

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

8 FEB. 1978 (19) ES

CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

(11) NUMERO	458.469	(10) A 1
(21) FECHA DE PRESENTACION	4-5-1977	

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	BOLF	

(54) TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA SOLUCION ACUOSA DILUIDA DE UNA POLIACRILAMIDA MODIFICADA CATIONICAMENTE"

(71) SOLICITANTE (S)

NALCO CHEMICAL COMPANY (Nº 93568 Case 2930-A)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

2901 Butterfield Road, Oak Brook, Illinois, Estados Unidos de América

(72) INVENTOR (ES)

Richard F. Tuka, Peter H. Vossos, Ralph R. Nielsen y Carl J. Guardia

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ (P-65.735)

P.-65.735

1 La presente invención se refiere a un procedimiento -
para la preparación de una solución acuosa diluida de una
poliacrilamida catiónicamente modificada, a partir de una
emulsión de agua en aceite de un polímero de acrilamida, -
5 soluble en agua, finamente dividido.

 La patente de Estados Unidos 2.328.905 enseña la reac-
ción de una amina secundaria con formaldehído y, seguida--
mente, la reacción del compuesto de adición así formado, -
con una acrilamida polímera soluble en agua.

10 Este método de preparación de polímero de acrilamida
catiónicamente modificados es antiguo en la técnica y, de-
bido a problemas relacionados con la formación de un com--
puesto de adición de amina secundaria-formaldehído, no ha -
sido ampliamente adoptado. El compuesto de adición formado
15 de esta manera, es inestable y durante este procedimiento
pueden ocurrir varias reacciones secundarias. Frecuentemen-
te, debido al hecho de que la mezcla previa debe ser alma-
cenada durante períodos de tiempo, ha de disponerse de fa-
cilidad de instalaciones de almacenamiento para la manipu-
20 lación de este material, así como de las materias primas -
iniciales. Por lo tanto, sería una ventaja para la técnica
si las soluciones de polímero de acrilamida modificado ca-
tiónicamente, pudieran prepararse sin preparar primeramen-
te una mezcla previa.

25 También se han hecho intentos de preparar emulsiones
de agua en aceite estables, de polímeros de acrilamida ca-
tiónicamente cargados; sin embargo, surgen problemas a es-
te respecto, debidos a la estabilidad del material en for-
ma de emulsión y a los estabilizadores necesarios para - -
30 inhibir la inversión de la reacción de Mannich cuando el -

1 polímero está presente en una forma concentrada.

El método de esta invención implica la formación de -
una corriente de agua de procedimiento continuo, y añadir
a la corriente de procedimiento continuo una alcoholo infe
5 rior-amina secundaria, que contiene de 2 a 4 átomos de car
bono, formaldehído, una emulsión de agua en aceite de un -
polímero de acrilamida finamente dividido, y un agente ten
sioactivo hidrófilo capaz de invertir la emulsión de agua
en aceite del polímero de acrilamida finamente dividido. -
10 Seguidamente, la corriente de procedimiento continuo se so
mete a una circulación turbulenta en un mezclador en la --
conducción, y se recupera después una solución diluida de
una poliacrilamida modificada catiónicamente, soluble en -
agua.

15 Por lo tanto, un objeto de esta invención es proporci
onar un método mejorado para la preparación de soluciones -
diluidas de polímeros de acrilamida modificados catiónica-
mente, solubles en agua.

Otro objeto de esta invención es proporcionar a la --
20 técnica un método de preparar convenientemente soluciones
diluidas de un polímero de acrilamida, modificado catióni-
camente, soluble en agua, formando una corriente de proce-
dimiento continuo, que contiene agua, una amina secundaria,
formaldehído y una emulsión de agua en aceite de un políme
25 ro de acrilamida finamente dividido, seguida por el mezcla
do de la corriente de procedimiento continuo, de manera que
se obtenga un polímero de acrilamida modificado catiónica-
mente, soluble en agua.

30 La presente invención proporciona un procedimiento pa
ra la preparación de una solución acuosa diluida de una --

- 1 poliacrilamida catiónicamente modificada, a partir de una emulsión de agua en aceite de un polímero de acrilamida, - soluble en agua, finamente dividido, comprendiendo dicho - procedimiento:
- 5 A. Formar una corriente de procedimiento continuo, que contiene:
- i: De 1,0 a 15,0% en peso de una alicòhilo inferior-ami-
na secundaria, soluble en agua, que contiene de 2 a 4 áto-
mos de carbono;
- 10 ii: De 0,5 a 4,0% en peso de formaldehido, introducién-
dose dicho formaldehido en forma de una solución acuosa --
que contiene de 1 a 40% en peso de formaldehido, caracteri-
zándose la cantidad de formaldehido añadida, por estar en
una proporción molar sustancialmente igual, con relación a
15 la cantidad de amina secundaria añadida en i;
- iii: De 1,4 a 9% en peso de un polímero de acrilami--
da, estando contenido dicho polímero de acrilamida en una
emulsión de agua en aceite, que comprende:
- a) una fase acuosa que oscila entre el 30 al 95% en -
20 peso de la emulsión, definiéndose dicha fase acuosa como -
la suma de polímero y agua presentes;
- b) De 20 a 50% en peso de polímero de acrilamida fina-
mente dividido;
- c) De 5 a 70% en peso de un líquido hidrófobo;
- 25 d) De 0,1 a 21% en peso de un agente emulsificante de
agua en aceite;
- iv. De 0,1 a 2% en peso de un agente tensioactivo hi-
drófilo, soluble en agua, capaz de invertir la emulsión de
agua en aceite de iii; y
- 30 v. Agua;

1 B. Someter dicha corriente de procedimiento continuo
a un mezclado turbulento en la conducción, con lo que se -
invierte dicha emulsión de agua en aceite de un polímero -
de acrilamida finamente dividido, y es afectada la reacción
5 de la amina secundaria, del formaldehído y del polímero de
acrilamida, entre sí; y, seguidamente,

C. Recuperar continuamente una solución acuosa del --
1,0 al 15% de un polímero de acrilamida catiónicamente mo-
dificado.

10 Las emulsiones de agua en aceite de polímero de acri-
lamida finamente dividido, utilizables en esta invención,
son estables, aunque al mismo tiempo contienen cantidades
relativamente grandes de polímero. Los polímeros dispersa-
dos en la emulsión son muy estables cuando el tamaño de --
15 partícula del polímero está en el margen de 2 milimicras -
hasta aproximadamente 5 micras. El tamaño de partícula pre-
ferido está dentro del margen de 5 milimicras y 3 micras.

La emulsión de agua en aceite estable comprende: 1. -
una fase acuosa; 2. Una fase hidrófoba; y 3. un agente - -
20 emulsificante de emulsión de agua en aceite.

La emulsión que contiene polímero, de esta invención,
está compuesta por una fase acuosa que oscila entre 30 y -
95% en peso de la emulsión. La fase acuosa se define como
la suma del polímero o copolímero y el agua, presentes en
25 la composición. El margen preferido es entre 70 y 90% en -
peso de la emulsión. El margen más preferido es entre 70 y
80% en peso de la emulsión.

La concentración de polímero de la emulsión oscila en
30 tre 10 y 50% en peso. Un margen preferido es entre 25 y 40%
en peso de la emulsión. El margen más preferido es entre -

1 25 y 35% en peso de la emulsión.

Como se ha visto, con relación al peso de la fase --
acuosa y al porcentaje de polímero contenido en la fase --
acuosa, la emulsión que contiene polímero puede contener
5 de 25 a 85% en peso de agua.

Para los fines de esta invención, el término polí
mero de acrilamida incluye los homopolímeros y copolímeros
de acrilamida que contiene por lo menos un 20% y, preferi
blemente, un 75% en peso de acrilamida. Los polímeros de
10 acrilamida más comúnmente utilizados en la práctica de es
ta invención, incluyen poli(acrilamida) y sus copolímeros --
solubles en agua preparados por polimerización de la acri
lamida con monómeros tales como, por ejemplo, ácido acrí
lico, ácido metilacrílico, ácido itacónico, acrilonitrilo,
15 metacrilato de dimetilaminometilo. Un polímero de acrilami
da utilizable también en la práctica de esta invención, --
es la poli(acrilamida) hidrolizada, que tiene del 1 al 50%
de los grupos carboxamida originales, en forma de grupos
carboxilo hidrolizados. Los pesos moleculares de tales po
20 límeros y copolímeros exceden de 500.000.

El peso molecular de los polímeros de acrilamida des
critos anteriormente, puede variar a lo largo de un amplio
margen, por ejemplo, de 10.000 a 25 millones. El polímero
de acrilamida preferido tiene un peso molecular de más de
25 500.000.

La fase orgánica u oleosa de la emulsión, esta com--
puesta por un líquido hidrófobo inerte. El líquido hidró-
fobo comprende entre 5 y 70 por ciento en peso de la emul
sión. El margen preferido es entre 5 y 40 por ciento en --
30 peso de la emulsión. El margen más preferido es entre 20

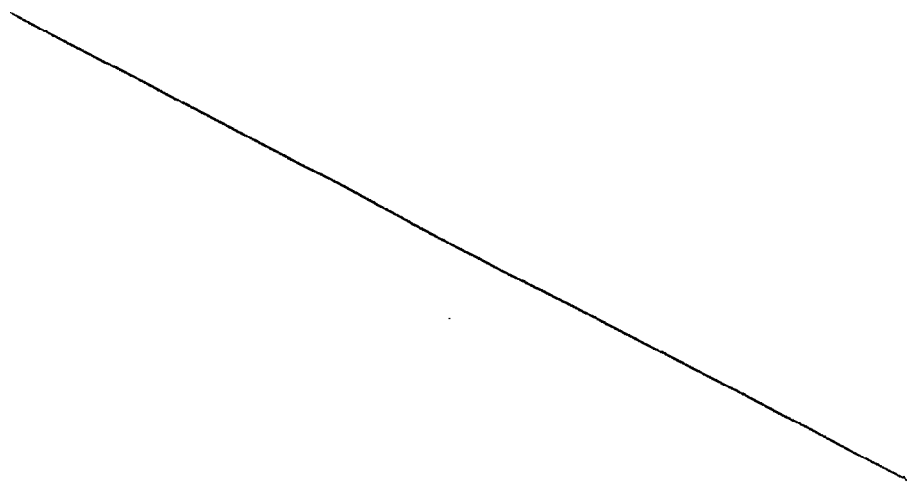
1 y 30 por ciento en peso de la emulsión.

Los aceites utilizados en la preparación de estas -- emulsiones pueden ser seleccionados de un gran grupo de -- líquidos orgánicos, que incluyen hidrocarburos líquidos e
5 hidrocarburos líquidos sustituidos. Un grupo preferido de líquidos orgánicos son los líquidos hidrocarbonados alifá-
ticos, que incluyen mezclas de compuestos hidrocarbonados aromáticos y alifáticos, que contienen de 4 a 8 átomos de
10 carbono. Por lo tanto, se pueden utilizar líquidos hidro- carbonados orgánicos tales como benceno, xileno, tolueno,
aceites minerales, querosenos, nafta y, en ciertos casos, petróleo. Un aceite particularmente utilizable desde el --
punto de vista de sus propiedades físicas y químicas, es el disolvente isoparafínico de cadena ramificada, vendido
15 por Humble Oil y Refinery Company bajo el nombre comercial "Isopar M". En la tabla I siguiente, se exponen especifica-
ciones típicas de este disolvente isoparafínico de estre-
cho margen de ebullición.

20

25

30



1

TABLA I

<u>Propiedades de la especificación</u>	<u>Mínimo</u>	<u>Máximo</u>	<u>Método de ensayo</u>
Densidad API a 15,56/15,56°C	48,0	51,0	ASTM D 287
Color, Saybolt	30	--	ASTM D 156
Punto de anilina, °C	85	--	ASTM D 611
Azufre, ppm.	--	10	ASTM D 1266 (Mod. nefelométrico)
Destilación, °C			
PIE	204	210	
Punto seco	--	257	
Punto de inflamación, °C (Vaso cerrado Pensky-Martens)	71	--	ASTM D 93

10

15

20

25

30

Se puede utilizar cualquier agente emulsificante de agua en aceite, convencional, tal como monoestearato de sorbitán, monooleato de sorbitán, y los denominados materiales de bajo equilibrio hidrófilo - lipófilo, que están todos ellos descritos en la bibliografía y se resumen en el Atlas HLB Surfactant Selector. Aunque los emulsificantes mencionados se utilizan para producir buenas emulsiones de agua en aceite, se pueden emplear otros agentes tensioactivos, en tanto sean capaces de producir estas emulsiones. El agente emulsificante de agua en aceite se presenta en cantidades que oscilan entre 0,1 y 21,0% en peso de la emulsión. El margen preferido es entre 1,0 y 15,0% en peso de la emulsión. El margen más preferido es entre 1,2 y 10% en peso de la emulsión. Es importante el que el agente emulsificante seleccionado no reaccione con el formaldehído.

1 do ni con el compuesto de adición de formaldehído.

Los polímeros considerados para ser utilizados en esta invención, se pueden sintetizar en forma de emulsión, - como se describe en la patente de Estados Unidos 3.284.393, de Vanderhoff y otros, la cual se incorpora aquí como refe-
5 rencia. La técnica de polimerización expuesta en la patente de Vanderhoff, se sigue generalmente para la preparación de látex polímeros utilizados en esta invención.

También se considera en la práctica de esta invención, la preparación de emulsiones adecuadas de agua en aceite - de polímeros solubles en agua, por los métodos descritos - en las patentes de Estados Unidos 3.624.019 y 3.734.873, - de Anderson y otros, incorporándose ambas aquí como refe--
10 rencia.

La emulsión de agua en aceite utilizada en la práctica de esta invención, muestra la aptitud desusada de disolverse rápidamente en solución acuosa. La emulsión que contiene polímero libera el polímero en el agua, en presencia de un agente tensioactivo, en un período de tiempo muy corto. Esta técnica de inversión se describe en las patentes de Estados Unidos 3.624.019 y 3.734.873, de Anderson y - -
15 20 otros.

Los agentes tensioactivos utilizables generalmente para invertir las emulsiones de agua en aceite de los polímeros de acrilamida finamente divididos, son hidrófilos y se caracterizan, además, por ser solubles en agua. Se puede - utilizar cualquier agente tensioactivo de tipo hidrófilo, tal como nonilfenoles etoxilados, resinas de nonilfenol -- etoxilado-formaldehído, ésteres dioctílicos de sulfosuccinatos sódicos, y octilfenolpolietoxietanoles. Estos agentes
25 30

1 tensioactivos u otros, se describen completamente en la -
patente de Estados Unidos 3.624.019, la cual se incorpora
aquí en lo que sigue como referencia a esta solicitud. --
5 Una clase preferida de agentes tensioactivos utilizables
en la práctica de la presente invención, son los nonilfe-
noles etoxilados.

Aunque los agentes tensioactivos necesarios para la
inversión del polímero de látex, pueden añadirse a la co-
rriente de procedimiento de modo separado, aquellos pueden
10 combinarse también en solución, bien sea con la amina se-
cundaria, con el formaldehído, o con la emulsión de agua -
en aceite del polímero de acrilamida finamente dividido --
propriadamente dicho. Cuando se añade el agente tensioactivo
como emulsión de agua en aceite, debe tenerse cuidado de -
15 evitar la inversión de la emulsión de agua en aceite, an--
tes de ser añadida a la corriente de procedimiento. En los
casos en los que el agente tensioactivo se añade a la emul-
sión de agua en aceite, la emulsión se hace invertible por
si misma en la corriente de procedimiento continuo.

20 Las soluciones de formaldehído utilizables en la pre-
sente invención para la preparación del polímero de acrila
mida catiónicamente modificado, soluble en agua, contienen
generalmente de 10 a 50% de formaldehído y, preferiblemen-
te, de 20 a 40% de formaldehído. Estas soluciones se pue--
25 den adquirir en el comercio y no necesitan ser elaboradas.
Adicionalmente, está dentro del alcance de la presente in-
vención el disolver el paraformaldehído en agua, para pro-
ducir una solución de formaldehído adecuada para ser utili-
zada en la presente invención.

30 La amina secundaria preferida utilizada para preparar

1 el polímero de acrilamida soluble en agua, catiónicamente
modificado, dentro del alcance de la presente invención, -
es la dimetilamina. Sin embargo, se pueden emplear otras -
aminas secundarias, tales como la N,N-metiletilamina y die
5 tilamina, que son solubles en agua y que se caracterizan -
generalmente por ser alcohol inferior-aminas secundarias.
Típicamente, estas aminas secundarias contendrán de 2 a 4
átomos de carbono. En lo que se refiere a la amina secunda
10 ría preferida de la presente invención, la dimetilamina, -
se pueden adquirir en general en el comercio soluciones --
acuosas con una concentración que oscila entre 15 y 60% en
peso. Con frecuencia es conveniente, dentro del curso de -
la presente invención, utilizar una solución acuosa lo más
15 concentrada que sea posible, debido al hecho de que son ne
cesarias menores instalaciones de almacenamiento.

Como la corriente del procedimiento de la presente in
vención puede ser formada por adición de la emulsión de --
agua en aceite del polímero de acrilamida finamente dividi
do, formaldehído y amina secundaria, en cualquier orden, -
20 la invención se describirá en términos de agua y reaccionan
tes. Estos reaccionantes incluyen la emulsión de agua en -
aceite, el formaldehído, la alcohol inferior-amina secun
daria, y el agente tensioactivo hidrófilo utilizado para -
provocar la inversión de la emulsión de agua en aceite. El
25 orden de adición de reaccionantes a la corriente de agua -
del procedimiento continuo no es esencial, y los familiari
zados con la técnica verán que el producto final obtenido
será el mismo, independientemente del orden de adición. --
Debe señalarse que aunque el agente tensioactivo hidrófilo
30 ha sido enumerado como uno de los reaccionantes, éste pue-

1 de incorporarse fácilmente a uno de los otros reaccionan-
tes, como los que se han descrito anteriormente.

5 El método de la presente invención para la prepara-
ción de una solución acuosa diluida de un polímero de acrí-
lamida modificado catiónicamente, implica generalmente un
mezclado en la conducción, de los diversos ingredientes en
tre sí, seguido por el almacenamiento del producto acaba-
do.

10 La figura 1 muestra un diagrama de flujo que descri-
be el procedimiento de la presente invención.

Con referencia al dibujo, la invención puede ser des-
crita de la manera siguiente:

15 El agua procedente de una fuente que no se muestra, -
se dirige a través de la conducción 2, pasando por la bom-
ba 4, la válvula de control 6, el medidor de caudal 8 y la
válvula 10. El medidor de caudal 8 indica el caudal de - -
agua que está siendo bombeado por la bomba 4, utilizándose
las válvulas 6 y 10 para regular el caudal. Un segundo - -
reaccionante procedente de depósitos de almacenamiento que
20 no se muestran, se dirige a la conducción 14 y pasa por la
bomba 16, la válvula 18, el medidor de caudal 20 y la vál-
vula 22. Las válvulas 18 y 22 se utilizan para regular el
caudal de combinación con el medidor de caudal 20. Al sa-
lir de la válvula 22, el segundo reaccionante entra en la
25 conducción 24 y se pone en contacto con el agua contenida
en la conducción 2, en el punto 12.

30 Un tercer reaccionante procedente de depósitos de al-
macenamiento que no se muestran, entra en la conducción 26
y pasa por la bomba 18, la válvula 30, el medidor de cau-
dal 32 y la válvula 34, saliendo a la conducción 36. La --

1 válvula 30, el medidor de caudal 32 y la válvula 34, se -
utilizan para regular el caudal del tercer reaccionante -
que está siendo bombeado por la bomba 28. Desde la conduc-
ción 36, el tercer reaccionante entra en contacto con la
5 corriente acuosa del procedimiento, que contiene el segun-
do reaccionante y agua, en el punto 40.

Un cuarto reaccionante procedente de depósitos de al-
macenamiento que no se muestran, entra en la conducción -
42, y pasa por la bomba 44, la válvula 46, el medidor de
10 caudal 48 y la válvula 50, saliendo a la conducción 52. -
Las válvulas 46 y 50 se utilizan para regular el caudal -
desde la bomba 44, y se utilizan en combinación con el me-
didor de caudal 48. Desde la conducción 52, el cuarto reac-
cionante entra en contacto con la corriente acuosa del --
15 procedimiento que contiene los reaccionantes segundo y --
tercero y agua, en el punto 54.

El quinto reaccionante procedente de depósitos de al-
macenamiento que no se muestran, se dirige a la conducción
56, en la que pasa por la bomba 58, la válvula 60, el me-
20 didor de caudal 62 y la válvula 64, a la conducción 66. -
Las válvulas 60 y 64 se utilizan en combinación con el me-
didor de caudal 62, para regular el caudal del quinto reac-
cionante que está siendo bombeado por la bomba 58. Desde
la conducción 66, el quinto reaccionante entra en la co--
25 rriente acuosa del procedimiento, que contiene los reac--
cionantes segundo, tercero y cuarto.

La corriente del procedimiento continuo, inmediata--
mente después de pasar por el punto 70, se dirige al mez-
clador 72. Este mezclador sirve para la función de provo-
30 car la inversión de la emulsión de agua en aceite del po-

1 límero de acrilamida finamente dividido, e inicia la reac-
ción entre el polímero contenido en la emulsión de agua en
aceite y los otros reaccionantes. La corriente acuosa del
procedimiento sale del mezclador por la conducción 74, y la
5 solución acuosa de un polímero de acrilamida catiónicamente
modificado así formada, se hace pasar por el punto 76 a las
instalaciones de almacenamiento o de envasado no mostradas.

La alcoholo inferior-amina secundaria alifática utili-
zable en la presente invención, se añade a la corriente acu-
10 sa del procedimiento, en una cantidad suficiente para prepa-
rar una corriente acuosa del procedimiento, que contiene de
1,0 a 15% en peso de la amina secundaria, en cualquier pun-
to 12, 40, 54 o 70. Generalmente, una realización preferida
de la presente invención es añadir un ligero exceso molar -
15 de la amina secundaria al formaldehído añadido en una etapa
posterior. Este exceso está presente, generalmente, en una
concentración de 1 a 10% molar, y su finalidad es inhibir -
la reticulación del polímero resultante por el formaldehído,
durante el almacenamiento del producto final.

20 El agente tensioactivo soluble en agua, capaz de in-
vertir la emulsión de agua en aceite, se añade a la corrien-
te acuosa del procedimiento continuo, en cualquier punto -
12, 40, 54 y 70. Este agente tensioactivo debe ser soluble
en agua y los tipos de agentes tensioactivos utilizables -
25 en esta solicitud, se describen en general en las patentes
de Estados Unidos 3.624.019 y 3.734.873, de Anderson y - -
otros. Una clase de agentes tensioactivos, particularmente
útil, son los nonilfenoles etoxilados, tales como Triton -
X-114, un agente tensioactivo que puede adquirirse en el --
30 comercio, de la Rohm Haas Company.

1 Como se ha indicado anteriormente, el agente tensio--
activo debe estar presente en el sistema en una concentra-
ción de 0,1 a 2% en peso y, como se ha expuesto anterior--
mente, puede incluirse en la emulsión de agua en aceite. -
5 Esto es para asegurar que la emulsión de agua en aceite que
ha de ser añadida en un punto posterior aguas abajo, será
invertida con éxito cuando se esté mezclando con los otros
reaccionantes.

10 El formaldehído añadido al sistema en los puntos 12,
40, 54 y 70, se añade en forma de una solución acuosa, que
generalmente tiene una concentración que oscila entre 10 y
40% en peso. Preferiblemente, el formaldehído se utiliza -
en una forma lo más concentrada posible, con el fin de eli-
minar problemas de almacenamiento, y se prefiere utilizar -
15 soluciones de formaldehído que contienen de 35 a 40% en pe-
so de formaldehído. A título de ejemplo del procedimiento,
cuando se añade el formaldehído por el punto 54, se ajusta
la válvula 46 según las indicaciones del medidor de caudal
48, para proporcionar una proporción molar de formaldehído
20 a amina secundaria comprendida entre 1,0 : 1,0 y 1,0 : 1,1.

25 La emulsión de agua en aceite finamente dividida, de
un polímero de acrilamida soluble en agua, se trata de nue-
vo de un modo muy semejante, y se añade a la corriente acu-
sa del procedimiento por los puntos 12, 40, 54 o 70, en --
una proporción molar de funcionalidad amídica presente en
el polímero de acrilamida, a formaldehído añadido o que ha
de ser añadido, comprendida preferiblemente entre 0,9 : 1
y 1,0 : 0,9.

30 Debe señalarse que en el procedimiento de la presente
invención, se puede preparar un polímero de acrilamida ca-

1 tíonicamente modificado, que tenga un grado conocido de ca
tionicidad, haciendo reaccionar una cantidad mayor o menor
de la dimetilamina y del formaldehído con la acrilamida. -
Es decir, por ejemplo, se puede preparar un polímero cati^ó
5 nico que tenga cualquier grado de cationicidad comprendida
entre 0 y 100%, variando la cantidad de formaldehído añadi
da a la cantidad de funcionalidad amídica presente.

 Sin embargo, debe tenerse en cuenta que debe añadirse
suficiente cantidad de polímero de acrilamida, y que el --
10 procedimiento en su conjunto debe hacerse funcionar con --
una concentración mediante la cual el producto final que -
sale por el punto 76, tenga una viscosidad controlada. Es-
to dependerá del peso molecular del polímero de acrilamida
particular empleado, habiendo presente una mayor viscosi--
15 dad para pesos moleculares mayores, para una concentración
equivalente. Desde el punto 70, la corriente acuosa del --
procedimiento continuo se hace: pasar por el mezclador 72.

 Los mezcladores empleados en el curso de la presente
invención, pueden ser cualquiera de entre varios tipos. Es
20 tos incluirían mezcladores de tipo de hélice; mezcladores
inyectores, véase por ejemplo la patente de Estados Unidos
2.531.547, mezcladores de orificio y de tobera, mezclado--
res de chorro, mezcladores de conducción agitada, véase --
por ejemplo la patente de Estados Unidos 2.183.859; y mez-
25 cladores del tipo generalmente conocido como Kenics. En el
curso de la presente invención, se prefiere utilizar, en
general, un mezclador de tipo Kenics. Estos mezcladores se
describen, de un modo general, en las patentes de Estados-
Unidos 3.286.992; 3.297.305; 3.664.638; y 3.704.006. Los -
30 parámetros de funcionamiento de estos mezcladores depende-

1 tán, en general, de la velocidad de flujo o caudal que es-
tá pasando por ellos, y los parámetros de este tipo pueden
determinarse fácilmente en el campo de la ingeniería quími
ca.

5 Después de pasar por el mezclador 72, se forma un po-
límico de acrilamida catiónicamente modificado, soluble en
agua, que contiene de 1,0 a 15% de sólidos. La temperatura
de la corriente del procedimiento puede mantenerse entre -
15 y 50°C, provocando la temperatura más alta una reacción
10 con la amina secundaria y con el formaldehído, mucho más rá-
pida que el polímico de acrilamida invertido.

Es importante, dentro de la presente invención, el que
se empleen algunos medios de regular el caudal de los reac-
cionantes que entran al sistema. Las válvulas 16, 18, 30,
15 46 y 60 regulan el caudal de reaccionantes que entran en -
la corriente del procedimiento continuo, ajustándose las -
válvulas mediante el caudal indicado en los niveles de cau-
dal 8, 20, 32, 48 y 62. Las válvulas 10, 22, 34, 50 y 64 -
están presentes como dispositivos de control auxiliares y
20 como medio para desconectar una o más conducciones por com-
pleto, en el caso de que sea necesaria una limpieza. Los -
medidores de caudal empleados pueden ser ajustados para --
que se lean de cualquier manera conveniente; sin embargo,
se prefieren los galones o litros por minuto, debido a la
25 facilidad con que puede determinarse la concentración de
los reaccionantes que están siendo alimentados en el siste-
ma.

Cuando se incorpora el agente tensioactivo hidrófilo
soluble en agua a la emulsión de agua en aceite del políme-
30 ro de acrilamida finamente dividida, será innecesario un -

1 punto de adición descrito anteriormente. Debe señalarse -
que no es esencial el número de puntos de adición en esta
invención, en tanto que los reaccionantes se introduzcan
en el sistema de cualquier forma para la preparación del
5 polímero de acrilamida catiónicamente modificado. Un ejem-
plo es el hecho de que el orden de adición no es esencial
para la emulsión de agua en aceite del polímero de acril-
amida finamente dividido, añadiéndose esta emulsión a la -
corriente del procedimiento que contiene agua, bien sea -
10 primero o al final o en la parte media, en tanto que aqué-
lla esté presente en la corriente del procedimiento antes
de su paso por el mezclador.

La solución acuosa acabada de un polímero de acrilamida
catiónicamente modificado, soluble en agua, producida
15 de acuerdo con la presente invención, permanecerá esta-
ble durante su almacenamiento a lo largo de un período de
tiempo de varias semanas. Con el uso del presente procedi-
miento y su relativa sencillez, el sistema puede ser ins-
talado en el lugar del usuario final, para producir el po-
20 límero, si es necesario. Además, el polímero producido de
acuerdo con la presente invención, puede frecuentemente no
alcanzar una actividad completa: (es decir, una carga ca-
tiónica) en un período de 4 a 20 horas, de tal modo que
puede ser necesario un punto de retención antes del uso.

25 Con el fin de ilustrar la presente invención, pero -
no de limitarla, se presenta el siguiente ejemplo:

Para un sistema, en general como se ha descrito en -
la figura 1, se establecería un caudal de agua de 38 li-
tros por minuto. A este caudal de agua se añadiría, en un
30 primer punto aguas abajo, un caudal de 6.056,5 g por minu

1 to de una solución acuosa al 60% de dimetilamina. Esto es-
tablecería una concentración de dimetilamina de 8,25%. Por
un segundo punto aguas abajo del primer punto aguas abajo,
se añadiría entonces 439,1 g por minuto de agente tensioac-
5 tivo del tipo de nonilfenol etoxilado, tal como Triton - -
X-114.

Por un tercer punto aguas abajo del punto en el que -
se añade el agente tensioactivo, se añadirían 6.220,2 g --
por minuto de una solución acuosa con un contenido de 37%
10 de formaldehído. Esto proporcionaría un exceso del 5% mo--
lar de dimetilamina con relación al formaldehído, introdu-
ciéndose 80,75 moles por minuto en comparación con los - -
76,715 moles de formaldehído por minuto. Por un cuarto pun-
to aguas abajo del punto por el que se había añadido el --
15 formaldehído, se añadirían entonces 21.444 gramos de una -
emulsión de agua en aceite de poliacrilamida con un conte-
nido de 25,4% de polímero y con una viscosidad intrínseca
de 8,5. Esto proporcionaría una proporción molar de 1:1 de
polímero a formaldehído presentes en la corriente acuosa -
20 del procedimiento.

La corriente acuosa del procedimiento se haría pasar
entonces por un mezclador Kenics de una longitud de 1,2 --
metros y que funcionaría a una temperatura a 25°C. Durante
el paso de la corriente acuosa del procedimiento por el --
25 mezclador, la emulsión de agua en aceite se invertiría, --
creando una solución acuosa diluida de poliacrilamida. Es-
ta poliacrilamida sería hecha reaccionar, seguidamente, --
dentro del mezclador, con la dimetilamina y el formaldehi-
do, de tal modo que, al salir del mezclador, la solución -
30 acuosa diluida contendría 10,6% en peso de una N-metilolpg

1 liacrilamida. Este material se dirigiría seguidamente, a
su almacenamiento o a envases. Este polímero así producido
tendría un valor de carga catiónica elevado, tal como se
5 determina por valoración coloidal, y sería utilizable en
el campo de la carga del papel y de la deshidratación de
residuos industriales y urbanos.

10

REIVINDICACIONES

15

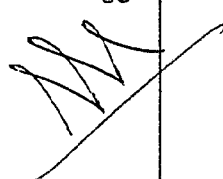
Los puntos de invención propia y nueva, que se presen
tan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de -
Invención en España, por VEINTE años, son los que se reco-
20 gen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para la preparación de una so-
lución acuosa diluída de una poliacrilamida modificada ca-
tiónicamente, a partir de una emulsión de agua en aceite -
de un polímero de acrilamida soluble en agua, finamente di-
25 vidido, comprendiendo dicho procedimiento: A. Formar una -
corriente de procedimiento continuo, que contiene: i. 1,0
a 15,0% en peso de una alcoholo inferior-amina secundaria,
soluble en agua, que contiene de 2 a 4 átomos de carbono;
ii. de 0,5 a 4,0% en peso de formaldehído, introduciéndose
30 dicho formaldehído en forma de una solución acuosa que con

1 tiene de 1 a 40% en peso de formaldehído, caracterizándose
además la cantidad de formaldehído añadida por estar en -
una proporción molar sustancialmente igual que la cantidad
de amina secundaria añadida en i; iii. de 1,4 a 9% en pe-
5 so de un polímero de acrilamida, estando dicho polímero -
de acrilamida contenido en una emulsión de agua en aceite,
que comprende: a) una fase acuosa comprendida entre 30 y
95% en peso de la emulsión, definiéndose dicha fase acuosa
10 como la suma de polímero y de agua presentes; b) de 20 a
50% en peso de polímero de acrilamida finamente dividido;
c) de 5 a 70% en peso de un líquido hidrófobo; d) de 0,1
a 21% en peso de un agente emulsificante de agua en acei-
te; iv. de 0,1 a 2% en peso de un agente tensioactivo hi-
drófilo, soluble en agua, capaz de invertir la emulsión de
15 agua en aceite de iii; y v. Agua; B. Someter dicha corrien-
te de procedimiento continuo a un mezclado turbulento en
la conducción, con lo que dicha emulsión de agua en acei-
te de un polímero de acrilamida finamente dividido, es in-
vertida, siendo afectada la reacción de la amina secunda-
20 ria, del formaldehído y del polímero de acrilamida, entre
sí; y, seguidamente, C. recuperar continuamente una solu-
ción acuosa del 1,0 al 15% de un polímero de acrilamida ca-
tiónicamente modificado.

25 2a.- "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA SO-
LUCION ACUOSA DILUIDA DE UNA POLIACRILAMIDA MODIFICADA CA-
TIONICAMENTE".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,
representado en los dibujos que se acompañan y para los --
fines que se han especificado.

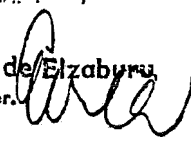


1 Esta Memoria consta de veintidós hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24.11.77

P.A.:

Oscar de Elizaburu
Per Poder.



5

10

15

20

25

30 ARS/i.



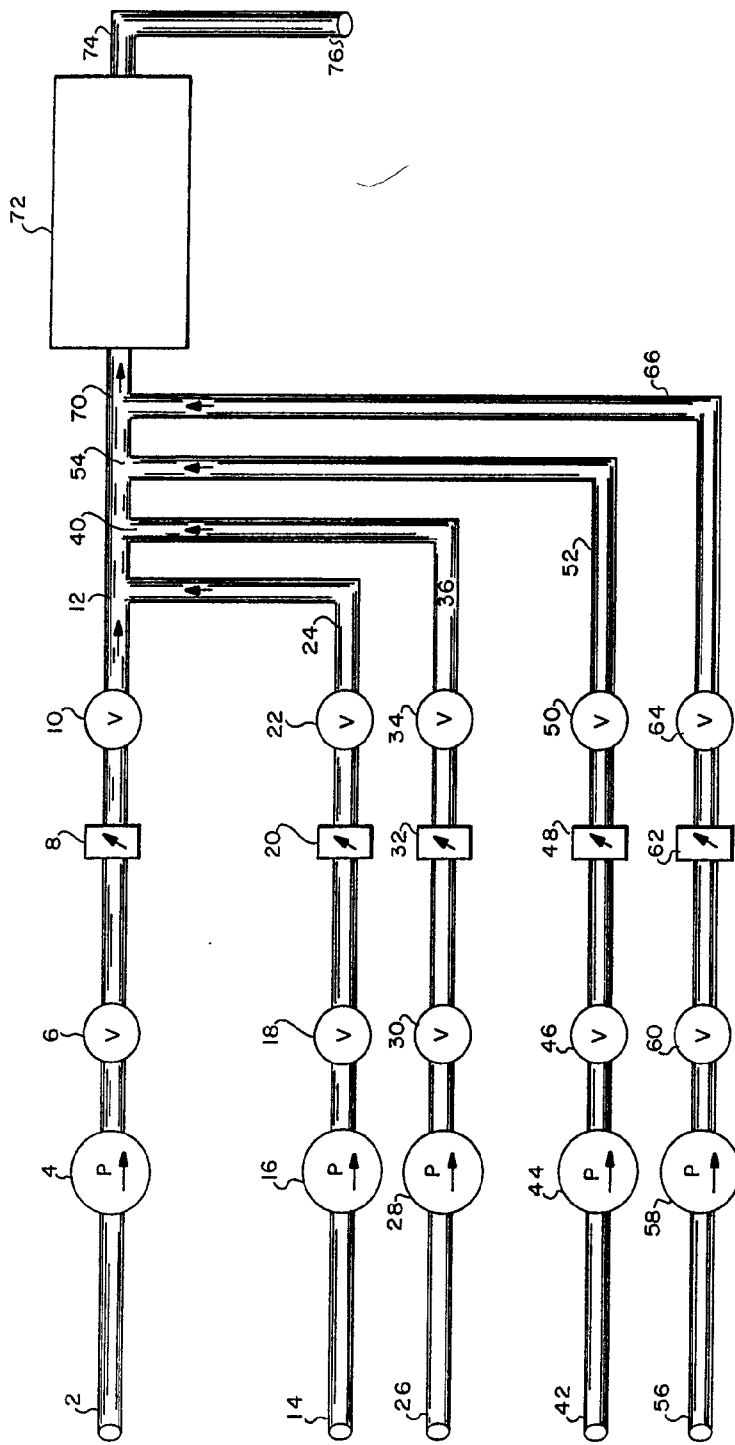


FIG. I

Discor & Fitzpatrick
Pat. Attys.

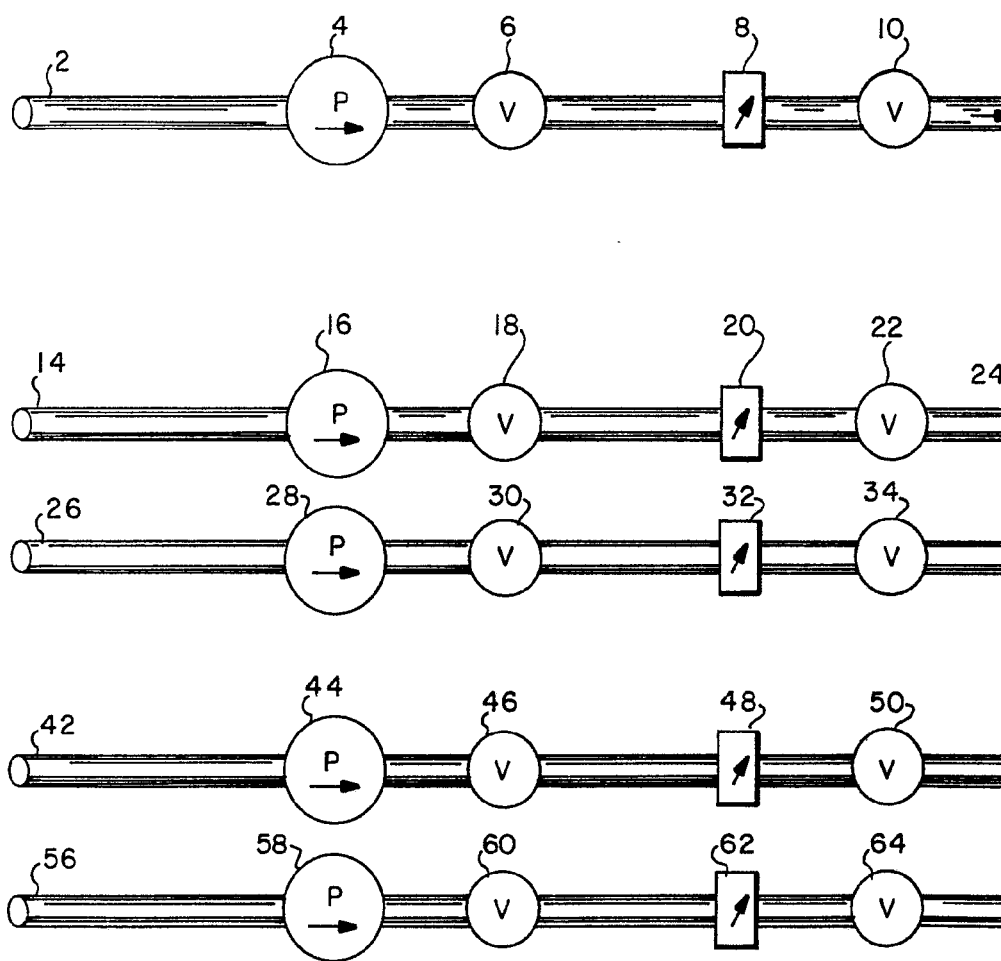
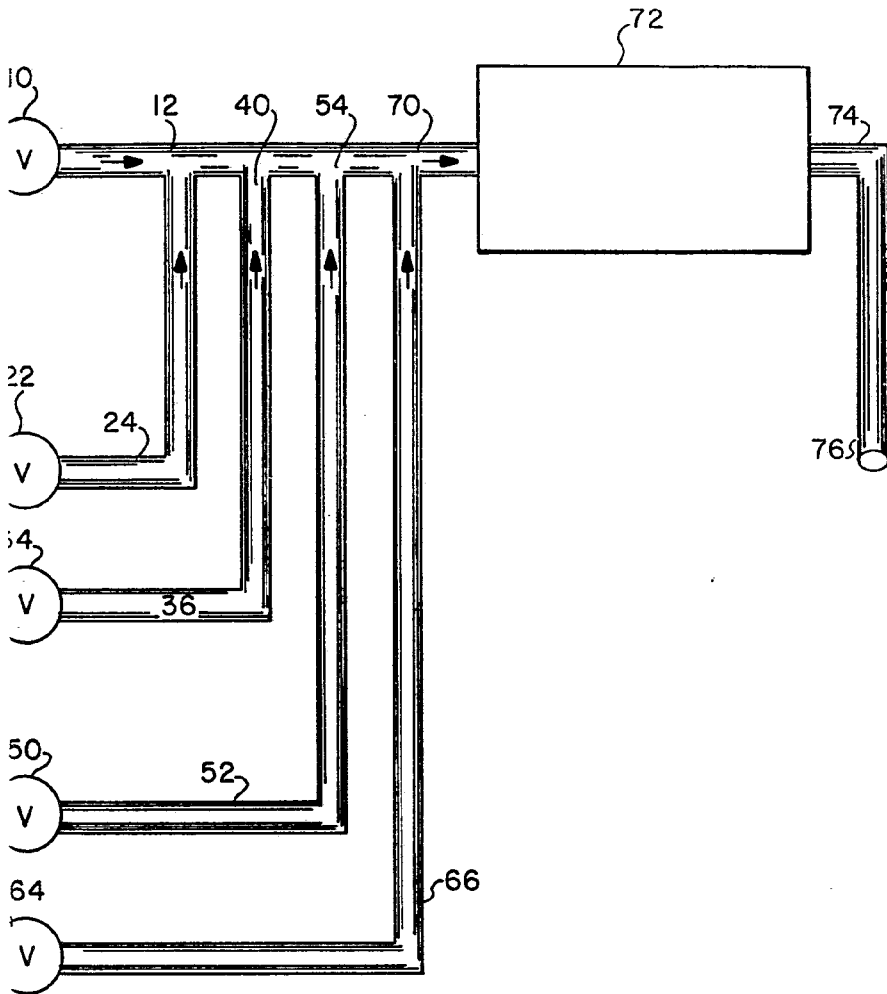


FIG. I



i. |

Oscar de la Raza
for Pocat