



430.959

nº 430.959

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:

NITTO CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

entidad japonesa, domiciliada en No. 5-1,
Marunouchi 1-Chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japón,
relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN POLIMERO DE
ACRILAMIDA"

=====

Inventores: Iwao Ohshima, Seichi Chiba, Kenzo
Ariyama, Yasuo Ogawa y Zengiro
Kawamura

Prioridad: Solicitud de patente en Japón nº
109646/1973 de fecha 29 Septiembre
1973.



Int. Cl. C08G

MEMORIA DESCRIPTIVA

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1. CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento de polimerización de acrilamida y, más particularmente, se refiere a un procedimiento mejorado de polimerización de acrilamida en el cual una disolución acuosa de un monómero de acrilamida, con una concentración relativamente alta, puede polimerizarse fácilmente por substancial detención o inhibición de la hidrólisis del polímero de acrilamida provocada por el aumento de temperatura del sistema de reacción por el calor de la polimerización y el termoenviejido inevitable en el curso del final de la polimerización hasta el acabado de la operación de enfriamiento en una producción industrial. - - - - -

2. DESCRIPCION DE LA TECNICA ANTERIOR

Los polímeros de acrilamida han sido utilizados ampliamente como estabilizantes del suelo, floculantes para el tratamiento de aguas, materiales del tipo mucílago para la fabricación de papel y otros polímeros solubles en agua. En particular, se han estudiado recientemente varias utili-



zaciones de polímeros de acrilamida solubles en agua, por ejemplo como floculantes, etc., y, en el caso de utilizarlos como floculante para las aguas residuales de la fabricación de papel, se requiere frecuentemente poliacrilamida que ten
 5. ga un alto peso molecular y que no haya sido hidrolizada. -

La polimerización de acrilamida puede conducirse como una polimerización en disolución acuosa, una polimerización en suspensión, una polimerización en disolución o una polimerización en bloque por medio de un iniciador de radicales, de la acción de la luz, de ondas ultrasónicas, de radiaciones de alta energía, de calor, etc., pero la polimerización en disolución acuosa ha sido la más ampliamente empleada dado que puede obtenerse fácilmente un polímero que tenga un alto peso molecular, puesto que el monómero
 10. utilizado y el polímero producido son solubles en agua y puesto, también, que el producto puede obtenerse a bajo cos
 15. te. - - - - -

Por otra parte, considerando que el uso de los po límeros de acrilamida en forma de polvo ha aumentado recien
 20. temente en los campos de los floculantes y en otros, la polimerización de acrilamida a baja concentración que hasta ahora se empleaba frecuentemente es indeseable cuando el producto debe pulverizarse por secado y se ha deseado una polimerización de acrilamida a la concentración más alta po
 25. sible. - - - - -

Sin embargo, la viscosidad de una disolución acu sa de poliacrilamida aumenta a medida que aumenta el peso



molecular de la poliacrilamida. La concentración de la diso-
lución acuosa de poliacrilamida que puede manipularse como
líquido, esto es una disolución que pueda transportarse por
bombeo y que pueda agitarse, es de hasta unos 10% en peso
5. de una poliacrilamida de alto peso molecular que puede uti-
lizarse satisfactoriamente como floculante. Así, es indus-
trialmente bastante difícil manipular una disolución acuosa
de poliacrilamida que tenga una concentración superior a unos
10% en peso como líquido. - - - - -

10. A fin de superar estas dificultades, se polimeri-
za una disolución acuosa de acrilamida a alta concentración
para proporcionar un producto en masa (gelatinoso) en vez
de una disolución polimérica, por lo que el producto puede
manipularse como sólido, por ejemplo en su transporte, etc.,
15. y además puede reducirse la energía requerida para secar el
producto. - - - - -

Sin embargo, por otra parte, al considerar la
reacción de polimerización de la acrilamida, la polimeriza-
ción de una disolución acuosa de un monómero de acrilamida
20. a una concentración superior a unos 10% en peso, por ejem-
plo de unos 20% en peso, va acompañada por la formación de
un producto en masa o gelatinoso. El carácter gelatinoso
del producto dificulta la agitación del sistema de polimeri-
zación y por lo tanto la eliminación del calor de polimeri-
25. zación. En otras palabras, se obtiene el mismo resultado
que en una polimerización adiabática en la reacción de poli-
merización anteriormente descrita. Así, el calor de polime-



5. rización de la acrilamida, $19,8 \pm 0,7$ Kcal/mol se convierte en una fuente de calor que aumenta la temperatura del sistema de polimerización y el calor generado debido a la reacción exotérmica, desde luego, aumenta a medida que aumenta la concentración de monómero de acrilamida en la polimerización. El aumento práctico de temperatura del sistema de polimerización es como sigue: si la polimerización de acrilamida se realiza a una temperatura de partida de 25°C en un aparato que esté construido de modo que el calor no escape del mismo, la temperatura máxima del sistema de polimerización aumenta a unos 40°C, unos 55°C, unos 70°C, unos 85°C y unos 100°C a medida que la concentración del monómero de acrilamida aumenta a 5%, 10%, 15%, 20% y 25% en peso, respectivamente. - - - - -

15. En la polimerización de una disolución acuosa de acrilamida con una concentración relativamente alta, el sistema de polimerización casi se solidifica y por lo tanto se hace difícil la eliminación del calor de polimerización por agitación. Esto origina un aumento de temperatura del sistema de polimerización y causa una hidrólisis del polímero producido. - - - - -

RESUMEN DE LA INVENCION

15. Un objetivo de esta invención es proporcionar un procedimiento para producir poli-acrilamida que tiene un grado deseado de polimerización y un grado bastante bajo de hidrólisis. - - - - -



Otro objetivo de esta invención es proporcionar un procedimiento para producir poliacrilamida que pueda realizarse en una disolución acuosa de monómero de acrilamida a una concentración relativamente alta. - - - - -

- 5. Se han realizado varios experimentos e investigaciones sobre los procesos de polimerización de acrilamida y, como resultado de ello, se ha descubierto que la amida del ácido nitrotrispromiónico, cuya presencia en el sistema de polimerización se ha considerado hasta ahora indeseable dado que en tal caso disminuye el grado de polimerización del polímero de acrilamida, tiene el efecto de detener o retardar substancialmente la hidrólisis del polímero que tiene lugar debido al aumento de la temperatura del calor de polimerización y al inevitable termoenviejecido después de la polimerización. La presente invención se ha logrado basándose en el anterior hallazgo. - - - - -
- 10.
- 15.

- 20. Esto es, la presente invención proporciona un procedimiento para polimerizar acrilamida que comprende polimerizar una disolución acuosa de acrilamida en presencia de por lo menos un compuesto de nitrógeno soluble en agua, representado por la fórmula general (I): - - - - -



representado por la fórmula general (II): - - - - -





o representado por la fórmula general (III), - - - - -



en las cuales R_1 y R_2 representan cada uno $-H$, $-CH_3$ ó $-C_2H_5$; X representa $-CN$, $-COOH$, $-OH$ ó $-CONH_2$; y n representa un entero de 1 a 4, con la condición de que X de la fórmula general (III) no sea $-COOH$ cuando n es 1 ó 2. - - - - -

5.

BREVE DESCRIPCION DE LOS PLANOS

Las Figuras 1 y 2 son representaciones gráficas de la relación entre el período de calentamiento (minutos) y el progreso de la hidrólisis (% molar) y la relación entre el porcentaje de hidrólisis y la viscosidad (cps), respectivamente, de polímeros de acrilamida. - - - - -

10.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

Los ejemplos de compuesto particularmente útil de los compuestos de nitrógeno solubles en agua anteriormente descritos, de las fórmulas generales (I), (II) y (III), son monoetanolamina ($H_2NCH_2CH_2OH$), dietanolamina ($NH(CH_2CH_2OH)_2$), trietanolamina ($N(CH_2CH_2OH)_3$), ácido nitrotrispropiónico ($N(CH_2CH_2COOH)_3$), amida de ácido nitrilotrispropiónico ($N(CH_2CH_2CONH_2)_3$), dimetilaminometanol ($(CH_3)_2NCH_2OH$), dimetilaminoetanol ($(CH_3)_2NCH_2CH_2OH$) y dimetilaminopropionitrilo ($(CH_3)_2NCH_2CH_2CN$). Pueden también utilizarse la urea

15.

20.



(H_2NCONH_2), la glicina (NH_2CH_2COOH) y la beta-alanina ($NH_2CH_2CH_2COOH$), pero no se prefieren dado que se ha confirmado experimentalmente que son inferiores al grupo mencionado de compuestos de nitrógeno en la inhibición de la hidrólisis. - -

5. Aún no es totalmente claro por qué los compuestos de nitrógeno solubles en agua anteriormente descritos, de las fórmulas generales (I), (II) y (III) detienen o inhiben la hidrólisis del polímero en el termoenviejado del producto. Sin embargo, dado que la hidrólisis del polímero producto es inhibida por la presencia del compuesto de nitrógeno anteriormente descrito, de las fórmulas generales (I), (II) y (III), en la polimerización práctica de acrilamida, la polimerización en disolución acuosa de acrilamida puede conducirse o realizarse con una alta concentración de monómeros, por ejemplo a una concentración de unos 10 a 30% en peso, preferentemente unos 18 a 25% en peso, sin ser acompañada por las dificultades anteriormente descritas. - - - - -
- 10.
- 15.

- La cantidad de compuesto de nitrógeno de las fórmulas generales (I), (II) y (III) depende en cierto grado del género del compuesto de nitrógeno y de la concentración del monómero pero es usualmente de unos 0,1% en peso a unos 3% en peso y, preferentemente, de unos 0,3% en peso a unos 2% en peso, basado en la cantidad del monómero. En la polimerización de acrilamida a la que se ha añadido previamente el compuesto de nitrógeno anteriormente descrito, juega un papel extraordinariamente importante el control del pH del sistema de reacción. Hasta ahora se ha considerado que la presencia del compuesto
- 20.
- 25.



- de nitrógeno en el sistema de polimerización disminuye el peso molecular del polímero resultante debido a un efecto de transferencia de cadena. Sin embargo, en la presente invención, puede obtenerse un polímero de acrilamida sin provocar
5. disminución del peso molecular por control del valor de pH del sistema de polimerización. El pH del sistema de polimerización puede determinarse según el tipo de compuesto de nitrógeno soluble en agua de la fórmula general (I), (II) ó (III) utilizado. Cuando se utiliza amida de ácido nitrilotrispropioni
10. cónico, el pH óptimo del sistema de polimerización oscila entre unos 3,5 y unos 5,5 y, preferentemente, es de unos 4,5. Si el pH del sistema de polimerización se halla fuera de la gama anteriormente indicada, por ejemplo es superior a 5,5, tiene lugar un efecto de transferencia de cadena de la amida de ácido nitrilotrispropioni
15. cónico que obstruye el aumento del peso molecular de la poliacrilamida producida en un grado suficiente y si el pH aumenta adicionalmente a un valor demasiado alto, la poliacrilamida formada empieza a hidrolizarse. Por otra parte, si el pH es inferior a la gama descrita anteriormente, tiene
20. lugar la reacción de iminación que está esencialmente acompañada con acrilamida en paralelo con la reacción de polimerización de la acrilamida y la formación del enlace intermolecular de las acrilamidas origina la formación de polímeros insolubles indeseables. - - - - -
25. La acrilamida que se utiliza como materia de partida en esta invención puede ser monómero de acrilamida obtenido en un proceso convencional de producción o puede ser un



monómero recristalizado de acrilamida. - - - - -

Cuando se polimeriza un monómero de acrilamida en un proceso convencional y el polímero de acrilamida formado por la polimerización se somete a termoenviejado, la hidrólisis del polímero avanza gradualmente y la viscosidad de la disolución acuosa del polímero aumenta también a medida que progresa la reacción de hidrólisis. Sin embargo, por medio del procedimiento de esta invención se detiene o se inhibe tal hidrólisis y por lo tanto no se observa aumento substancial de la viscosidad de la disolución acuosa del polímero. - - - - -

Es conocida la polimerización misma de un monómero de acrilamida en un medio acuoso, esto es la polimerización en disolución acuosa de un monómero de acrilamida. Por ello, pueden utilizarse en la presente los conocimientos convencionales relativos a las polimerizaciones conocidas si la utilización no es contraria a las enseñanzas y al espíritu de esta invención. Son ejemplos de los iniciadores de polimerización especialmente preferidos que pueden utilizarse en el procedimiento de esta invención los compuestos azo solubles en agua tales como 2-ciano-2-propilazofornamida, hidrocioruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano), 4,4'-azobis(ácido 4-cianovalérico) y similares. El uso del mencionado iniciador de polimerización proporciona ventajas puesto que la reproducibilidad de la polimerización es muy superior y además no se observa la formación de materia insoluble en el secado térmico del polímero formado. Sin embargo, en el procedimiento de esta invención, pueden utilizarse, desde luego, otros iniciadores de



- polimerización tales como, por ejemplo, un iniciador de polimerización del tipo oxidación-reducción de amina terciaria soluble en agua peróxido soluble en agua, un peróxido soluble en agua sulfito soluble en agua y un iniciador de polimerización del tipo oxidación-reducción de bromato soluble en agua sulfito soluble en agua. Estos iniciadores de polimerización son inferiores a los anteriormente descritos compuestos azo solubles en agua, desde el punto de vista de la reproducibilidad de polimerización y la inhibición de la formación de una batería insoluble con el secado y, por lo tanto, no se prefieren.
- 5.
- 10.

La temperatura de polimerización puede elegirse apropiadamente pero, utilizando un compuesto azo soluble en agua como iniciador de polimerización, para obtener un polímero de acrilamida como floculante, es especialmente preferido polimerizar el monómero a una temperatura de unos 20 a 40°C.

15.

El peso molecular del polímero de acrilamida así obtenido es superior a unos 5.000.000. - - - - -

En la polimerización pueden aplicarse técnicas conocidas de polimerización. Sin embargo, en una polimerización acuosa de un monómero de acrilamida a una concentración relativamente alta, el sistema de polimerización puede agitarse de una manera convencional antes de la polimerización o en el primer estadio de la polimerización pero, a medida que progresa la polimerización, el polímero de acrilamida formado se convierte en una materia gelatinosa que contiene agua, como se ha descrito anteriormente, y por lo tanto se hace imposi-

20.

25.



- ble proseguir la agitación del sistema de polimerización. Por ello, desde este punto de vista, en un proceso convencional de polimerización en disolución acuosa se considera que la poli-
liacrilamida producida tiene un grado no uniforme de distribu-
ción de la polimerización debido a la falta de uniformidad
del control de temperatura. A fin de impedir la formación de
un polímero de acrilamida que tenga un peso molecular no
usual, se realiza la polimerización de forma positiva en un
estado adiabático, por lo que puede obtenerse un polímero que
tenga un grado uniforme de polimerización. Sin embargo, no es
suficiente sólo el uso de un reactor de polimerización que
tenga unos medios termoaislantes como medios adiabáticos para
el sistema de polimerización. Esto es debido a que un reactor
de polimerización de escala práctica tiene cierta capacidad
térmica y por lo tanto la temperatura de la porción del siste-
ma de polimerización que está en contacto con la pared inte-
rior del reactor de polimerización o cerca de la pared del
reactor de polimerización es, de hecho, inferior que la tempe-
ratura del centro del sistema de reacción incluso si la tempe-
ratura del sistema de polimerización se aumenta debido al ca-
lor de polimerización del sistema. Por ello, a fin de mante-
ner el sistema de polimerización en condiciones adiabáticas
completas, por control del sistema de polimerización de modo
que la temperatura del reactor de polimerización sea igual
que la temperatura del centro del sistema de polimerización,
se requiere calentamiento externo. Además, según los conoci-
mientos convencionales de la reacción de polimerización, si
se desea formar un polímero que tenga un peso molecular infe-



- rior con superiores temperaturas de polimerización pero en el procedimiento de esta invención la reducción del peso molecular del polímero producido no se observa ni si la temperatura del sistema de polimerización se deja aumentar (por ejemplo
- 5. cuando la polimerización se realiza en un estado adiabático en el que la concentración inicial de un monómero es de 20% en peso, la temperatura del sistema de polimerización aumenta en unos 60°C o, en otras palabras, la temperatura del sistema de polimerización alcanza unos 80°C incluso si la temperatura del sistema de polimerización es de 20°C al inicio de la poli-
 - 10. merización) y además si se calienta el reactor de polimerización. La razón de ello no ha sido aún confirmada pero se cree que la viscosidad del sistema de polimerización aumenta extremadamente y, debido al efecto de gel provocado por la mayor
 - 15. viscosidad, tiene lugar la reacción de polimerización precedente sobre la acción de detención. - - - - -

Esto es, al poner en práctica el procedimiento de esta invención que tiene las características anteriormente descritas, puede producirse fácilmente poliacrilamida que

- 20. substancialmente no tenga una porción parcialmente hidrolizada y puede cumplirse suficientemente el requisito de que se trate de una poliacrilamida no iónica. - - - - -

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar la invención con mayor detalle. A menos que se indique de otra

- 25. forma, todas las partes, porcentajes, relaciones y similares lo son en peso. - - - - -



Ejemplo 1 de Referencia

En la Figura 1 de los planos anexos se ilustra la relación entre el período de calentamiento y el progreso de la hidrólisis cuando se coloca poliacrilamida en una atmósfera a 95°C. En esta Figura, la Curva a ilustra el estado de la hidrólisis de la poliacrilamida preparada por medio de un procedimiento convencional de polimerización por termoenviejido y la Curva b ilustra el estado de hidrólisis de la poliacrilamida preparada por adición de 1% en peso de trietanolamina basada en la cantidad de acrilamida según esta invención cuando el polímero se somete al mismo termoenviejido. Como se observa claramente de los resultados, la presencia de trietanolamina es eficaz para detener la hidrólisis incluso si se calienta el sistema de polimerización. Tal tendencia se observó también al utilizar otros compuestos de nitrógeno tales como se han descrito anteriormente como los compuestos de nitrógeno específicos. Además, la medida de la hidrólisis se explicará en el Ejemplo 2 de Referencia. - - - - -

Ejemplo 2 de Referencia

En la Figura 2 se ilustra la relación entre el porcentaje de hidrólisis y la viscosidad de la disolución acuosa de un polímero de acrilamida que tiene una concentración de 1% en peso. Cinco tipos de poliacrilamidas parcialmente hidrolizadas que tenían diferentes porcentajes de hidrólisis se prepararon por hidrólisis de poliacrilamida que tenía un peso molecular de unos 8.000.000 con un álcali y la visco-



alidad de una disoluci3n acuosa al 1% de cada poliacrilamida se midi3 en centipoises, ilustr3ndose los resultados por medio de la l3nea continua de la Figura 2. - - - - -

5. Por otra parte, en la Figura 2 se ilustra por medio de la l3nea discontinua el estado de la poliacrilamida preparada en el ejemplo siguiente sin a1adir el compuesto de nitr3geno soluble en agua. De la tendencia de la l3nea discontinua, puede comprenderse que el estado presentado por la l3nea discontinua se hace casi igual al estado de la l3nea continua a medida que aumenta el porcentaje de hidr3lisis y tambi3n dado que la l3nea discontinua est3 dispuesta encima de la l3nea continua (o en el lado de alta viscosidad) puede comprenderse que el peso molecular del pol3mero de acrilamida preparado en el Ejemplo es superior a 8.000.000. - - - - -

15. La medida del porcentaje de hidr3lisis realizada en los anteriores Ejemplos de Referencia y en el Ejemplo siguiente se realiz3 por medio de una titulaci3n potenciom3trica. Adem3s, se realiz3 la medida de la viscosidad de la disoluci3n utilizando un viscos3metro Broock Field con rotor del N3 2, a 6 rpm y 253C. - - - - -

Ejemplo 1

25. Una mezcla de 100 partes en peso de acrilamida y 1,0 parte del compuesto de nitr3geno indicado en la tabla que sigue a continuaci3n, se sometió a una polimerizaci3n en disoluci3n acuosa y se midi3 el estado de progresi3n de la hidr3-



lisis. La polimerización se realizó como sigue: en 770 g de agua purificada con una resina de intercambio iónico se disolvieron 220 g de acrilamida. La disolución se vertió en un reactor Dewar de 2 litros y entonces la temperatura de la disolución se ajustó a 30°C. Después de que el pH de la disolución se hubo ajustado a 4,5, se desplazó con nitrógeno gaseoso el aire del sistema de reacción y entonces se añadieron al sistema 10 ml de una disolución acuosa de hidrocloreuro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) al 1% en peso. Acabado el período de introducción, la polimerización avanzó rápidamente y la temperatura del sistema de polimerización alcanzó la temperatura máxima, unos 95°C. En este momento, el polímero gelatinoso producido se extrajo y se dividió inmediatamente en cuatro porciones, una de las cuales se enfrió y las otras tres se calentaron en un baño de aire a 95°C durante 2 horas, 4 horas y 8 horas, respectivamente (termoenvejecido). El porcentaje de hidrólisis de cada porción del polímero y el aumento de viscosidad de una disolución acuosa al 1% de cada porción del polímero se indican en la siguiente tabla. - - - - -

<u>Compuesto de nitrógeno soluble en agua</u>	<u>Tiempo de calentamiento</u> (horas)	<u>Porcentaje de hidrólisis</u> (% mol)	<u>Aumento de viscosidad</u> (%)
Monometanolamina	0	0,3	0
	2	0,3	0
	4	0,3	4
	8	0,3	4



<u>Compuesto de nitrógeno soluble en agua</u>	<u>Tiempo de calenta- miento</u> (horas)	<u>Porcenta je de hi drólisis</u> (% mol)	<u>Aumento de vis- cosidad</u> (%)
Dietanolamina	0	0,4	0
	2	0,4	4
	4	0,5	0
	8	0,5	0
Trietanolamina	0	0,2	0
	2	0,1	11
	4	0,1	7
	8	0,2	11
Dimetilaminopropionitrilo	0	0,3	0
	2	0,6	7
	4	0,7	4
	8	0,8	4
Acido nitrilotrispropiónico	0	0,2	0
	2	0,1	0
	4	0,2	4
	8	0,5	7
Amida de ácido nitrilotrispropiónico	0	0,1	0
	2	0,1	3
	4	0,1	3
	8	0,2	7
Dimetilaminometanol	0	0,3	0
	2	0,5	5
	4	0,7	6
	8	0,6	6

30 SET.



<u>Compuesto de nitrógeno soluble en agua</u>	<u>Tiempo de calenta- miento</u> , (horas)	<u>Porcenta je de h₂ drólisis</u> (% mol)	<u>Aumento de vis- cosidad</u> (%)
Dimetilaminoetanol	0	0,3	0
	2	0,6	3
	4	0,7	5
	8	0,7	5
Ninguno	0	0,9	0
	2	1,5	9
	4	2,4	28
	8	3,7	72
Glicina	0	0,2	0
	2	0,4	20
	4	1,3	28
	8	3,2	84
5,5'-dimetilhidantoina	0	0,1	0
	2	0,7	4
	4	1,2	54
	8	3,5	123
Urea	0	0,6	0
	2	1,3	28
	4	1,4	44
	8	3,7	72

Ejemplo 2

Una mezcla de 100 partes en peso de acrilamida y 2,5 partes de la amida de ácido nitrilotrispropiónico se so



- metió a una polimerización en disolución acuosa como sigue:
- 180 g de acrilamida se disolvieron en 810 g de agua purificada con una resina de intercambio iónico y la disolución resultante se vertió en 4 reactores iguales al utilizado en el Ejemplo 1. La temperatura de la disolución se ajustó a 40°C. Después de ajustado el pH de la disolución a 4,5, 5,0, 5,5 y 6,0, respectivamente, el aire del reactor se desplazó con nitrógeno gaseoso. Entonces se añadieron a cada uno de los cuatro sistemas 10 ml de una disolución acuosa de hidrocloreuro de azobis(amidinopropano) al 0,5% en peso. Acabado el período de introducción, tuvo lugar la polimerización y la temperatura del sistema de polimerización alcanzó la temperatura máxima. En este momento, se extrajo el polímero gelatinoso producido para determinar el porcentaje de hidrólisis y el aumento de viscosidad de la disolución acuosa al 1%. Los resultados obtenidos se indican en la tabla siguiente. - - - - -

<u>pH</u>	<u>Porcentaje de hidrólisis</u> (% mol)	<u>Viscosidad</u> (cps)	<u>Materia insoluble en agua en el polímero *</u>
4,0	0,3	3.300	X
4,5	0,2	2.900	0
5,0	0,5	3.100	0
5,5	0,5	2.900	0
6,0	0,2	1.800	0

Nota

*: Se disolvió 1 g del polímero seco en polvo en 1 li-



tro de agua y la disolución se filtró con rejilla metálica de 80 mallas. "X" significa que permanecía sobre la rejilla metálica una materia insoluble en agua y empapada de agua y "0" significa que no se observaba materia insoluble en agua sobre la rejilla metálica. - - - - -

5.

Si bien la presente invención se ha descrito en detalle y con referencia a sus realizaciones específicas, resultará evidente para los entendidos en la técnica que pueden realizarse muchos cambios y modificaciones en la misma sin salir de su espíritu y alcance. - - - - -

10.

N O T A

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

15. 1.- Procedimiento para producir un polímero de acrilamida, soluble en agua y de alto peso molecular, por polimerización de acrilamida en un medio acuoso con alta concentración, caracterizado porque comprende polimerizar dicha acrilamida en presencia de por lo menos uno de los compuestos de nitrógeno solubles en agua representados por la fórmula general (I) - - - - -

20.





por la fórmula general (II) - - - - -



o por la fórmula general (III) - - - - -



en las cuales R_1 y R_2 representan cada uno -H, $-CH_3$ ó $-C_2H_5$; X representa -CN, -COOH, -OH ó -CONH₂; y n es un entero de

5. 1 a 4 con la condición de que X de la fórmula general (III) no sea -COOH cuando n es 1 ó 2. - - - - -

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha polimerización se conduce o realiza en un estado neutro o en un estado ácido. - - - - -

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de dicha acrilamida en el medio acuoso es superior a unos 10% en peso. - - - - -

15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho compuesto de nitrógeno soluble en agua se halla presente en una cantidad de unos 0,1% en peso a unos 3% en peso basado en la cantidad de dicha acrilamida. - - - - -

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho compuesto de nitrógeno soluble en



agua es etanolamina, dietanolamina, trietanolamina, ácido nitrilotrispropiónico, amida de ácido nitrilotrispropiónico, dimetilaminometanol, dimetilaminoetanol o dimetilaminopropionitrilo. - - - - -

5. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho compuesto de nitrógeno soluble en agua es amida de ácido nitrilotrispropiónico y el pH del sistema de polimerización se mantiene a unos 3,5-5,5. - - -

10. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha polimerización se conduce en presencia de un iniciador de polimerización. - - - - -

15. 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque dicho iniciador de polimerización es 2-ciano-2-propilazofornamida, hidrocloreuro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) ó 4,4'-azobis(ácido 4-cianovalérico). - -

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la polimerización se conduce a una temperatura de 20 a 40°C. - - - - -

20. 10.- "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN POLIMERO DE ACRILAMIDA". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintitres hojas, folia-



das y mecanografiadas por una sola de sus caras, y de una lámina de dibujos que la ilustra.

Alcántara

B

FIG.-1



30 SET. 1974

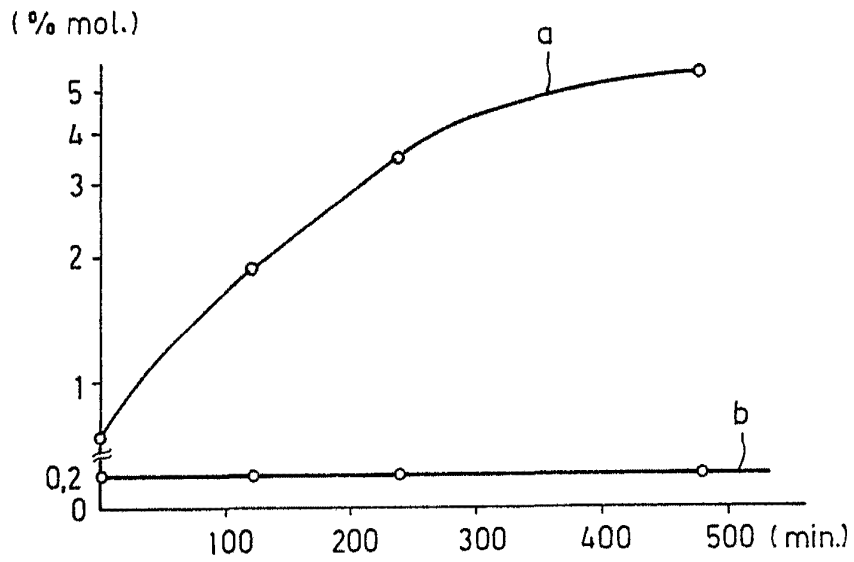
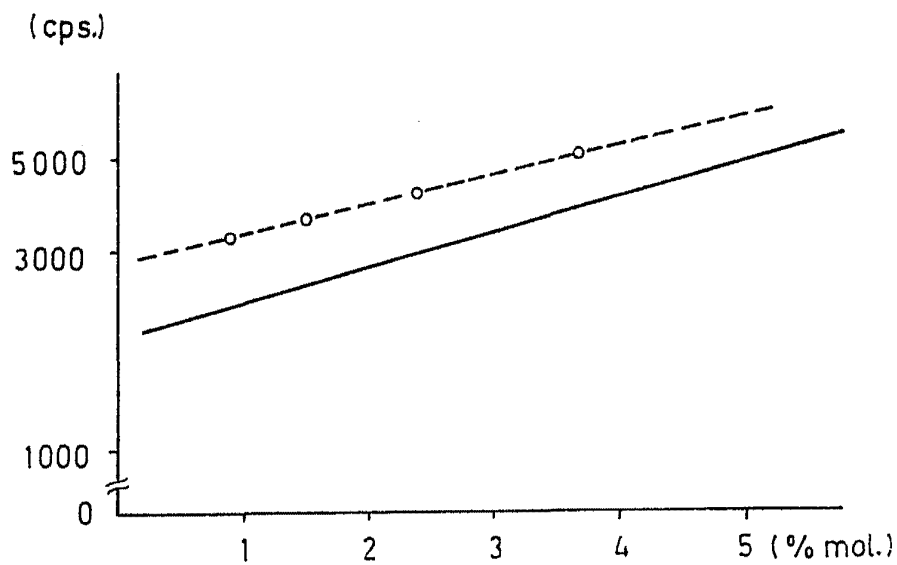


FIG. 2



BARCELONA, 30 SET. 1974

P. A. M. CURELL SUROL

M. Curell Surol