



559940

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

ENTREPRISE MINIÈRE ET CHIMIQUE ex. OFFICE
NATIONAL INDUSTRIEL DE L'AZOTE

entidad francesa, domiciliada en Toulouse,
Francia, relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AMINAS
PENTADECILETOXILADAS"

=====

Inventor: Jean Louis Imbert

Prioridad: Solicitud de patente en Francia
nº P.V. 125.467 de fecha 23 Octubre
1967.



2300

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la preparación de mezclas particulares de aminas grasas pentadeciletoxidadas utilizables como productos auxiliares de valor para el hilado del rayón viscosa. - - - - -

5.

La adición en pequeña dosis de productos auxiliares a los baños xánticos de álcali-celulosa al objeto de aumentar la resistencia del hilo y de disminuir su hidrofilia es de práctica corriente en la industria textil. Estos productos, generalmente elegidos entre los poliglicoles, algunos derivados de amonio cuaternarios o algunas aminas se asocian al anión xantato de celulosa creando en el interior del hilo una membrana semipermeable de forma paracilíndrica que permite obtener un hinchado regular y controlado cuando tiene lugar el paso por el baño ácido. - - - - -

10.

15.

Se ha propuesto igualmente la utilización de aminas polietoxidadas a este objeto. No obstante, contrariamente a los otros campos de aplicación de estos compuestos y en particular la desemulsión de los aceites, la flotación, la lucha contra la corrosión en la industria petrolera... etc., este uso textil impone unas especificaciones rigurosas para estos productos. Así, los derivados etoxidados de las aminas de copra no fraccionadas o "totales", utilizables además sin inconvenientes, no pueden ser aplicadas al hilado de la viscosa. En efecto, algunos de sus componentes son el origen de la formación de enturbiamientos más o menos opacos en el baño alcalino

20.

25.



que perjudican el aspecto final del producto hilado, y/o de precipitados en el baño sulfúrico que ocasionan la obstrucción de las hileras. - - - - -

5. Se ha hallado, según la presente invención, que este inconveniente era totalmente evitado seleccionando las aminas grasas a etoxilar entre la monolaurilamina y las mezclas a base de monolaurilamina que contienen o no las homólogas inferiores tales como la monocaproilamina, la monocaprililamina y/o la monocaprilamina así como, eventualmente, las homólogas superiores como la monomiristilamina, la monopalmitilamina y/o la monoestearilamina. - - - - -

10. Se ha constatado que las aminas grasas de masa molar inferior o igual a 101, tal como la hexilamina normal, o la monocaproilamina, aunque si bien no eran generatrices, después de la pentadeciletoxidación, de ningún enturbiamiento o precipitado en solución alcalina o sulfúrica, presentaban una actividad hinchante con respecto a los hilos de viscosa más reducida que las homólogas superiores de la misma serie. Aunque esta característica indeseable no hiciera desear la presencia en la mezcla de homólogas polietoxiladas inferiores a la monocaprililamina, puede ser admitida en ciertos casos, en particular, para modificar las propiedades físico-químicas de algunas mezclas. - - - - -

15. La limitación superior con respecto al derivado pentadeciletoxidado de la monomiristilamina es mucho más rigurosa, la proporción de este derivado en la mezcla que debe permanecer en ausencia de homólogos superiores, inferiores a 25% con respecto al peso total. El porcentaje de éstos, tales como la monopalmitilamina y/o monoestearilamina, debe



ser estrictamente limitado a un máximo de 5% en peso a condición de que la proporción ponderal de monomiristilamina sea inferior o igual a 15%. De una manera general, se ha hallado que las mezclas según la presente invención contenían

5. la monomiristilamina, la monopalmitilamina y/o la monoestearilamina en unas proporciones ponderales respectivas x, y, z, tales que la relación $x + 2(y+z)$ sea inferior igual a 25, pudiendo ser estos factores nulos. - - - - -

La proporción de los constituyentes principales de la

10. mezcla, los derivados aminados pentadeciletóxilados puede variar, los mejores resultados obtenidos para el hilado del rayón viscosa han sido obtenidos con mezclas que presentan un contenido netamente preponderante en monolaurilamina. - -

Entre las mezclas de derivados pentadeciletóxilados de

15. las aminas que entran en el marco de la invención, se obtienen excelentes resultados aplicando a los baños de hilado de la viscosa con el producto de etoxilación de las mezclas de aminas, comercializadas por el solicitante bajo las denominaciones de STERONIA CF 92, cuya repartición media ponderal es del 3% de monocaprilamina, 92% de monolaurilamina y

20. 5% de monomiristilamina en peso, y de STERONIA CF 98 cuyo contenido ponderal medio respectivo de monocaprilamina, monolaurilamina y monomiristilamina es de 0,5, 98 y 1,5%. Este segundo producto puede ser eventualmente enriquecido por 0

25. a 30% en peso de monocaprililamina y/o monocaprilamina. - -

La etoxilación de las mezclas de aminas definidas por la invención puede efectuarse por todos los medios clásicos generalmente utilizados para condensar los radicales éter sobre las aminas grasas. Se recurre, no obstante, preferente-



mente, al óxido de etileno, siendo la reacción catalizada por hidróxidos o sales alcalinas, los metilato o etilato de sodio, el agua, etc. a unas temperaturas que varían entre 100 y 200°C según la naturaleza del catalizador. - - - - -

5. Los ejemplos siguientes se dan a título puramente ilustrativo y en modo alguno limitativo de la invención. Los criterios de calidad provistos por los productos utilizados en los ejemplos son la "compatibilidad alcalina" y la "compatibilidad sulfúrica", de las mezclas de aminas pentadeciletoxiladas en causa que permiten verificar si estos productos ocasionan o no la formación de enturbiamientos en medio alcalino o de precipitados en medio sulfúrico. - - - - -

10. El test de compatibilidad en solución sódica se efectúa adicionando a unas muestras de 4 g de aminas pentadeciletoxiladas 20,4 cm³ de soluciones acuosas de hidróxido de sodio que titula respectivamente 3,5,6,8 y 10% de NaOH en peso, colocándolas después en un termostato mantenido a 20°C. Se considera que el producto examinado satisface al test de compatibilidad alcalina cuando después de 7 días de reposo en el termostato, no aparece ninguna traza de reacción para la solución que presenta la concentración en sodio más elevada, permaneciendo el medio perfectamente límpido. - - - - -

15. El test de compatibilidad en solución sulfúrica consiste en adicionar 1 g de aminas pentadeciletoxiladas a una solución que contiene 105 g de ácido sulfúrico a 92%, 10 g de sulfato de cinc puro, 200 g de sulfato de sodio cristalizado y 685 g de agua destilada. - - - - -

20. El test de compatibilidad en solución sulfúrica consiste en adicionar 1 g de aminas pentadeciletoxiladas a una solución que contiene 105 g de ácido sulfúrico a 92%, 10 g de sulfato de cinc puro, 200 g de sulfato de sodio cristalizado y 685 g de agua destilada. - - - - -

25. El test de compatibilidad en solución sulfúrica consiste en adicionar 1 g de aminas pentadeciletoxiladas a una solución que contiene 105 g de ácido sulfúrico a 92%, 10 g de sulfato de cinc puro, 200 g de sulfato de sodio cristalizado y 685 g de agua destilada. - - - - -



Ejemplo 1

Se condensan 185 g de un grupo de aminas de copra rectificadas que contienen en peso:

- 0,5% monocaprilamina
- 5. 98,0% monolaurilamina
- 0,5% monomiristilamina

con 660 g de óxido de etileno en presencia de un catalizador a 100-200°C. La medida de los índices de amina total, primaria, secundaria y terciaria, provee las cifras respectivas de 1,215 - 0,018 - 0,008 y 1,179 lo que confirma que la condensación se ha efectuado correctamente. - - - - -

Además, la cromatografía sobre resinas intercambiadoras de iones DOWEX 50 x 12 (Ø 50 a 100 mesh) permite constatar que los poliglicoles formados por polimerización del óxido de etileno son inferiores a 5% en peso. - - - - -

Los ensayos de compatibilidad son muy satisfactorios. - -

Ejemplo 2

Se condensan con 660 g de óxido de etileno en presencia de un catalizador a 100-200°C, 185 g de una mezcla de aminas que contiene en peso:

- 3,0% monocaprilamina
- 20. 92,0% monolaurilamina
- 5,0% monomiristilamina

Los índices de amina total, primaria, secundaria o terciaria, respectivamente de 1,205 - 0,010 - 0,005 y 1,190 demuestran que la condensación se ha efectuado. - - - - -

25.



El porcentaje de poliglicoles es inferior a 5% en peso.-

Esta mezcla de aminas pentadeciletoxidadas se revela muy satisfactoria a los ensayos de compatibilidad alcalina y sulfúrica. - - - - -

5. Ejemplo 3

Se someten a etoxilación, como se ha dicho en los ejemplos precedentes, 179 g de una mezcla de aminas que contiene:

- 8,0% monocaprililamina
- 5,0% monocaprilamina
- 10. 86,6% monolaurilamina
- 0,4% monomiristilamina

en presencia de 600 g de óxido de etileno y de un catalizador.

- 15. El contenido en poliglicoles del producto es inferior a 5%. Los índices de amina total, primaria, secundaria, o terciaria, respectivamente de 1,193 - 0,059 - 0,129 y 1,003 confirman que la condensación se ha efectuado. - - - - -

Este producto satisface los test de compatibilidad. - - - - -

Ejemplo 4

- 20. Se etoxilan como anteriormente 175 g de una mezcla de aminas que contiene: - - - - -

- 5,0% monocaproilamina
- 7,0% monocaprililamina
- 8,0% monocaprilamina
- 78,0% monolaurilamina
- 25. 2,0% monomiristilamina

con 660gde óxido de etileno. - - - - -



El producto así obtenido contiene menos de 5% de poliglicoles y los índices de amina total, primaria, secundaria y terciaria, respectivamente de 1,202 - 0,030 - 0,105 y 1,067 confirman que la condensación se ha efectuado correctamente. - - - - -

Satisface los test de compatibilidad alcalina y sulfúrica.

Ejemplo 5

Se dispone una mezcla de aminas que contiene: - - - - -

- 7,0% monocaprililamina
- 10. 8,0% monocaprilamina
- 66,0% monolaurilamina
- 16,0% monomiristilamina
- 2,0% monopalmitilamina
- 1,0% monoestearilamina

15. La etoxilación de 185 g de esta mezcla con 600 g de óxido de etileno provee un producto pentadeciletoxilado cuyo contenido en poliglicoles es inferior a 5%, y que presenta unos índices de amina total, primaria, secundaria y terciaria respectivos de 1,130 - 0,008 - 0,31 y 1,091. - - - - -

20. Los test de compatibilidad de este producto son satisfactorios. - - - - -

Ejemplo 6

25. Se tratan en presencia de un catalizador de etoxilación con 600 g de óxido de etileno, 179 g de una mezcla de aminas que titula: - - - - -



2200

- 6,0% monocaprililamina
- 7,0% monocaprilamina
- 63,0% monolaurilamina
- 15,0% monomiristilamina
- 5. 5,0% monopalmitilamina
- 4,0% monoestearilamina

no entrando pues, por su composición, en el marco de la invención. - - - - -

- 10. Los índices de amina total, primaria, secundaria y terciaria que son respectivamente de 1,165 - 0,006 - 0,019 y 1,140 confirman que la condensación se ha efectuado correctamente. El contenido en poliglicoles del producto es inferior a 5%. - - - - -

- 15. Los test de compatibilidad alcalina no son satisfactorios, y se observa una reacción en la superficie al cabo de tres días. Ningún precipitado se forma cuando tiene lugar el test de compatibilidad sulfúrica. - - - - -

Ejemplo 7

- 20. Se dispone de una mezcla de aminas que presenta la repartición cromatográfica siguiente: - - - - -

- 2,0% monocaprililamina
- 5,0% monocaprilamina
- 60,0% monolaurilamina
- 17,0% monomiristilamina
- 25. 10,0% monopalmitilamina
- 5,0% monoestearilamina



La condensación se efectúa como anteriormente a partir de 195 g de esta mezcla de aminas y 660 g de óxido de etileno. - - - - -

5. Los índices de amina total, primaria, secundaria y terciaria, respectivamente de 1,184 - 0,009 - 0,042 y 1,133 permiten constatar que la condensación se ha realizado correctamente. El contenido en poliglicoles del producto es inferior a 5% en peso. - - - - -

10. El test de compatibilidad en solución sulfúrica es satisfactorio. Por el contrario, cuando tiene lugar el test de compatibilidad en solución alcalina se constata una ligera reacción en la superficie después de dos días, en las soluciones con 8 a 10% de NaOH. - - - - -

N O T A

15. Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

20. 1.- Procedimiento para la preparación de aminas pentadeciletóxiladas, en particular aminas pentadeciletóxiladas utilizables como auxiliares para el hilado de rayón viscosa, caracterizado porque se parte de aminas constituidas esencialmente por la monolaurilamina sola o en mezcla con las homólogas inferiores tales como la monocaprilamina, la monocaprililamina y/o la monocaprilamina, así como con homólogas superiores como la monomiristilamina, la monopalmilamina y/o la monoestearilamina. - - - - -



2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción ponderal respectiva x, y, z de las homólogas superiores de la monolaurilamina, satisface la relación $x + 2(y + z) \leq 25$, pudiendo ser nulos los factores x, y y/o z. - - - - -

5.

3.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AMINAS PENTADECILETOXILADAS". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

10.

BARCELONA, 23 OCT. 1968.

F. A. M. CURELL SUÑOL