



385539

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE 208 C07
SUBCLASE G B

No. 385.539

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un^a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: DIAMOND SHAMROCK CORPORATION

RESIDENCIA: 300 Union Commerce Building, CLEVE-

LAND, Ohio, U.S.A.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN PO-
LIMERO ELECTROLITICO SOLUBLE EN AGUA.

Prioridad: Patente Estadounidense n.º 877.008 del 14-11-69

MP.

385539

2



ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1. Campo de la invención

Esta invención se refiere a un procedimiento mejorado para la producción de floculantes, a un floculante mejorado producido por este procedimiento y a su empleo. Más especialmente, se produce un floculante polimérico polielectrolítico mejorado por reacción de un polímero o copolímero de acrilonitrilo con una amina primaria, una amina secundaria o una poliamina conteniendo un grupo amino primario o secundario, en presencia de agua y es utilizado para separar sólidos suspendidos de un sistema acuoso.

2. Descripción de la técnica anterior

Los polímeros polielectrolíticos como poli(acrilamida N-sustituída) han sido preparados por (a) reacción de un ácido poliacrílico o éster poliacrílico con una amina y por (b) polimerización de acrilamida N-sustituída monomérica.

El procedimiento (a) es lento y costoso porque debe prepararse un ácido poliacrílico o éster poliacrílico, hacerlo reaccionar inicialmente con una amina a temperaturas superiores a 100°C y después hacerlo reaccionar a temperaturas superiores a 200°C para obtener la poli(acrilamida N-sustituída) deseada. La reticulación ocurre cuando el ácido poliacrílico o éster poliacrílico se hace reaccionar con una poliamina a una temperatura de 200°C aproximadamente. Se forman grupos imida entre las cadenas poliacrílicas y producen polímeros poliacrílicos insolubles que no son floculantes útiles. Además, no todos los grupos éster son convertidos en grupos amida cuando se hace reaccionar un éster poliacrílico con una amina. Como los grupos éster no

385539



1 convertidos no son tan activos como los grupos amida, no
contribuyen a las propiedades floculantes del polímero tan
to como los grupos amida y en realidad pueden perjudicar la
eficacia floculante del polímero.

5 El procedimiento (b) requiere la preparación de una
acrilamida N-sustituída monomérica que después debe ser po-
limerizada. Las acrilamidas N-sustituídas monoméricas son
difíciles de preparar y purificar, especialmente si el sus-
tituyente amida deriva de una poliamina. La acrilamida mo-
10 nomérica debe ser de gran calidad y pureza si se quiere
obtener un polímero útil reproducible con propiedades con-
cordantes. Las propiedades químicas y físicas del polímero
no deben variar entre amplios límites.

COMPENDIO DE LA INVENCION

15 Se ha puesto a punto un procedimiento mejorado para
la producción de floculantes solubles en agua. El procedi-
miento implica la reacción de un polímero o un copolímero
de acrilonitrilo con una amina primaria, una amina secunda-
ria o una poliamina conteniendo un grupo amino primario o
20 secundario, en presencia de agua, para obtener un floculan-
te polimérico polielectrolítico, soluble en agua, mejorado,
que es el producto de reacción de un polímero o copolímero
de acrilonitrilo, una amina y agua. El término "floculante
soluble en agua" en el sentido utilizado aquí incluye los
25 floculantes solubles en agua, solubles en alcohol y/o dis-
persables en agua. El floculante mejorado es útil en la se-
paración de sólidos suspendidos de sistemas acuosos como
dispersiones, suspensiones, papillas y similares, en indus-
trias muy diversas, tales como preparación de minerales, fa-
30 bricación de papel, transformaciones químicas, tratamiento

385539



1 de aguas residuales, como tratamiento de lodos de aguas re-
siduales crudas o digeridas, auxiliares de drenaje y desagüe, cla-
rificación de aguas, procesado de alimentos, procesado de
productos lácteos y similares.

5 Un objeto de la presente invención es proporcionar
un procedimiento mejorado para producir un floculante po-
limérico polielectrolítico. Otro objeto es proporcionar un
floculante mejorado por reacción de un polímero o un copo-
límico de acrilonitrilo con una amina primaria, una amina
10 secundaria o una poliamina, en presencia de agua. Todavía
otro objeto es proporcionar un procedimiento mejorado para
la separación de sólidos suspendidos de sistemas acuosos
utilizando el floculante mejorado. Otros objetos se pon-
drán en evidencia en la descripción detallada dada a con-
15 tinuación. Sin embargo, pretendemos que esta descripción
detallada y los ejemplos específicos no limiten la inven-
ción ya que simplemente indican las realizaciones preferi-
das de la misma puesto que los expertos en la técnica ob-
servarán que se pueden introducir varios cambios y modifi-
caciones dentro del alcance de la invención.

20 DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

El procedimiento mejorado de la presente invención
implica la siguiente reacción de un grupo nitrilo (-CN) en
una unidad acrilonitrilo de un polímero o copolímero acri-
lonitrílico con una amina primaria, una amina secundaria o
25 una poliamina, en presencia de agua:

385539



1

5

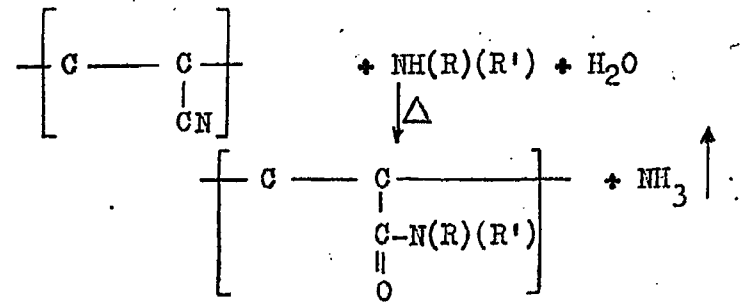
10

15

20

25

30



donde R es un grupo alquilo, alcoxi, alquilalcoxi, alcohol, aminoalquilo, amino-aza-alquilo o similares y R' es hidrógeno, un grupo alquilo, alcoxi, alquilalcoxi, alcohol, aminoalquilo, amino-aza-alquilo o similares. Si se desea, R y R' pueden estar unidos para formar una estructura heterocíclica con el átomo de nitrógeno al que están enlazados.

Se hacen reaccionar por lo menos 0,8 moles de una amina primaria, una amina secundaria o una poliamina conteniendo un grupo amino primario o secundario y por lo menos 0,2 moles de agua, a una temperatura de 80°C como mínimo durante media hora como mínimo, con cada grupo nitrilo (-CN) presente en el polímero o copolímero acrilonitrílico. Por cada grupo nitrilo presente en el polímero o copolímero de acrilonitrilo se hacen reaccionar alrededor de 0,8 a 20 moles de amina y alrededor de 0,2 a 15 moles de agua, a una temperatura comprendida entre 80°C y 25°C aproximadamente y durante unas 0,5 a 40 horas.

Este procedimiento tiene la ventaja adicional de que uno de los grupos aminos primarios terminales presentes en una poliamina que contenga por lo menos dos grupos aminos primarios terminales puede reaccionar con el grupo nitrilo sin que reaccionen otros grupos aminos primarios de

385539



1 forma que puede obtenerse un producto de reacción de un po-
límico o copolímero acrilonitrílico conteniendo por lo me-
nos un grupo amino primario terminal libre o sin reaccionar.
Así, puede prepararse un polímero polielectrolítico soluble
5 en agua, que se supone que es una poli(acrilamida N-susti-
tuída) con un grupo amino primario terminal libre o sin
reaccionar, por reacción de un polímero o copolímero de
acrilonitrilo con una poliamina como etilendiamina, dieti-
lentríamina o similares, en presencia de agua.

10 Ha resultado completamente inesperado que la reac-
ción sobre la que se basa el procedimiento sea tan selecti-
va que puede ser utilizada para producir un producto de reac-
ción soluble en agua de un polímero o copolímero acriloni-
trílico y una poliamina con un grupo amino primario termi-
15 nal, libre o sin reaccionar. Los dos grupos aminos prima-
rios terminales en una poliamina como etilendiamina o dieti-
lentríamina se consideran equivalentes y de igual reactivi-
dad. Estas poliaminas son polifuncionales. La predicción
lógica sería que ambos grupos aminos reaccionarían con igual
20 facilidad y sería de esperar que se formara un producto de
reacción reticulado o cíclico. Los productos de reacción
obtenidos por este procedimiento, cuando se utilizan poli-
aminas que contienen por lo menos dos grupos aminos prima-
rios terminales, no habría podido predecirse basándose en
25 la técnica anterior y son inesperados.

En esta invención puede utilizarse cualquier políme-
ro o copolímero de acrilonitrilo, que formará un producto
soluble en agua por reacción con una amina primaria, una
amina secundaria o una poliamina conteniendo un grupo amino
30

385539

29 MAR



1
5
10
15
20
25
30

primario o secundario, en presencia de agua, en el procedimiento anterior. Pueden utilizarse homopolímeros de acrilonitrilo con un peso molecular numeral medio comprendido entre 500 y 5.000.000 aproximadamente. Son especialmente útiles los polímeros con un peso molecular alrededor de 12.000 a 1.100.000. También pueden utilizarse copolímeros de acrilonitrilo con pesos moleculares situados en los intervalos superiores. Estos copolímeros deben contener suficiente acrilonitrilo para formar un producto soluble en agua o dispersable en agua por reacción con una amina. Por ejemplo, un copolímero puede contener alrededor del 25 % en peso de acrilonitrilo y tener un peso molecular dentro de los intervalos antes mencionados. Los copolímeros útiles son los copolímeros de acrilonitrilo derivados de comonomeros como olefinas, olefinas halogenadas, ésteres acrílicos, amidas acrílicas, ácidos acrílicos, estirenos, ésteres vinílicos, éteres vinílicos y similares. Los comonomeros específicos son etileno, propileno, isopreno, butadieno, cloruro de vinilo, estireno, éter metil-vinílico, acetato de vinilo, acrilato de metilo, metacrilato de metilo o similares. El término polímeros y copolímeros de acrilonitrilo incluye los polímeros y copolímeros de metacrilonitrilo.

Los polímeros y copolímeros acrilonitrílicos citados han sido descritos en numerosas patentes y publicaciones. Son muy conocidos en la técnica.

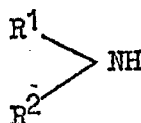
Puede utilizarse cualquier amina primaria, amina secundaria o poliamina que reaccionará con los polímeros o copolímeros de acrilonitrilo anteriores para formar un pro-



385539

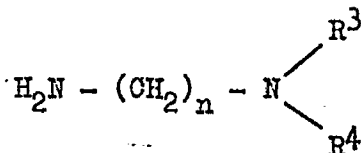
1 dueto de reacción soluble en agua, útil como floculante.
 Las aminas adecuadas son aquéllas que contienen de 1 a 10
 átomos de carbono aproximadamente. La amina puede ser: (a)
 una amina primaria o secundaria simple, (b) una poliamina
 5 con un grupo amino primario o secundario o (c) una amina
 primaria o secundaria como una alcanolamina o alcoxiamina
 conteniendo un grupo amino primario o secundario. El tér-
 mino poliamina en el sentido utilizado aquí incluye las
 10 diaminas con uno o más grupos aminos primarios o secunda-
 rios.

Pueden emplearse aminas primarias o secundarias sim-
 ples de fórmula



15 donde R^1 es alquilo o hidrógeno y R^2 es alquilo. Entre las
 aminas útiles citaremos la monoetilamina, dimetilamina,
 monoetilamina, dietilamina, mono-isopropilamina, n-propil-
 amina, n-butilamina, etilmetilamina, etilpropilamina, me-
 20 tilpropilamina y similares.

Pueden utilizarse poliaminas con un grupo amino pri-
 mario o secundario entre las que se encuentran las diami-
 nas de fórmula

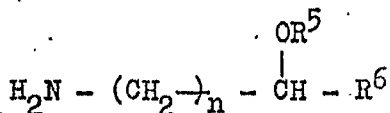


25 donde n es 2 ó 3; R^3 es hidrógeno, alquilo o alcohol; R^4 es
 hidrógeno, alquilo, alcohol o aminoalquilo y R^3 y R^4 pue-
 30 den estar unidos para formar una estructura cíclica tal



1 como $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ o similares. Otras
 poliaminas útiles son la etilendiamina, dietilentriamina,
 éter di(2-aminoetílico), 3-aminopropilmorfolina, N-(3-amino-
 5 propil)dietanolamina, N-metil-etilendiamina, N,N-dimetil-
 etilendiamina, N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, N-metil-1,3-
 propanodiamina, N-(2-aminoetil)etanolamina, N-(2-aminoetil)-
 isopropanolamina, 1,3-propanodiamina y similares.

Pueden emplearse alcanolaminas y alcoxiaminas de
 fórmula



10 donde n es 1 ó 2; R^5 es alquilo o hidrógeno y R^6 es alqui-
 lo o hidrógeno. Las alcanolaminas y alcoxiaminas útiles son
 monoetanolamina, mono-isopropanolamina, metoxipropilamina,
 15 etoxipropilamina, metoxietilamina, etoxietilamina, metoxi-
 metilamina, etoximetilamina, 3-amino-1-propanol (propanol-
 amina), 2-amino-1-propanol y similares. Otras aminas útiles
 son la dietanolamina, hidroxilamina, o-metilhidroxilamina y similares.

20 Los productos de reacción solubles en agua de po-
 límeros o copolímeros acrilonitrílicos con aminas primarias,
 aminas secundarias o poliaminas, obtenidas por el procedimien-
 to de esta invención, han resultado ser floculantes alta-
 mente efectivos en los procedimientos en los que se agrega
 25 una cierta cantidad floculante del producto de reacción a
 un sistema acuoso que contiene sólidos en suspensión. Por
 cantidad floculante se entiende la cantidad de producto de
 reacción que, cuando se añade a una dispersión, suspensión
 o papilla de sólidos suspendidos en un sistema acuoso, es
 30 suficiente para flocular, precipitar o coagular los sólidos



1

suspendidos. La cantidad del producto de reacción requerida para flocular los sólidos suspendidos presentes en un sistema acuoso está determinada en parte por la naturaleza de los sólidos, el tamaño de partícula de los sólidos, las impurezas o contaminantes presentes en los sólidos suspendidos, la presencia y naturaleza de sólidos inertes en el sistema acuoso, la cantidad de sólidos presentes en el sistema acuoso y otros factores. Normalmente son adecuadas alrededor de 0,1 ppm a 50 ppm del producto de reacción para flocular, precipitar o coagular los sólidos suspendidos presentes en un sistema acuoso. El contenido en sólidos del sistema acuoso puede variar aproximadamente entre 0,5 ppm en peso y alrededor del 30 % en peso, calculado sobre el peso total del sistema acuoso. Estos sistemas acuosos comprenden las aguas corrientes turbias cuando estos productos de reacción se utilizan para eliminar la turbidez que puede ser producida por la presencia de cantidades muy pequeñas de sólidos en suspensión.

5

10

15

20

Para conseguir la eficiencia óptima con un floculante polimérico polielectrolítico de la presente invención, el floculante debe estar distribuido uniformemente en el seno del sistema acuoso. La distribución uniforme del floculante en el sistema acuoso puede conseguirse empleando una solución del floculante tan diluida como resulte práctica sin producir una superdilución del sistema en tratamiento. Debe entenderse que el floculante puede ser disuelto o dispersado en el sistema acuoso. Sin embargo, el floculante puede ser agregado en forma sólida o como solución

25

30



1

5

10

15

20

25

30

concentrada siempre que se obtenga una distribución uniforme del floculante en el sistema acuoso. El floculante debe ser agregado al sistema acuoso mediante un procedimiento que garantice una distribución uniforme. Por ejemplo, puede añadirse una solución diluida del floculante al sistema y agitarse la mezcla resultante para obtener una distribución uniforme del floculante, pero con una energía de cizallamiento que no sea suficientemente alta para romper los agregados coloidales. El floculante puede ser agregado al sistema mientras este último está siendo circulado durante su procesado. Después de que el floculante ha sido uniformemente mezclado con el sistema acuoso y se ha detenido la circulación, se produce la aglomeración o agregación de los sólidos suspendidos presentes en el sistema. Los aglomerados o agregados resultantes se separan entonces de la fase acuosa y pueden ser eliminados por sedimentación, flotación, filtración o similares.

Los floculantes poliméricos polielectrolíticos de esta invención pueden ser utilizados en sistemas acuosos a cualquier temperatura comprendida entre un valor superior al punto de congelación del líquido y el punto de ebullición del líquido. Si se desea, el floculante puede ser utilizado a temperaturas superiores al punto de ebullición del sistema acuoso siempre que el proceso se realice bajo una presión suficiente para mantener agua presente en el sistema acuoso en fase líquida. Los floculantes se utilizan normalmente en sistemas acuosos a temperaturas superiores a 32°F (0°C) y hasta de 110°F (43°C). La única limitación sobre la temperatura es la necesidad de trabajar en

385539

29



1

5

10

15

20

25

30

un sistema acuoso fluido.

Estos polímeros polielectrolíticos solubles en agua pueden ser utilizados para flocular, precipitar y coagular una amplia variedad de materia sólida suspendida en sistemas acuosos como dispersiones, suspensiones, papillas y similares. Pueden ser utilizados como único floculante o en combinación con floculantes convencionales como alumbres, sulfato de aluminio, cloruro cálcico, cal, sales de hierro, cola, gelatinas, almidones, derivados de celulosa y similares. Estos polímeros polielectrolíticos solubles en agua pueden ser empleados para clarificar el agua para fines domésticos e industriales; en los procesos de floculación, sedimentación, espesamiento y deshidratación utilizados en la flotación, concentración y deslave de minerales; en el procesado de los licores procedentes de la lixiviación de materias minerales o gangas con agua o con soluciones de ácidos, álcalis, cianuros y similares; en la separación de precipitados químicos del agua, tales como aquellos que se encuentran finamente dispersados en sales solubles de calcio, magnesio y uranio; en el procesado de diversos sistemas acuosos industriales entre los que se encuentran los empleados en electrodeposición, fabricación de papel, procesado de papel, desentintado, curtido, productos alimenticios y textiles, procesado de productos lácteos; también en el procesado de los desechos de minas y efluentes de plantas de tratamiento de arena, grava, materiales de cemento, minerales de hierro, hulla, minerales de cinc, mineral de uranio y fosforita, desperdicios textiles, residuos domésticos e industriales, desperdicios de fundición, así como suspensiones producidas en el procesado de diver-



385539

1 sas arcillas industriales, cargas, materiales de revesti-
miento, amianto, óxidos metálicos, pigmentos y similares.

5 Los floculantes solubles en agua de esta invención
mejoran las velocidades de sedimentación y filtración cuan-
do los sistemas acuosos anteriores son desprovistos del
agua por métodos de sedimentación o filtración. Además, la
manipulación de los subproductos de sedimentación y fil-
tración, como tortas del filtro y productos exentos de agua,
mejora considerablemente porque los subproductos están más
10 concentrados y pueden ser extraídos fácilmente del equipo.
Una aplicación útil es la filtración de los lodos de las
aguas residuales.

15 Las materias sólidas que pueden ser floculadas o
coaguladas con los polímeros polielectrolíticos de esta in-
vención son la fosforita, dióxido de titanio básico, caolín,
montmorillonita y grupos de la illita o hidromica, haloisi-
ta, limonita, dolomita, pizarra pulverizada, amianto, car-
bonato cálcico, cloruro sódico, sulfato de hierro, sulfato
de aluminio, carbonato sódico, bicarbonato sódico, otros
20 óxidos, sales, arcillas y similares así como subproductos,
residuos y similares del procesado químico, fabricación de
papel, minería hidráulica y similares. Otros sólidos ade-
cuados son las arcillas como caolinita, bentonitas, es de-
cir bentonitas de sodio, potasio, litio, calcio u otras,
25 atapulgita, hectorita, montronita, beidelita, saponita,
natrita, tierra de Fuller, anauxita, dickita, sericita y
similares. Estos sólidos se encuentran en forma de suspen-
siones, dispersiones o papillas acuosas o similares.

30 Los floculantes descritos en la presente invención
presentan otras ventajas. Son útiles dentro de una amplia

385539



1 gama de pH y dan buenos resultados en la gama de pH utili-
zada en las operaciones de recuperación de minerales. Tam-
bién dan buenas velocidades de floculación, sedimentación
y/o filtración con o sin la adición de otros electrolitos.
5 Con frecuencia se encuentran presentes electrolitos solu-
bles en el mineral en las operaciones comerciales de recu-
peración de minerales y pueden haber sido añadidos otros
electrolitos.

10 Estos floculantes polielectrolíticos solubles en
agua pueden ser empleados también en la floculación de só-
lidos como materiales orgánicos poliméricos suspendidos en
sistemas acuosos. Los floculantes pueden ser utilizados pa-
ra flocular caucho natural, caucho sintético, otras resi-
nas y polímeros naturales así como otras resinas y políme-
ros sintéticos. El caucho natural, el caucho sintético y
15 las resinas son empleados con frecuencia en forma de látex
o emulsión en la fabricación de papel, operaciones textiles
y similares y grandes cantidades de agua están contaminadas
con estos materiales. El agua contaminada debe ser clarifi-
cada y purificada por floculación, precipitación y/o coagu-
20 lación de los sólidos suspendidos antes de que pueda ser
descargada como efluente o ser utilizada de nuevo.

25 Los floculantes de esta invención son especialmente
útiles en la separación de cargas y finos de las aguas de
procesado en la fabricación de papel. Cuando el material
para la fabricación de papel pasa al alambre de Fourdriner
a una consistencia de 0,5 a 1,0 %, el agua procedente de
este material que atraviesa las mallas del alambre arras-
tra consigo un cierto porcentaje de fibras finas. Este agua
30 es conocida por agua blanca. El agua blanca pasa a las



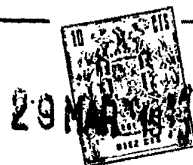
1 escurrideras, bandejas o fosos situados debajo del alambre y después vuelve de nuevo a la caja mezcladora donde es utilizada para diluir nuevo material que está siendo suministrado a la máquina.

5 El contenido en fibras del agua blanca varía considerablemente con el carácter del material. Cuando se utilizan pulpas sulfíticas u otras pulpas químicas de fibra larga con poco o nada de carga, el agua blanca contendrá un pequeño porcentaje de fibras pequeñas; pero cuando se
10 utiliza una cantidad considerable de madera molida u otras pulpas de fibra corta, el agua blanca contendrá un mayor porcentaje de fibras.

15 Es esencial que el agua blanca sea utilizada de nuevo siempre que ésto sea posible en el proceso de fabricación de papel, por ejemplo en la máquina de papel (alambreres, fieltros y similares), fluidificación del material procedente de las máquinas mojadas y que pasa a las cribas, regaderas de las cribas, lavado y mojado del material en los pozos inyectores. La reutilización del agua blanca reduce las pérdidas de fibras, el consumo de agua en la fábrica y los problemas de contaminación causados por la descarga del agua en las fuentes de agua potable.

20 Sin embargo, ciertas condiciones especiales en la fábrica de papel pueden impedir o reducir materialmente la reutilización del agua blanca, a no ser que este agua sea tratada antes de ser utilizada de nuevo. Por ejemplo, en la
25 manufactura de papeles de filtro muy absorbentes y purificados, el agua blanca que contiene pequeñas fibras no puede ser utilizada de nuevo porque estas fibras pequeñas y
30

385539



1 otras pequeñas partículas coloidales obstruirían los capi-
lares y reducirían la absorbencia del papel de filtro. Aná-
logamente, una fábrica que produzca diferentes papeles muy
5 coloreados, cargados y encolados, no puede utilizar de nue-
vo el agua blanca de un tipo o color de papel en una máqui-
na que produzca otro tipo o color o en la misma máquina
después de haber cambiado el surtido. Bajo ciertas condicio-
nes, los floculantes de esta invención pueden ser utiliza-
dos para reducir o minimizar el color soluble en el agua
10 blanca. Asimismo, estos floculantes pueden ser fijados a
un substrato coloidal floculado para formar un absorbente
que es bastante efectivo para separar algunos cuerpos co-
loreados solubles del agua blanca.

15 Los floculantes solubles en agua de esta invención
han sido evaluados en el tratamiento del agua blanca en la
fabricación de papel y en el tratamiento de aguas residua-
les. Se ha encontrado que son floculantes efectivos en am-
bas aplicaciones. En los ejemplos dados a continuación se
encuentran detalles adicionales de los resultados obtenidos
20 en los ensayos con estos floculantes en ambas aplicaciones.

También remitimos a los ejemplos para una compren-
sion más completa de la naturaleza y objeto de esta inven-
cion. Los ejemplos se incluyen simplemente para ilustrar
25 la invención y no deben ser considerados en un sentido li-
mitativo. Todas las cantidades, partes y proporciones se
dan en peso y todas las temperaturas en °C; salvo indica-
cion en contrario.

385539



EJEMPLO 1

Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

Se hacen reaccionar poliacrilonitrilos con diferentes pesos moleculares numerales medios con N,N-dimetil-1,3-propanodiaminas en presencia de agua, para obtener los productos de reacción descritos en los Ejemplos 1-5.

Una papilla bien agitada de 25 g (0,47 moles) de poliacrilonitrilo de peso molecular numeral medio 12.000, 7 g (0,39 moles) de agua y 205 g (2,0 moles) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta a 117-125°C durante 16 horas para obtener una solución homogénea. Separando el exceso de amina de la solución por destilación a vacío se obtiene un polímero polielectrolítico soluble en agua que es el producto de reacción de un poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina.

EJEMPLO 2

Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

Una papilla bien agitada de 26,5 g (0,50 moles) de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 70.000, 5,3 g (0,29 moles) de agua y 123 g (1,2 moles) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta a 111-124°C durante 18 horas para obtener una solución homogénea. Durante las 10 últimas horas de calefacción se añaden 60 g (3,3 moles) de agua. Separando la amina en exceso y el agua de la solución por destilación a vacío se obtiene un aceite viscoso que posteriormente se disuelve en metanol para obtener una solución. Separando el metanol de la solución se obtienen 67,4 g de un polímero polielectrolítico soluble

385539

29



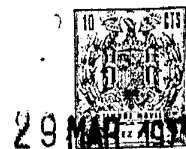
1 en agua, que es el producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina.

EJEMPLO 3

5 Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

10 (A) Un reactor de 10 galones (37,8 litros) se carga con 2,28 kg de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 140.000, 0,65 kg de agua y 23,3 kg de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina. La mezcla se calienta a 109°C durante 16 horas, con intensa agitación, para obtener una solución homogénea. Los volátiles se separan de la solución a presión reducida obteniéndose 6,00 kg de un polímero polielectrolítico soluble en agua, que es el producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina.
15

20 (B) Una mezcla de 15,0 g (0,28 moles) de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 140.000, 4,2 g (0,23 moles) de agua y 120 g (1,90 moles) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta con agitación a una temperatura del calderín de 115-120°C y una temperatura del baño de aceite de 134°C, durante 16 horas. La amina en exceso que no ha reaccionado se separa a presión atmosférica y el residuo, que es el producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta a una temperatura del baño de aceite de 243°C durante 7,5 horas. Transcurrido este periodo de calefacción, el producto de reacción es completamente soluble en agua. Un análisis de nitrógeno del producto de reacción se encuentra dentro de los límites esperados calculados para el producto de reacción.
25
30



EJEMPLO 4

Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propano-
diamina

Una papilla bien agitada de 26,7 g (0,51 moles) de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 610.000, 6,7 g (0,37 moles) de agua y 102 g (1,0 moles) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta a 100-105°C durante 16,75 horas para obtener una solución homogénea. Separando los volátiles de la solución por destilación a presión reducida, se obtienen 84,6 g del producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, un polímero polielectrolítico soluble en agua.

EJEMPLO 5

Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propano-
diamina

Una papilla bien agitada de 25 g (0,47 moles) de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 640.000, 7 g (0,39 moles) de agua y 205 g (2,0 moles) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta a 116-125°C durante 16 horas para obtener una solución homogénea. Separando la amina en exceso y otros volátiles de la solución por destilación a presión reducida, se obtiene el producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, un polímero polielectrolítico soluble en agua.

EJEMPLO 6

Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propano-
diamina empleando un disolvente inerte

Una papilla bien agitada de 26,5 g (0,50 moles) de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 140.000, 9,8 g (0,54 moles) de agua, 78,1 g (0,77 moles)

385539



20

1 de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina y 130 ml de xileno, se
calienta a 100-110°C durante 22 horas para obtener una so-
lución homogénea. Separando el exceso de amina que no ha
reaccionado y el xileno de esta solución, se obtiene un
5 polímero soluble en agua, que es el producto de reacción
de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina.

EJEMPLO 7

Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propano-
diamina en ausencia de agua

10 Esta preparación indica que la reacción de poliacri-
lonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina en ausencia
de agua da lugar a una mezcla de reacción insoluble en
agua.

15 Una papilla bien agitada de 25 g (0,47 moles) de po-
liacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de
70.000, secado a vacío, y 123 g (1,2 moles) de N,N-dimetil-
1,3-propanodiamina, se calienta a reflujo (135°C) con agi-
tación, en ausencia de agua, durante 20 horas. Transcurri-
do este periodo de reacción, la mezcla de reacción es to-
20 davía insoluble en agua. La cantidad de sólidos que se sepa-
ra de la mezcla de reacción cuando se detiene el agitador
es aproximadamente igual a la cantidad de poliacrilonitrilo
cargado inicialmente e indica que no tiene lugar la reac-
ción.

EJEMPLO 8

Reacción de poliacrilonitrilo con monoetanolamina

25 El poliacrilonitrilo utilizado en los Ejemplos 8-19
tiene un peso molecular numeral medio de 140.000. Una papi-
lla de 306 g (5,0 moles) de monoetanolamina, 25,0 g (0,47
30 moles) de poliacrilonitrilo y 7,3 g (0,40 moles) de agua,

385539



1 se calienta a 110-123°C durante 1,25 horas (se requiere al-
rededor de 0,5 horas para que se produzca la disolución).
La solución homogénea resultante se destila a presión re-
ducida hasta que se han separado todos los productos volá-
5 tiles, obteniéndose un residuo oleoso amarillo. Este resi-
duo es el producto de reacción de poliacrilonitrilo y mono-
etanolamina, un polímero polielectrolítico soluble en agua.
El residuo se disuelve en agua suficiente para formar una
solución al 10 % en peso.

10 EJEMPLO 9

Reacción de poliacrilonitrilo con N-(3-aminopropil)dieta-
nolamina

Una papilla bien agitada de 25 g (0,47 moles) de po-
liacrilonitrilo, 0,9 g (0,05 moles) de agua y 449,3 g
15 (2,8 moles) de N-(3-aminopropil)dieta-nolamina, se calien-
ta a 121-130°C durante 17 horas para obtener una solución
homogénea. La mezcla homogénea así obtenida se disuelve en
metanol. Por adición de éter, con agitación, el polímero
polielectrolítico soluble en agua, que es el producto de reac-
ción de poliacrilonitrilo y N-(3-aminopropil)dieta-nolamina,
20 se separa de la solución metanólica.

EJEMPLO 10

Reacción de poliacrilonitrilo con N-(2-aminoetil)etanol-
amina

25 Una papilla de 26,5 g (0,50 moles) de poliacriloni-
trilo, 6,1 g (0,34 moles) de agua y 244,4 g (2,3 moles) de
N-(2-aminoetil)etanolamina, se calienta a 130°C durante
16 horas para obtener una solución homogénea. El exceso de
amina y otros productos volátiles se separan de la solu-
30 ción resultante, obteniéndose un producto de reacción semi-



385539

1 sólido amarillo que después se disuelve en metanol. Por
dilución de la solución metanólica con éter se separa el
polímero de la solución. El polímero, que es el producto
de reacción deseado de poliacrilonitrilo y N-(2-aminoetil)-
5 etanolamina, es un polielectrolito soluble en agua.

EJEMPLO 11

Reacción de poliacrilonitrilo con N-(3-N-aminopropil)-mor-
folina

10 Una papilla de 26,5 g (0,50 moles) de poliacriloni-
trilo seco, 3,1 g (0,17 moles) de agua y 216 g (1,5 moles)
de N-(3-aminopropil)morfolina, se calienta con agitación
a 123-133°C durante 18 horas para obtener una solución ho-
mogénea. Los productos volátiles se separan de la solución
a presión reducida para obtener un residuo viscoso que des-
15 pués se disuelve en metanol. Por adición de éter a la solu-
ción metanólica se separa de la solución el producto de
reacción de poliacrilonitrilo y N-(3-aminopropil)morfo-
lina, que es el polímero polielectrolítico deseado. El
producto se recoge por decantación y después se seca a va-
20 cío. Se obtiene un rendimiento de 78 g. El polímero es so-
luble en agua.

EJEMPLO 12

Reacción de poliacrilonitrilo con mono-isopropanolamina

25 Una papilla bien agitada de 25 g (0,47 moles) de po-
liacrilonitrilo, 5,6 g (0,31 moles) de agua y 434 g (5,8
moles) de mono-isopropanolamina, se calienta a 120°C duran-
te 17 horas para obtener una solución transparente. El ex-
ceso de amina y otros productos volátiles se separan de la
solución por destilación a presión reducida para recuperar
30 el producto de reacción en forma de un residuo. El residuo

385539



1 resultante se disuelve en metanol para obtener una solu-
ción metanólica. Separando el metanol en un evaporador ro-
tatorio, se obtienen 75,8 g de un polímero polielectrolíti-
tico soluble en agua, que es el producto de reacción de-
5 seado de poliacrilonitrilo y mono-isopropanolamina.

EJEMPLO 13

Reacción de poliacrilonitrilo con 1-(2-aminoetilamino)-2-
propanol

10 Una papilla bien agitada de 15,0 g (0,28 moles) de
poliacrilonitrilo, 6,9 g (0,38 moles) de agua y 405 g
(3,4 moles) de 1-(2-aminoetilamino)-2-propanol, se calien-
ta a 128°C durante 16 horas para formar una solución homo-
génea. El exceso de amina y otros productos volátiles se
separan de la solución a presión reducida para obtener un
15 aceite pardo viscoso que después se disuelve en metanol.
Los volátiles se destilan después de la solución metanóli-
ca en un evaporador rotatorio dando 59 g de un aceite pardo
viscoso que es completamente soluble en agua. El aceite es
el producto de reacción de poliacrilonitrilo y 1-(2-amino-
20 etilamino)-2-propanol, que es el polímero polielectrolíti-
co deseado.

EJEMPLO 14

Reacción de poliacrilonitrilo con 3-metoxipropilamina

25 Una papilla bien agitada de 15 g (0,28 moles) de po-
liacrilonitrilo, 3,1 g (0,17 moles) de agua y 354 g (3,98
moles) de 3-metoxipropilamina, se calienta a 100-112°C du-
rante 17 horas para obtener una solución homogénea. Los pro-
ductos volátiles se separan de la solución por destilación
a presión reducida para recuperar el producto de reacción
30 en forma de un residuo. El residuo se disuelve después en



1 metanol y la solución metanólica resultante se concentra
en un evaporador rotatorio a presión reducida para obte-
ner 48,7 g de un aceite pardo viscoso que es un polímero
polielectrolítico soluble en agua, el producto de reacción
5 deseado de poliacrilonitrilo y 3-metoxipropilamina.

EJEMPLO 15

Reacción de poliacrilonitrilo con dietanolamina

Una papilla bien agitada de 15 g (0,28 moles) de po-
liacrilonitrilo, 4,3 g (0,24 moles) de agua y 368 g (3,5
10 moles) de dietanolamina, se calienta a 151-170°C durante
24 horas para obtener una solución homogénea. La solución
transparente resultante se destila a presión reducida para
separar la amina en exceso y después se concentra para re-
cuperar el producto en forma de sólido pardo. El producto
15 es un polímero polielectrolítico completamente soluble en
agua, que es el producto de reacción deseado de poliacrilo-
nitrilo y dietanolamina.

EJEMPLO 16

Reacción de poliacrilonitrilo con dimetilamina

Una papilla de 360 g (8,0 moles) de dimetilamina,
50 g (94 moles) de poliacrilonitrilo y 180 g (10 moles) de
20 agua, se calienta a 180°C durante 19 horas, con intensa agi-
tación, en un autoclave de acero inoxidable a la presión
autógena. La solución homogénea resultante se evapora a
25 sequedad empleando el vacío de la trompa de agua para obte-
ner un sólido amarillo pálido que es un polímero polielec-
trolítico soluble en agua, el producto de reacción de poli-
acrilonitrilo y dimetilamina.



385539

EJEMPLO 17

Reacción de poliacrilonitrilo con monometilamina

Una papilla de 50 g (0,94 moles) de poliacrilonitrilo, 180 g (10 moles) de agua y 360 g (11,6 moles) de monometilamina, se calienta con intensa agitación a 180°C, durante 20 horas, en un autoclave de acero inoxidable a la presión autógena (900 psig, 63 kg/cm² manométricos). La solución homogénea resultante se evapora a sequedad con el vacío de la trompa de agua dando el producto de reacción en forma de sólido amarillo pálido que es fácilmente soluble en agua. El producto de reacción de poliacrilonitrilo y monometilamina es un polímero polielectrolítico soluble en agua.

EJEMPLO 18

Reacción de poliacrilonitrilo con dietilentriamina

Una papilla de 15,0 g (0,28 moles) de poliacrilonitrilo seco, 4,7 g (0,26 moles) de agua y 188,4 g (1,8 moles) de dietilentriamina, se calienta con buena agitación a 114-118°C, durante 16 horas, para obtener una solución homogénea que se destila a presión reducida para separar los productos volátiles. El residuo se disuelve después en metanol y la solución metanólica resultante se destila en un evaporador rotatorio dando 63,2 g de un semi-sólido viscoso oscuro que es un polímero polielectrolítico completamente soluble en agua, el producto de reacción de poliacrilonitrilo y dietilentriamina.

EJEMPLO 19

Reacción de poliacrilonitrilo con etilendiamina

Una papilla bien agitada de 225,0 g (3,7 moles) de etilendiamina, 15,0 g (0,28 moles) de poliacrilonitrilo y

385539



1 4,3 g (0,24 moles) de agua, se calienta a 110-116°C duran-
te 17 horas para obtener una solución homogénea. La solu-
ción resultante se destila a presión reducida para separar
5 el exceso de amina y después se concentra para recuperar
el producto en forma de un residuo sólido pardo oscuro que
pesa 36,0 g. El producto es un polímero polielectrolítico
completamente soluble en agua, el producto de reacción de-
seado de poliacrilonitrilo y etilendiamina.

EJEMPLO 20

10 Reacción de un copolímero de 36 % en peso de acrilonitrilo-
cloruro de vinilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

15 Una papilla bien agitada de 60 g (1,16 moles) de un
copolímero de acrilonitrilo y cloruro de vinilo, 7 g (0,39
moles) de agua y 499 g (3,84 moles) de N,N-dimetil-1,3-
propanodiamina, se calienta a 116-125°C durante 16 horas
para obtener una solución homogénea. Separando el exceso
de amina y otros productos volátiles de la solución por
destilación a presión reducida, se obtiene el producto de
reacción del copolímero de acrilonitrilo - cloruro de vini-
20 lo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, un polímero polielec-
trolítico completamente soluble en agua.

EJEMPLO 21

25 Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propano-
diamina

30 Una papilla bien agitada de 25 g (0,47 moles) de po-
liacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de
1.200.000, 7 g (0,39 moles) de agua y 204 g (2,0 moles) de
N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, se calienta a 120°C duran-
te 17 horas para obtener una solución homogénea. Separando
los productos volátiles de la solución por destilación a



385539

1 presión reducida, se obtiene el producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, un polímero polielectrolítico soluble en agua.

EJEMPLO 22

5 Reacción de poliacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

Se repite el procedimiento del Ejemplo 21 empleando un polímero de poliacrilonitrilo con un peso molecular numeral medio de 1.050.000, obteniéndose un producto de reacción soluble en agua de poliacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina.

EJEMPLO 23

10 Reacción de un copolímero de acrilonitrilo-estireno con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

15 Se hacen reaccionar 15 g de un copolímero de acrilonitrilo-estireno, conteniendo 4 % en peso de nitrógeno, con 122,5 g (1,2 moles) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina y 4,2 g (0,23 moles) de agua, a 119°C durante 27 horas, para obtener una solución. Separando los productos volátiles de la solución por destilación a presión reducida, se obtiene el producto de reacción del copolímero y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, que es un polímero polielectrolítico soluble en agua.

EJEMPLO 24

20 Reacción de polimetacrilonitrilo con N,N-dimetil-1,3-propanodiamina

30 Una papilla bien agitada constituida por 16,0 g (0,239 moles) del polímero polimetacrilonitrilo, 102 g (1 mol) de N,N-dimetil-1,3-propanodiamina y 3,5 g (0,195 moles) de agua, se calienta a 119°C durante 27 horas para



1 obtener una solución. El peso molecular numeral medio del
polímero se calcula entre 150.000 y 180.000. Separando los
productos volátiles de la solución por destilación a pre-
sión reducida, se obtiene el producto de reacción de poli-
5 metacrilonitrilo y N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, que es
un polielectrolito soluble en agua.

EJEMPLO 25

Reacción de un copolímero de acrilonitrilo-estireno y etil-
endiamina

10 Se hacen reaccionar 25 g de un copolímero de acrilonitrilo-estireno, conteniendo 4 % de nitrógeno, con 112,5 g (1,85 moles) de etilendiamina y 2,15 g (0,12 moles) de agua, a 114°C durante 27 horas para obtener una solución. Separando los productos volátiles de la solución por destilación a presión reducida, se obtiene el producto de reac-
15 ción del copolímero y etilendiamina, que es un polielectrolito soluble en agua.

EJEMPLO 26

20 Los productos de reacción obtenidos en los Ejemplos 1-20 anteriores son evaluados como flocculantes solubles en agua en el tratamiento del agua blanca en la fabricación de papel y en el tratamiento de las aguas residuales. Estos productos de reacción fueron ensayados utilizando el Procedimiento de Ensayo de Flocculación del Agua Blanca Sintética y Procedimiento de Ensayo de Aguas Residuales Crudas, dados más adelante. La Tabla I, titulada "Ensayo de flocculación con productos de reacción", muestra los resultados obtenidos con los productos de reacción en estos ensayos. Se ha encontrado que estos productos de reacción
25 son flocculantes efectivos tanto en el tratamiento del agua
30

385539



1 blanca como en el tratamiento de las aguas residuales.
2 Procedimiento de ensayo de floculación del agua blanca
3 sintética

4 Se prepara una suspensión de agua blanca sintética
5 mezclando 6 g de pulpa de papel y 4 g de dióxido de tita-
nio con 500 ml de agua. La suspensión resultante se diluye
hasta 10 litros. El pH de esta suspensión se ajusta a 6,5
mediante la adición de ácido clorhídrico diluido.

6 En un vaso de precipitados de 1 litro, se introdu-
7 cen 600 ml de agua blanca sintética y se agita a 100 rpm
8 en el agitador múltiple de Phipps-Bird (Matheson Scienti-
9 fic Co., Inc., Cleveland, Ohio). Esta unidad tiene seis
10 paletas de acero inoxidable y puede utilizarse cada vez
11 toda la batería o una sola paleta cualquiera. Las veloci-
12 des de agitación oscilan entre 10 rpm y 100 rpm y se miden
13 mediante un taquímetro de lectura directa.

14 A una muestra individual de agua blanca sintética
15 se añade el floculante a concentraciones de 0,5, 1,0 ó 2,0
16 ppm. La suspensión resultante se agita a 100 rpm durante
17 2 minutos y después a 30 rpm durante 10 minutos. Se inte-
18 rrumpe la agitación y se deja sedimentar la suspensión du-
19 rante 15 minutos. La turbidez del líquido que sobrenada se
20 mide con un turbidímetro Hach Modelo 2100 (Hach Chemical
21 Co., Ames, Iowa). La turbidez se expresa en unidades de tur-
22 bidez Jackson (UTJ). Una muestra patrón del agua blanca
23 tiene un valor UTJ de 1000.

24 Procedimiento de ensayo de floculación en aguas residuales
25 crudas

26 Una muestra de 1200 ml de aguas residuales crudas
27 procedente de la planta de tratamiento de aguas residuales
28
29
30

385539



1 de Mentor-Willoughby (Ohio), contenida en un vaso de preci-
pitados de 1500 ml, se agita a 100 rpm. Se añade el flocu-
lante a concentraciones de 0,5, 1,0 ó 2,0 ppm y se con-
5 tinúa agitando a 100 rpm durante 3 minutos. Después la mez-
cla se agita a 30 rpm durante 20 minutos y se deja sedimen-
tar durante otros 20 minutos. Se toma una muestra del lí-
quido que sobrenada y se analizan los Sólidos Totales Sus-
pendidos (STS) de acuerdo con el procedimiento dado en
10 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewa-
ter, duodécima edición, American Public Health Association,
Inc. Los Sólidos Totales Suspendedos en las aguas residua-
les crudas se determinan utilizando el mismo procedimien-
to. El porcentaje de Separación de Sólidos Totales Suspen-
didos (% SSTS) se calcula mediante la siguiente ecuación:

15
$$\% \text{ SSTS} = \frac{\text{STS crudos} - \text{STS tratados}}{\text{STS crudos}} \times 100$$

20

25

30

385539



TABLA I

Ensayos de floculación con productos de reacción de poli-
nitrilos y aminas

Producto de reacción del Ejemplo	Floculación de agua blanca, dada como <u>uni-</u> <u>dades de turbidez</u> Jackson empleando la cantidad indicada de producto de reacción (a)			Floculación de aguas residuales crudas, da da como % de sólidos totales separados, em- pleando la cantidad in- dicada de productos de reacción	
	0,5 ppm	1,0 ppm	2,0 ppm	0,5 ppm	1,0 ppm
1	34	32	31	58	64
2	36	36	43	56	51
3(A)	21	26	58	63	67
4	30	22	33	54	50
5	32	36	42	64	64
6	37	33	24		
8	110	110	100	42	46
9	120	85	39	55	50
10	31	18	17	58	58
11	35	22	31	61	58
12	99	94	72	55	60
13	29	33	41	58	62
14	91	71	46	64	61
15	133	148	168	62	65
16				64	62
17	95	130	145	56	56
18	22	17	19	44	42
19	43	27	26	66	63
20	100	76	92	63	65

(a) Patrón >1000 unidades de turbidez Jackson.

385539²⁹



EJEMPLO 27

Los productos de reacción obtenidos en los Ejemplos 21-25 anteriores son evaluados como flocculantes solubles en agua en el tratamiento del agua blanca en la fabricación de papel, utilizando el Procedimiento de Ensayo de Flocculación del Agua Blanca Sintética dado en el Ejemplo 26 anterior. La Tabla II, titulada "Ensayos de flocculación con productos de reacción de polinitrilos y amins", muestra los resultados obtenidos con los productos de reacción en estos ensayos. Se ha encontrado que los productos de reacción de los Ejemplos 21-25 son flocculantes efectivos en el tratamiento del agua blanca.

TABLA II

Ensayos de flocculación con productos de reacción de polinitrilos y amins

<u>Producto de reacción del Ejemplo</u>	<u>Flocculación de agua blanca, dada como unidades de turbidez Jackson empleando la cantidad indicada de producto de reacción (a)</u>		
	<u>0,5 ppm</u>	<u>1,0 ppm</u>	<u>2,0 ppm</u>
21	50	52	57
22	57	53	72
23	275	270	275
24	195	120	94
25	160	170	195

(a) Patrón >1000 unidades de turbidez Jackson.

3855392



EJEMPLO 28

1 El producto de reacción de poliacrilonitrilo y N,N-
dimetil-1,3-propanodiamina del Ejemplo 3(A) anterior es
evaluado como auxiliar de filtración en la eliminación de
5 agua o filtración de los lodos de aguas residuales, utili-
zando el Procedimiento de Ensayos de Filtración a Vacío de
Lodos dado a continuación.

Procedimiento de ensayo de filtración a vacío de lodos de
aguas residuales

10 Este ensayo es un ensayo selectivo para determinar
la eficacia de un auxiliar de filtración en la eliminación
de agua o filtración de lodos de aguas residuales. El equi-
po es un embudo Buchner de 9 cm, utilizando un papel de
filtro Whatman nº 40 montado sobre una bureta que mide
15 250 ml, con una conexión de vacío en la parte superior de
la bureta. La fuente de vacío es un activador capaz de ser
controlado hasta un vacío de 20 pulgadas (50,8 mm) de mer-
curio.

20 Se miden 100 ml de lodos del digestor en un vaso de
precipitados de 250 ml. En un segundo vaso de precipitados
de 250 ml se introduce la cantidad especificada del produc-
to de reacción sometido a ensayo como agente de separación
del agua, en forma de una solución acuosa al 1 % en peso
25 y después se mezcla el contenido de ambos vasos vertiendo
la mezcla de lodo y la solución acuosa sucesivamente duran-
te 4 a 6 veces. Se vierte la mezcla en el embudo Buchner
y se aplica el vacío inmediatamente. Se registra el tiempo
en segundos requerido para pasar varios volúmenes de fil-
trado a la bureta y el volumen del filtrado al cabo de 3 mi-
30 nutos.

385539



1

Los resultados obtenidos en este ensayo con el producto de reacción y un patrón en el que no se utiliza el producto de reacción se encuentran en la Tabla III. Estos datos indican que el producto de reacción del Ejemplo 3(A) es un auxiliar de filtración efectivo en la eliminación de agua o filtración de lodos de aguas residuales.

5

TABLA III

Ensayos de separación de agua de lodos de aguas

residuales

10

Producto de reacción de	Cantidad agreda de producto de reacción ppm	Tiempo en segundos requerido para obtener el volumen indicado de filtrado				Volumen de filtrado en ml obtenido al cabo de 3 min.
		10 ml	20 ml	30 ml	40 ml	
Ej. 3(A)	500	24	88			29
	1000	12	46	105		40
	2000	11	37	81	143	45
Patrón	0	88				14,5

15

20

Debe entenderse que aunque la invención ha sido descrita haciendo referencia específica a realizaciones particulares de la misma, no debe considerarse limitada por las mismas ya que pueden introducirse cambios y alteraciones que se encuentran dentro del alcance de esta invención definido en las reivindicaciones del apéndice.

25

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

30

1.- Un procedimiento para producir un polímero electrolítico soluble en agua adecuado para la separación de los sólidos suspendidos en un sistema acuoso, caracteriza-

ME

385539



1 do porque consiste en hacer reaccionar, a una temperatura
comprendida entre 80°C y 250°C aproximadamente:

5 (A) un polímero de acrilonitrilo seleccionado entre el grupo formado por polímeros y copolímeros de acrilonitrilo;

(B) una amina conteniendo alrededor de 1 a 10 átomos de carbono, seleccionada entre el grupo formado por una amina primaria, una amina secundaria y una poliamina conteniendo un grupo amino primario o secundario; y

10 (C) agua

donde se hacen reaccionar alrededor de 0,8 a 20 moles de dicha amina y alrededor de 0,2 a 15 moles de agua con cada grupo nitrilo presente en dicho polímero de acrilonitrilo.

15 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha amina está seleccionada entre el grupo formado por monometilamina, dimetilamina, monoetanolamina, dietanolamina, mono-isopropanolamina, etilendiamina, dietilentriammina, N,N-dimetil-1,3-propanodiamina, 3-metoxipropilamina, 1-(2-aminoetilamino)-2-propanol, N-(2-aminoetil)etanolamina, N-(3-aminopropil)morfolina y N-(3-aminopropil)-dietanolamina.

20 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha amina es etilendiamina.

25 4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha amina es dietilentriammina.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha amina es N,N-dimetil-1,3-propanodiamina.

30 6.- Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de invención que se solicita:

ME

385539



1 UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN POLIMERO ELECTROLITICO
SOLUBLE EN AGUA.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva, que consta de treinta y seis
páginas mecanografiadas.

Madrid, 13 de noviembre de 1.970

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30