 10 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de 1 lámina de dibujos.

20. Madrid, a 20 de diciembre de 1.962.

p. a.

JANVE ISEFN MIRALLES

P. P.

0.232

283579

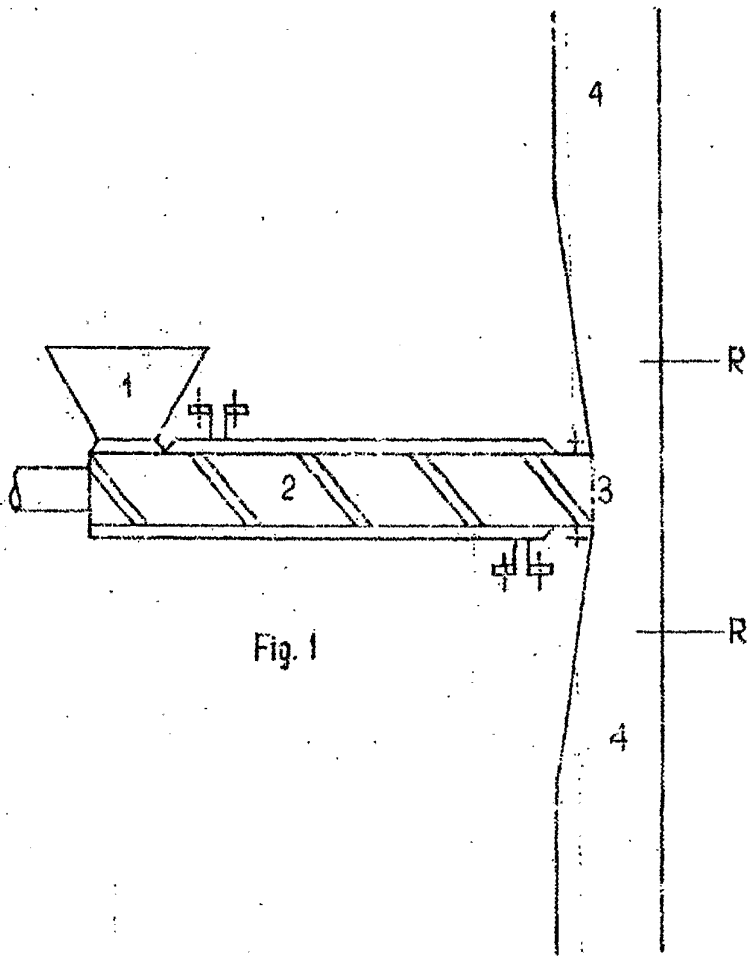


Fig. 1

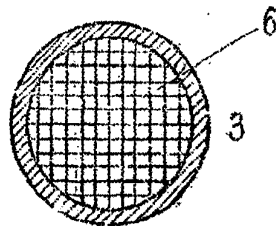


Fig. 2

Madrid, 20 diciembre 1962

Jaime Isern

J. I.