

283580

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 NITROGENO BASICO", a favor de la firma italiana MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, domiciliada en MILANO (Italia), Largo G. Donegani, 1-2.

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un método para aislar policondensados de nitrógeno básico de la masa reaccional y, más particularmente, al aislamiento de 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 epíclorhidrina y con una amina bis-secundaria alifática, aromática o heterocíclica.

10.

Se ha descrito recientemente la síntesis de los



283580

5. policondensados de nitrógeno básico por reacción de una o más aminas alifáticas, primarias o secundarias, con heptaclorohidrina, siguiendo a la primera condensación otra reacción con aminas bis-secundarias, tales como la piperazina, y la adición de un hidróxido alcalino, para neutralizar el cloro iónico así formado.

10. Estos policondensados se usan en la preparación de fibras textiles a base de poliolefinas cristalinas y de otros polímeros sintéticos y aumentan la receptividad de dichas fibras a los colorantes ácidos.

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

15. La separación del cloruro sódico, sin embargo, es extremadamente difícil, sobre todo cuando la policondensación se ha efectuado en presencia de disolventes (como el metanol, etanol y los alcoholes inferiores conteniendo 5 átomos de carbono) que disuelven, totalmente o en parte, el cloruro sódico, que en consecuencia queda incorporado íntimamente a la masa.

Además, al final de la policondensación, la masa reaccional es considerablemente viscosa y el cloruro sódico se filtra con notable dificultad.

25. Ahora hemos descubierto sorprendentemente, y este es un objeto de este invento, que el aislamiento de los policondensados básicos puede efectuarse diluyendo la masa reaccional con un disolvente apropiado, filtrando el policondensado y aislándolo por destilación del disolvente.

30. El disolvente agregado a la masa reaccional debe tener buena miscibilidad con las sustancias presen-



28580

tes en la masa reaccional, pero no debe disolver el cloruro sódico. Disolventes apropiados son los hidrocarburos aromáticos líquidos (benceno, tolueno, etc. etc.) y el dioxano.

5. Procediendo de acuerdo con este invento, después de neutralizar con hidróxido sódico se añade a la masa reaccional un hidrocarburo líquido aromático, dioxano o un disolvente análogo, el cual diluye la masa y permite la fácil separación del cloruro sódico. La adición de disolvente se hace generalmente a temperaturas de 15-65°C, mientras la filtración tiene lugar a 30-70°C. La destilación tiene lugar a presión reducida o normal y a una temperatura que depende del disolvente.

10. Después de filtrar, el policondensado se aísla por destilación del disolvente.

15. En algunos casos, sin embargo, resulta extremadamente ventajoso emplear directamente la solución de condensados libre de cloruro sódico; por ejemplo, es posible añadir un polímero en polvo (derivado de una olefina o de otro monómero) a la solución de policondensado y mezclar luego homogéneamente; el disolvente se elimina luego de la mezcla por secado, y si conviene, se recupera.

20. En los detalles de la realización práctica de este invento cabe efectuar diversos cambios y variaciones sin salirse del alcance del invento. Los policondensados, según este invento, tienen un punto de ablandamiento no superior a 120°C, una viscosidad intrínseca (determinada en una solución de isopropanol a 1%, a 25°C) comprendida entre 0,05 y 0,5 y un tenor de nitrógeno hasta 35%.

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

- 30.



283580

EJEMPLO 1.

- En una autoclave de acero inoxidable, y de 500 litros de capacidad, provista de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 28,3 kg de n-octadecilamina disueltos en 42 kg de metanol.
5. Agitando y manteniendo la solución a 25°C, se añaden 19,5 kg de epiclorohidrina.
- Después de agitar a 25-30°C durante 2 horas, se eleva la temperatura hasta 65°C y luego se mantiene la masa en agitación a dicha temperatura durante 8 horas.
10. Después de enfriar hasta 25°C, se agregan 30,2 kg de piperazina disueltos en 46,1 kg de metanol.
- A continuación inmediata se añaden gota a gota, en el curso de 4 horas, 22,7 kg de epiclorohidrina.
15. Se deja reaccionar la masa a 25-40°C durante 90 minutos y luego se eleva la temperatura hasta 65°C;
- A continuación se mantiene la masa reaccional a esta temperatura.
- En el curso de 8 horas se añaden 18,7 kg de hidróxido sódico y seguidamente se mantiene la masa a 65°C durante 4 horas.
20. Se agregan 220 kg de benceno y se vuelve a agitar el conjunto durante 1 hora. Luego se filtra en una prensa de filtro para eliminar el cloruro sódico.
25. La solución que queda se seca por destilación, y el policondensado, después de molido y tamizado, presenta un punto de reblandecimiento de 55-60°C, una viscosidad específica de 0,28 (determinada en solución al 1% de isopropanol, a 25°C), y un tenor de nitrógeno de 13,1%.
- 30.



25 DIC. 1962

283580

EJEMPLO 2.

5. En una autoclave de acero inoxidable y de 400 litros de capacidad, provista de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 21,6 kg de n-octadecilamina disueltos en 40 kg de metanol.
- Luego, agitando y manteniendo la solución a 25°C, se añaden 14,8 kg de epíclorohidrina.
- Después de agitar durante 2 horas a 25-30°C, se eleva la temperatura hasta 60°C y se mantiene la masa en agitación a esta temperatura durante 4 horas.
10. Después de enfriar hasta 25°C, se añaden 17,2 kg de piperazina disueltos en 45 kg de metanol.
- A continuación inmediata se agregan gota a gota, en el curso de 6 horas, 11,1 kg de epíclorohidrina.
15. Se deja reaccionar la masa a 25-40°C durante 20 minutos, se eleva la temperatura hasta 60°C y luego se mantiene la masa reaccional a esta temperatura.
- En el curso de 8 horas, se añaden 11,5 kg de hidróxido sódico y luego se mantiene la masa a 60°C durante 2 horas.
20. Se añaden a la masa reaccional 170 kg de benceno y se la agita durante 2 horas; luego se filtra la masa en una prensa de filtro para separar el cloruro sódico.
- La solución filtrada se seca por destilación, y el policondensado, después de molido y tamizado, presenta un punto de reblandecimiento de 58-65°C, una viscosidad específica de 0,31 (determinada en isopropanol al 1%, a 25°C), y un tenor de nitrógeno de 12,1%.

30. EJEMPLO 3.

En una autoclave de acero inoxidable y de 800



283580

litros de capacidad, provista de agitador, termómetro y tolva alimentadora, se introducen 37 kg de n-dodecilamina disueltos en 70 kg de metanol.

Luego se añaden, mientras se agita y se mantiene la solución a 25°C, 37 kg de epíclorohidrina.

Al cabo de 2 horas de agitar a 25-30°C, se eleva la temperatura hasta 65°C y se mantiene la masa en agitación a esta temperatura 8 horas.

Después de enfriar hasta 25°C, se agregan 34,4 kg de piperazina disueltos en 75 kg de metanol.

A continuación inmediata se añaden gota a gota, en el curso de 3 horas, 18,5 kg de epíclorohidrina.

Se deja reaccionar la masa a 25-40°C durante 60 minutos, se eleva luego la temperatura hasta 60°C y se mantiene a continuación la masa reaccional a esta temperatura.

En el curso de 4 horas se añaden 24 kg de hidróxido sódico y seguidamente se mantiene la masa a 60°C durante 2 horas.

Se añaden a la masa reaccional 300 kg de benceno, se la agita durante 2 horas más y luego se la filtra en una prensa de filtro, para separar el cloruro sódico.

La solución que queda se seca por destilación, y el policondensado, después de molido y tamizado, presenta un punto de reblandecimiento de 45-50°C, una viscosidad específica de 0,23 (determinada en solución al 1% de isopropanol, a 25°C), y un tenor de nitrógeno de 13%.

283580



N O T A

28 DIC 1961

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana n° 22808/61 del 21 de diciembre de 1.961.

5. 1. Un procedimiento para aislar policondensados de nitrógeno básico, obtenidos por reacción de epíclorhidrina con una o más aminas alifáticas, primarias de C_3-C_{30} o secundarias de C_4-C_{60} , seguida por una segunda condensación, posiblemente con otra cantidad de epíclorhidrina, y por adición a la masa reaccional de un hidróxido alcalino para neutralizar el cloro iónico formado en la policondensación, procedimiento caracterizado por el hecho de que al final de la citada policondensación se añade a la masa reaccional un disolvente capaz de disolver el policondensado, pero no el cloruro sódico, que luego se separa fácilmente por filtración.
- 10.
- 15.
20. 2. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en concepto de disolventes que diluyen la masa reaccional y hacen insoluble el cloruro sódico se utilizan hidrocarburos líquidos aromáticos y dioxano.
25. 3. Un procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se aíslan policondensados preparados por reacción de 0,3 moles de octadecilamina con 1,3 moles de epíclorhidrina y 1 mol de piperazina.
30. 4. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se separa el policondensado del cloruro sódico y luego se elimina por destilación el disolvente.

283580



5. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el policondensado se use directamente en solución orgánica para preparar mezclas con polímeros sintéticos, las cuales mezclas son aptas para la producción de fibras textiles, películas; cintas, artículos moldeados y análogos, y el disolvente, después de servir para preparar la mezcla, se elimina por secado.
10. 6. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que los policondensados se obtienen en estado sólido, después de separar el disolvente, y entonces se muelen, se tamizan y se emplean en mezcla con polímeros sintéticos aptos para dar fibras textiles, películas, artículos moldeados y análogos.
15. 7. Un procedimiento para aislar policondensados de nitrógeno básico.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 8 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 20 de Diciembre de 1962

p.a.

JUAN SEBASTIÁN MORALES
P. P.

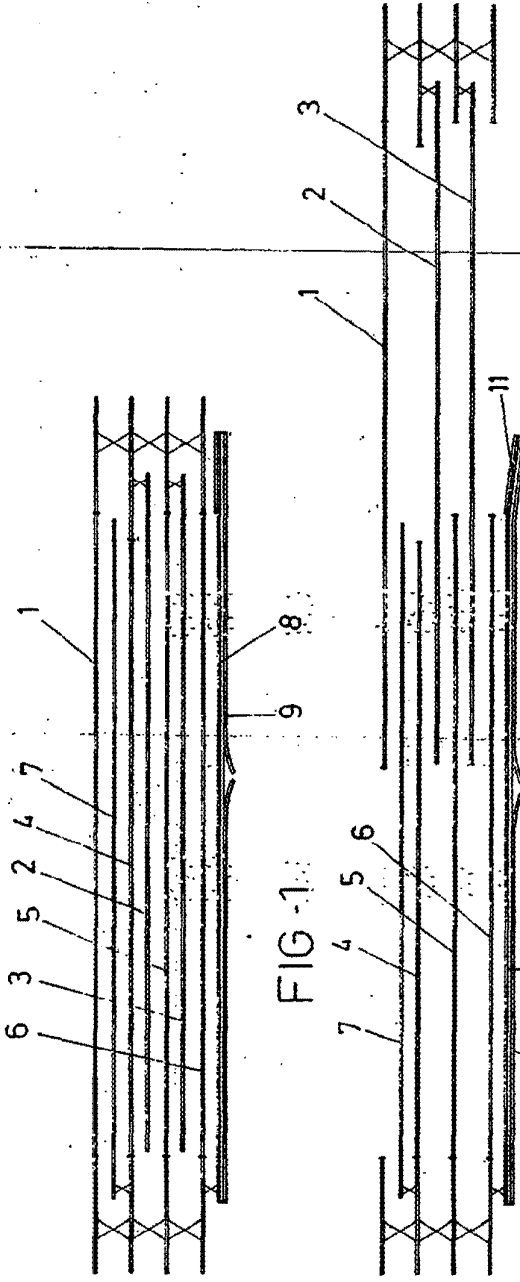


FIG-1

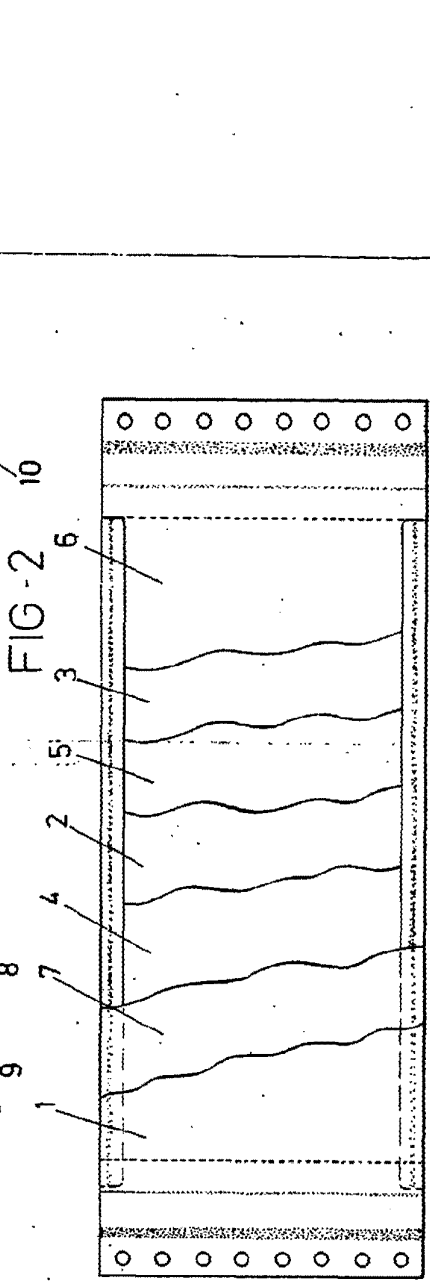


FIG-2

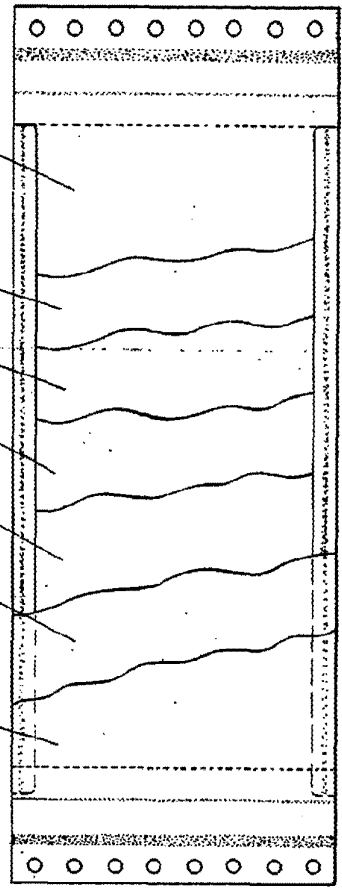


FIG-3

ESCALA VARIABLE
 Madrid, 11 de agosto de 1982
 BERNARDO INGRIGIA
 P. P.