

"POUDRE A MOULER"
= N^o 526 =

Patente Española

MEMORIA

descriptiva sobre: "Un procedimiento de fabricación de productos de condensación de las Carbanidas, bicarbanidas y sus derivados, con aldehidos, y en particular el formaldehido."

POR

Pollojas Limited

DE

Nottingham,

Inglaterra.

"POUDRE A MOULER".

Nº 526.
=====

Memoria descriptiva

sobre

"Un procedimiento de fabricación de productos de condensación de las carbamidas, tiocarbamidas y sus derivados, con aldehidos y en particular el "formaldehido".

=====

Solicitantes: POLLOPAS LIMITED, residentes en:
nº 1 Oxford Street, Nottingham,
Inglaterra.

=====

- Es ya conocido un procedimiento de fabricación de soluciones de condensación mixtas de productos de condensación de la urea y de la tio-urea, que consiste en añadir simultáneamente tio-urea y un catalizador ácido a la urea previamente tratada durante breve tiempo en una solución alcalina o neutra. De este modo se obtienen resinas muy resistentes al agua.
5. Sabido es que la condensación de la urea ofrece dificultades con las que no se tropieza en la condensación de la tio-urea. La urea tiene señalada tendencia a formar productos amorfos insolubles, (al parecer urea de metilo) que perturban y enturbian la solución de condensación y no toman parte alguna más en la reacción. Estos productos se vuelven a encontrar en el producto final
10. moldeado, en forma de cuerpos que se hinchan en el agua,
- 15.



y menoscaban así sensiblemente las propiedades, que por lo demás son buenas, de la materia de los productos acabados.

20. Se puede, como es sabido, evitar la formación de estas sustancias amorfas, que escasamente contribuyen a la formación de resina, sometiendo la urea, antes de la condensación o polimerización propiamente dicha, a un tratamiento previo por medio de formaldehído en una solución alcalina o neutra. Ahora bien, estos procedimientos conocidos no permiten obtener una reducción notoria del porcentaje en formaldehído que se necesita para la reacción.

25. Procedimientos de fecha más reciente han demostrado que es posible llevar a cabo la reacción de condensación de la urea y del formaldehído de manera tal que el porcentaje de esta última sustancia quede notablemente reducida, impidiendo al propio tiempo la formación del productos amorfos.

30. Estos procedimientos recientes consisten en introducir paulatinamente una solución previamente condensada y que contenga 1 molécula de urea por una molécula de formaldehído, en una solución de condensación ácida que contenga 1 molécula de urea por 2 moléculas, cuando menos, de formaldehído. Se introduce, pues, por ejemplo, una solución neutra de monometilol-urea en una solución caliente de dimetilol-urea mezclada con catalizadores ácidos. Tratando esta solución en la forma de costumbre se acaba por obtener una resina que contenga urea y formaldehído en una proporción que oscile entre 1:1.4 y 1: 1.8 y que no presente productos amorfos perjudiciales.
35. A una solución de condensación así preparada se puede, como es natural, añadir tio-urea, como a cualquier otra solución, pero solamente en cantidades limitadas, porque sí bien es cierto que la condensación de la tio-urea no presenta dificultades de por sí, las soluciones
- 40.
- 45.
- 50.



turbias antes citadas pueden, no obstante, producirse por reacción, en razón al parecer, al hecho de que se retira formaldehído del producto de condensación poco polímero de la urea y del formaldehído.

55. También es conocida la idea de condensar simultáneamente una mezcla de urea y de tio-urea con formaldehído del comercio, o de mezclar la solución de condensación de la urea, preparada aparte, con la solución de condensación de la tio-urea. Como quiera que este procedimiento puede realizarse sin que haya
60. necesidad de atenerse a las condiciones necesarias para la reacción de condensación de la urea, no pueden obtenerse de este modo productos utilizables a menos de que se opere a bajas temperaturas inferiores a 60° C e
65. introduciendo en la reacción una cantidad de tio-urea igual a 120% por lo menos de la cantidad de urea utilizada. Tan solo esta considerable adición de tio-urea es capaz de anular la acción nociva de los productos amorfos de la urea que se forman inevitablemente en la realización de
70. este procedimiento y con todo y con eso este resultado no puede obtenerse sino operando a bajas temperaturas lo cual exige como es natural, para la condensación una duración de 10 a 14 horas por lo menos. No obstante, la fuertísima adición de tio-urea, el polvo a comprimir
75. preparado por este procedimiento requiere una duración de compresión relativamente grande, que es por ejemplo, mucho mayor que la duración de compresión del conocido polvo o polvos comprimibles a base de bakelita. Si en
80. este procedimiento se opera a altas temperaturas, o si se añade una mayor cantidad de catalizadores ácidos, se obtendrán inevitablemente cantidades tales de
85. productos turbios y amorfos de la urea que la materia será prácticamente inservible. La aplicación de la temperatura de calentamiento y de la cantidad de ácido justa que además son posibles dan desde luego por resultado soluciones



de condensación de las que se obtiene, (por ejemplo, mediante mezclas con materias inertes y secado a bajas temperaturas) un polvo comprimible utilizable, pero en este polvo, la resina se halla tan poco polimerizada que se necesitan duraciones de compresión bastante largas y no se obtienen productos comprimidos enteramente resistentes al agua, cualquiera que sea, además, la duración de la compresión.

90. Partiendo del primero de los procedimientos antedichos, y teniendo en cuenta los procedimientos de ulterior descubrimiento y que señalan las condiciones a realizar para conducir como es debido la condensación de la resina de urea pura, se ha llegado a la comprobación insospechada de que simplificando estos procedimientos se puede fabricar una resina que contenga urea a la par que tio-urea en la forma que corresponde exactamente a la naturaleza de estos dos productos, lo cual permite operar con una proporción cualquiera que se desée de urea y de tio-ourea, aun a 100. temperaturas elevadas y utilizando catalizadores 105. ácidos en grandes cantidades.

Se puede, pués, obtener una resina de polimerización conveniente no utilizando además, sino una cantidad de tio-urea casi igual a la mitad de la 110. cantidad de urea. El efecto sorprendente de este procedimiento se manifiesta sobre todo en la fabricación de polvos comprimibles que dan, con una duración de compresión muy corta, igual o inferior a la duración de compresión de los polvos comprimibles a base de 115. bakelita un comprimido sumamente resistente y prácticamente insensible a la acción del agua.

El nuevo procedimiento consiste esencialmente en introducir gradualmente una mezcla de urea y de tio-urea, mezcla previamente tratada por formaldehido 120. en solución alcalina o neutra, en una solución condensada



- caliente de urea y de formaldehído, a la cual se habrán añadido catalizadores ácidos. Las proporciones elegidas son, de preferencia las siguientes: se toma una solución débilmente alcalina o neutra preparada de manera que
125. contenga 1 mol. de urea, 1 molécula de tio-urea y 2 moléculas de formaldehído y se introduce en una solución a la cual se hayan añadido catalizadores ácidos que contengan, por lo menos, 2 moléculas de formaldehído por 1 molécula de urea. Se introduce, pués, paulatinamente
130. una solución neutra de monometilol-urea y de monometilol-tio-urea en una solución de dimetilol-urea a la cual se hayan añadido catalizadores ácidos.
- El resto del tratamiento de la solución de condensación así preparada, tiene lugar como de costumbre.
135. La ventaja especial del nuevo procedimiento consiste en el hecho de que se es dueño en absoluto de preparar a voluntad, una solución de condensación mixta de urea y de tio-urea, de manera ^{no tan solo} que se obtenga una mezcla en proporciones cualesquiera, sino utilizar, además una
140. concentración de ácido, una duración de condensación y una temperatura de condensación cualesquiera. Esto constituye una ventaja sumamente notoria en lo que concierne la fabricación de polvos comprimibles. En efecto, como quiera que no hay límites muy estrechos,
145. en lo que respecta a estos factores, se puede fabricar un producto de polimerización de tan elevada uniformidad que posea, además, el límite de derrame necesario, y que solo requiera muy poco tiempo para alcanzar la última fase de polimerización, en la prensa. Como
150. quiera que la condensación se regula desde un principio en la forma que se quiera el polvo puede ser secado de una manera muy perfecta y completa sin peligro no obstante la presencia de ácido y de cantidades relativamente pequeñas de tio-urea. Esto constituye
155. un factor de suma importancia para la industria en gran



- escala, puesto que mediante simple calentamiento a temperaturas elevadas y en condiciones industriales se puede mejorar sensiblemente la materia ácida a comprimir que presente una fase de polimerización demasiado baja para un uso determinado, y se es dueño en absoluto de alcanzar, mediante un secado ulterior, un grado de polimerización cualquiera y por consiguiente, una duración de compresión muy corta.

EJEMPLO 1.

165. Se toman 300 partes en peso de carbamida, se disuelven en 1500 partes en peso de formaldehído al 30% previamente neutralizado, y se añaden 5 partes en peso de ácido acético al 10%.
- Se calienta la solución hasta que hierve
170. y se introduce en esta solución hirviente una disolución de 562 partes en peso de tio-urea y de 450 partes en peso de carbamida, en 1500 partes en peso de formaldehído neutro al 30% en el transcurso de un cuarto de hora a media hora. Se deja luego hervir todavía durante un
175. periodo de tres cuartos de hora hasta una hora próximamente. Transcurrido este tiempo, se habrán producido masas muy hidrófobas que se separan en grandes cantidades durante el enfriamiento. El producto de condensación obtenido neutro o ácido, se mezcla tal cual es con celulosa
180. y se seca a bajas temperaturas. Después se muele el producto secado y se somete a tratamiento en una prensa en caliente, a fin de obtener productos comprimidos.

EJEMPLO 2.

185. Se toman 400 partes en peso de formaldehído neutro, se añaden 6 partes en peso de ácido acético al 10% y se deja hervir todo ello. Se introduce en esta solución en ebullición una solución formada por 456 partes en peso de tio-urea y 720 partes en peso de urea más 1800 partes en peso de formaldehído neutro,
190. en el transcurso de una media hora.



Se deja esta solución continuar hirviendo por espacio de tres cuartos de hora a una hora próximamente, hasta que se hayan formado másas muy hidrófobas, y luego se seca de una manera neutra o ácida a bajas temperaturas.

195.

EJEMPLO 3.

Se toman 300 partes en peso de carbamida, se disuelven de manera neutra en 1500 partes en peso de formaldehido, se añaden 5 partes en peso de ácido acético al 10% y se pone todo ello en ebullición. Se introduce en la solución hirviente una disolución formada por 660 partes en peso de carbamida, 456 partes en peso de tio-urea y 1700 partes en peso de formaldehido neutro al 30%, por espacio de 3 cuartos de hora a una hora próximamente.

200.

Se deja que la solución continúe hirviendo durante una hora más sobre poco más o menos hasta que llegan a formarse masas muy hidrófobas, y se mezcla el producto neutro o ácido tal cual es con celulosa y se somete a tratamiento como de costumbre.

205.

El presente invento tiene tambien por objeto, a título de productos industriales nuevos los productos de condensación de las carbamidas tio-carbamidas y sus derivados, con los aldehidos, y muy especialmente el formaldehido, obtenidos por el procedimiento que queda explicado.

210.

N O T A.

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza de nuestro invento asi como la manera de llevarlo a la práctica, debemos hacer constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que se altere el principio fundamental del invento. Tambien se hace constar que dicho invento se refiere a la patente alemana de fecha 12 de Septiembre de 1930, señalada con el nº K.839.30, accogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden

215.

220.

225.



- los Convenios Internacionales en vigor y lo que constituye la esencia del invento y por lo que solicitamos patente de invención por veinte años en España es por: "Un procedimiento de fabricación de productos de condensación de las carbamidas, tiocarbamidas y sus derivados, con aldehidos y en particular el formaldehido"; caracterizándose por lo siguiente:
230. 1º.=Por un procedimiento que consiste en introducir gradualmente una mezcla de urea y de tio-urea, (mezcla que habrá sido previamente tratada por formaldehido en solución alcalina o neutra), en una solución de condensación caliente de urea y de formaldehido a la cual se habrán añadido catalizadores ácidos, y en continuar calentando luego la solución hasta que la
235. 240. resina se separa de ella durante el enfriamiento, siendo luego tratada dicha solución como de costumbre.
245. 2º.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª en el que se introduce una solución preparada por una reacción alcalina o neutra, en proporciones correspondientes a una molécula de urea y una molécula de tio-urea por dos moléculas de formaldehido, en una solución a la cual se añaden catalizadores ácidos y que habrá de contener por lo menos, dos moléculas de formaldehido por una molécula de urea.
250. 3º.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 2ª, según el cual se introduce paulatinamente una solución de monometilol-urea y de monometilol-tio-urea en una solución de dimetilol-urea a la cual se habrán añadido catalizadores ácidos.
255. 4º.= El procedimiento de obtención de productos de condensación de las carbamidas, tiocarbamidas y sus derivados con aldehidos, y en particular el formaldehido, con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.



260.

"Un procedimiento de fabricación de productos de condensación de las carbamidas, tiocarbamidas y sus derivados, con aldehidos y en particular el formaldehido"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de nueve hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 27 de Junio de 1931.

POLLOPAS, LIMITED.

P.P.