

PATENTE DE INVENCION

Le A 15 310-Spa.

Int. Cl.: C08G

431077

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SALES DE POLIETILENPOLIAMINAS

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

Ya es conocido que las polietilenpoliaminas, por ejemplo, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina o pentaetilenhexamina y hexaetilenhexamina se pueden condensar con dicloroetano y lejía sódica a sales de polietilenpoliamina de alto peso molecular, véase

por ejemplo la patente española 287.839. Estas sales de polialquilenpoliaminas son adecuadas como agentes de floculación catiónicos.

5 Un campo importante para el empleo de estos agentes de floculación es la precipitación de fibras finas y limos de la pulpa de papel en la fabricación de papel, de manera que a la salida del tamíz del papel existan menos sustancias orgánicas y el filtro del papel se desagüe más rápidamente y, como viene más seco del tamíz del papel, se secan también más rápidamente.

10 Una dificultad en estos agentes de floculación consiste sin embargo en que, por una parte, su eficacia como agente de floculación aumenta por su peso molecular, pero, por otra parte, según aumenta el peso molecular se dificulta su transporte y aplicación debido a la mayor viscosidad. Ante todo a temperaturas bajas aumenta la viscosidad de estos productos en un grado tal que los operarios tienen dificultades con las bombas y la dosificación de las soluciones de alta viscosidad. Estas dificultades no son las que presentan las sales de poli-
15 etilenpoliamina de baja viscosidad, pero en cambio tienen la desventaja de una menor actividad, por lo que se han de emplear en mayores cantidades para lograr el mismo grado de deshidratación.

25 Se ha descubierto ahora que se puede mantener y hasta superar la alta eficacia de las sales de polialquilenpoliamina de alta viscosidad, también con viscosidades considerablemente inferiores, si primeramente las sales de polialquilenpoliamina de alta viscosidad se preparan en la forma usual, por ejemplo, según la patente española 287.939 arriba mencionada y estas sales de polialquilenpoliamina, altamente visco-
30

sas, se someten a continuación a una degradación de la viscosidad mediante un ulterior tratamiento térmico en un recipiente de reacción cerrado a temperaturas de 100-180°C y presiones de 2 a 10 atmósferas.

5 La presente invención se refiere, por lo tanto, a un procedimiento para la obtención de sales de polietilenpoliamina de viscosidad relativamente baja y sin embargo de alto efecto de retención; el procedimiento se caracteriza por-
10 que sales de polietilenpoliamina de viscosidad alta se someten a una disociación térmica mediante calentamiento en recipientes de reacción cerrados, a 100-180°C, preferentemente 105-120°C, bajo presiones de 2 a 10 atmósferas, hasta que se haya alcanzado la viscosidad deseada.

15 Las sales de polialquilenpoliamina, obtenidas según la presente invención, con viscosidades relativamente bajas, son aquellas que en solución acuosa al 25 % aproximadamente (calculado sobre la polialquilenpoliamina) a 25°C, tienen una viscosidad de 300 a 600 cP.

20 Como productos de partida en el procedimiento de la presente invención se emplean sales de polialquilenpoliamina de las cuales una solución acuosa al 25 % aproximadamente (calculado sobre la polialquilenpoliamina libre) a 25°C se encuentra por encima de 900cP y asciende preferentemente a 900-10.000 cP.

25 El procedimiento de la presente invención se realiza, por ejemplo, preparando una solución de sal de polialquilenpoliamina, que ya gelifique en frío y de esta manera, en un caso normal, sea inutilizable para su ulterior procesamiento como agente de floculación y ésta se calienta a continuación en una caldera de reacción cerrada bajo presiones de 2 a
30

10 atmósferas y temperaturas de 100 a 130°C, preferentemente a 105-120°C, hasta que la solución acuosa tenga la viscosidad deseada. Si la presión se ha de encontrar por encima de la presión de vapor prevaleciente a la temperatura de trabajo, se puede aumentar a la presión deseada mediante introducción de gases inertes, por ejemplo, nitrógeno.

Con ayuda de la disociación térmica de la presente invención se pueden transformar también los productos de condensación de polialquilenpoliamina que no se han desarrollado correctamente, por ejemplo, que debido a un error de la dosificación de dicloroetano están totalmente gelificados y ya no se pueden agitar en frío, en soluciones de aplicación normal sin partes gelificadas. En tales casos se aplican convenientemente temperaturas más altas, por ejemplo, 150°C, y presiones de 6 atmósferas; el calentamiento se sigue realizando hasta que se haya formado una solución de sal amínica de baja viscosidad que esté libre de partes gelificadas.

En caso de que la disociación térmica haya progresado demasiado se puede aumentar la viscosidad de las sales de polialquilenpoliamina de viscosidad demasiado baja mediante adición de dicloroetano al valor de viscosidad deseado.

Las partes indicadas en el ejemplo dado a continuación, son partes en peso, siempre que no se indique otra cosa.

EJEMPLO

A 1.650 partes de una mezcla de pentaetilenhexamina, hexaetilenhexamina, hexaetilenheptamina, heptaetilenheptamina y etilendiamina (proporción en peso de los componentes 43 : 14 : 8 : 22) que se encuentra en un recipiente cerrado provisto de agitador, y 200 partes de agua, se agregan pri-

meramente en el plazo de 2 a 3 horas, a 120°C y 2 a 5 atmósferas, 600 partes de dicloroetano, y a continuación, en el plazo de 3 horas y simultáneamente, 500 partes de dicloroetano, 900 partes de lejía sódica acuosa al 50 % y 2.600 partes de agua. Después se condensa la mezcla de reacción a 110°C mediante lenta dosificación de 100 partes más de dicloroetano hasta una viscosidad de 500 cP a 110°C. (=5.000 cP a 25°C).

El producto de condensación así obtenido se agita a continuación durante 3 horas a 110-114°C, bajo una presión de 2 a 3 atmósferas. Se determina al mismo tiempo en forma continua la disminución de la viscosidad. Tan pronto como la viscosidad de la mezcla de reacción haya bajado a 115 cP, a 114°C, (=530 cP a 25°C), se interrumpe la disociación térmica y la mezcla de reacción se enfría a temperatura ambiente. El producto de condensación, así obtenido, se destaca por un excelente efecto de retención.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con el nº P 23 51 754.6 de 16 de octubre de 1.973; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SALES DE POLIETILENPOLIAMINAS; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para preparar sales de polietilen-
poliaminas, con viscosidad relativamente baja y, sin embargo,
con un alto efecto de retención; caracterizado porque sales
de polietilenpoliamina de viscosidad más alta se someten a
5 una disociación térmica por calentamiento de sus soluciones
acuosas en recipientes de reacción cerrados, a temperaturas
de 100 a 180°C, bajo presiones de 2 a 10 atmósferas.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque como sales de polietilenpoliamina de visco-
10 sidad más alta se emplean aquellas cuyas soluciones acuosas
al 25 % aproximadamente, calculado sobre la polialquilenpo-
liamina libre, a 25°C, muestran una viscosidad > 900 cP y
porque la disociación térmica se realiza hasta que las sales
de polialquilenpoliamina de baja viscosidad obtenidas en
15 solución acuosa aproximadamente al 25 %, a 25°C, tengan una
viscosidad de 300 a 600 cP.

3.- Procedimiento para preparar sales de polietilen
poliaminas, tal y como queda sustancialmente descrito en la
presente Memoria.

20 Esta Memoria consta de 6 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid, 16 OCT. 1974

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GÓMEZ ACEDO Y SOJOS
P.º.º. Elmerdo L. Gacho Fernández

