

123530

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA.- BASILEA (Suiza).



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

para "Un procedimiento para la preparación de materias artificiales"-----

a favor de la: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA, de nacionalidad suiza, domiciliada en: 141, Klybechstrasse, BASILEA (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

En las patentes nº 115.271 de 14 de octubre de 1929 (adición), nº 115.495 de 31 de octubre de 1929 y nº 115.583 de 5 de noviembre de 1929, de la solicitante, se han descrito distintas sustancias de adición por medio de las
5 cuales pueden modificarse entre extensos límites las propiedades, tales como la plasticidad, la duración, la solidez al calor, etc., de los productos de condensación obtenidos en presencia de ácido a partir de aminas aromáticas y de aldehído fórmico. Entre estas sustancias de adición,
10 en las patentes mencionadas se han citado: los agentes de



endurecimiento, tales como los aldehidos, los agentes susceptibles de desprender aldehidos, los productos de condensación a partir de aldehidos y susceptibles de ser endurecidos, además de los fundentes, tales como los productos de condensaciones fusibles obtenidos a partir de aldehidos, etc.

Según las patentes antes mencionadas, a las resinas finales obtenidas a partir de aminas y de aldehido fórmico, despojadas del ácido, secadas y pulverizadas se incorporan las sustancias de adición por molienda, pulverización con el pistolete, etc. Se ha observado que para la obtención de las mejores propiedades posibles para los productos finales tiene una gran importancia el que la mezcla presente una homogeneidad lo más completa posible.

Por mezoladura en seco no puede obtenerse una homogeneidad completa más que a costa de un tiempo considerable. Además, ciertas sustancias de adición son masas viscosas, siruposas o grasientas que solo con dificultad pueden dispersarse uniformemente en el substracto. Si se procura remediar este inconveniente con el empleo de disolventes, la mezcla ha de despojarse luego de nuevo del disolvente, lo que exige una operación ulterior y ocasiona pérdidas.

La presente invención está basada sobre la observación hecha de que las resinas de aminas recién precipitadas y obtenidas a partir de aminas aromáticas y de aldehido fórmico poseen, debido probablemente a su superficie extraordinariamente extensa, una capacidad de absorción tan



grande para las sustancias orgánicas que hasta los componentes que ya tienen por sí mismos una solubilidad considerable en el agua pueden ser fuertemente fijados por éstas, hasta el punto de que ni por el lavado escrupuloso se comprueban más que pérdidas insignificantes de estas sustancias. Gracias a dicha propiedad es posible combinar muchas sustancias de adición, tales como aldehidos, los productos de condensación de los aldehidos, fundentes, etc. directamente en la solución acuosa de reacción con las resinas obtenidas a partir de aminas y de aldehido fórmico, y obtener no sólo una dispersión especialmente uniforme sino también evitar el aislamiento de las sustancias de adición, a veces complicado y costoso, por cuanto aun las sustancias aceitosas y siruposas son precipitadas uniformemente, por absorción, sobre las resinas de aminas y de aldehido fórmico en forma voluminosa y proporcionan precipitados que se pueden filtrar, lavar, secar y pulverizar fácilmente.

Este procedimiento es especialmente adecuado para la fijación homogénea de las resinas sobre o en los substratos, tales como pasta de papel, serrín de madera, asbetina, papel, tejidos, etc., fijación que puede efectuarse de modo tan eficaz como en la patente nº 115.312 de 18 de octubre de 1929, de la solicitante. Los productos obtenidos según la presente invención permiten una penetración todavía más completa de los substratos y el empleo de presiones más bajas, gracias a su mayor fluidez.



65 La introducción de las sustancias de adición antes
mencionadas puede efectuarse en cualquiera de las fases
de la preparación de las resinas obtenidas a partir de
aminas y de aldehído fórmico. Los aldehídos de reacción
lenta, tales como el furfurool, el benzaldehído, etc., así
70 como los productos de condensación obtenidos a partir de
aldehído e insensibles a los ácidos pueden ser ya disper-
sados en la solución ácida de condensación, de la que se
precipitan luego sobre las resinas obtenidas a partir de
aminas y de aldehído fórmico al separar las mismas. Las
75 sustancias de adición solubles bajo forma de bases, ta-
les como los alcoholes fenólicos, las resinas fenólicas,
etc., también pueden disolverse en las bases que sirven
para eliminar el ácido y ser así precipitadas simultánea-
mente con las resinas. (Se entienden con la expresión
80 "alcoholes fenólicos" los productos que resultan de la
reacción entre el aldehído fórmico y el fenol en presen-
cia de álcali acuoso frío. Se conocen con los nombres de
metilolfenoles, metilolcresoles, etc.). También pueden
agitarse o malaxarse enérgicamente las suspensiones neu-
85 tras o básicas de las resinas precipitadas obtenidas a
partir de aminas y de aldehído fórmico, con las substan-
cias de adición, las cuales pueden disolverse con este fin
en un disolvente miscible con el agua, o pueden mezclarse
con las soluciones alcalinas de productos de condensación
90 de fenol y de aldehído y precipitarlas luego, por acidula-
ción adecuada, sobre las resinas de aminas y de aldehído



fórmico. En todos los casos el producto mixto exento de ácido, y eventualmente después de calentarlo a fin de facilitar la filtración, es filtrado, lavado hasta eliminación de los electrolitos y secado.

Los polvos obtenidos pueden moldearse del modo usual mediante el calor y la presión. En ciertos casos se reblandecen tan fácilmente y poseen una estabilidad tan grande a temperaturas moderadas que pueden ser endurecidos en los moldes sin presión.

Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención, si bien no la limitan.

EJEMPLO 1

Agitando enérgicamente, se introducen en la solución ácida del producto de condensación obtenido a partir de 93 partes de anilina, 500 partes de ácido clorhídrico al 7 % y 75 partes de formalina al 38 %, 30 partes de furfuro, se precipita con una solución de sosa cáustica y se lava con agua la resina teñida de rojo. El producto es fácilmente fusible y se endurece por la calefacción bajo presión, dando un producto negro brillante muy estable al calor.

EJEMPLO 2

Se disuelven 93 partes de fenol en 200 partes de una solución de sosa cáustica al 20 %, se añaden en frío 200 partes de una solución de aldehído fórmico al 38 % y se de-



115 ja el todo en reposo durante algunos días. Pasado este tiempo la solución contiene una mezcla de alcoholes polifenólicos.

Por otra parte, se disuelven 380 partes de anilina en 500 partes de ácido clorhídrico concentrado, se diluye y
120 se agita con 300 partes de una solución de aldehído fórmico al 38 % durante 1 hora a 50°. Después se introduce, agitando enérgicamente, la solución de alcohol fenólico, la cual es absorbida sin que la solución se enturbie, y se vierte el todo en la cantidad de sosa cáustica diluída
125 necesaria para que la papilla formada tenga reacción débilmente ácida. Luego se alcaliniza mediante carbonato sódico, se filtra y se lava. El polvo apenas coloreado así obtenido muestra una plasticidad excelente y se endurece a temperaturas inferiores a 140°, dando productos
130 moldeados de una notable resistencia mecánica y química.

EJEMPLO 3

Análogamente a como se ha indicado en el ejemplo 2, se prepara una solución de alcohol policresólico, empleando 106 partes de cresol bruto en lugar del fenol, se añaden, después de la completa condensación, 4000 partes de
135 una solución de sosa cáustica al 4 %, y se vierte sobre esta solución, agitando, una solución de condensación preparada como se ha indicado en el ejemplo 2 a partir de 380 partes de anilina, 2000 partes de ácido clorhídrico al 7 % y 300 partes de una solución de aldehído fórmico al 38 %.



140 La resina obtenida a partir de la amina y de aldehído fórmico y los alcoholes policresólicos son precipitados juntamente. Al final la solución ha de ser alcalina al carbonato sódico. La resina se filtra, lava y seca y se muele luego con 80 partes de furfurool. Al comprimirla se obtienen productos moldeados que tienen propiedades excelentes.

145

EJEMPLO 4

Se disuelven 93 partes de anilina en una cantidad equivalente de ácido clorhídrico diluído, se añaden 95 partes de formalina al 38 % y se calienta a 50° durante 1 hora. Por otra parte, se prepara una solución de 15 partes de una resina de fenol soluble en los álcalis en una cantidad tal de sosa cáustica diluída que después de introducir el producto de condensación obtenido a partir de amina y de aldehído fórmico la pasta formada acusa todavía reacción débilmente ácida, se neutraliza el ácido residual mediante carbonato sódico, se calienta la masa a unos 60°, se filtra y se lava el precipitado. Después del secamiento y la pulverización se obtiene un polvo que puede comprimirse fácilmente.

150

155

EJEMPLO 5

160 Una solución de condensación ácida obtenida a partir de 93 partes de anilina, 80 partes de ácido clorhídrico concentrado, 1000 partes de agua y 110 partes de una solu-



165 oión de aldehído fórmico al 38 % se vierte en una solución fuer-
temente alcalina de alcoholes fenólicos obtenida por condensación
de 1 molécula de fenol con 1 molécula de aldehído fórmico en
solución alcalina diluída que contenga aproximadamente 25 par-
tes de alcoholes fenólicos. Las soluciones combinadas se alcali-
nizan débilmente con carbonato sódico, y el precipitado así
obtenido se filtra, lava y seca. El producto puede comprimirse
170 a 150°, dando productos moldeados completamente homogéneos.

EJEMPLO 6

104 partes de anhidroformaldehídoanilina se diluyen
en 200 partes de agua caliente y se mezclan con 300 par-
tes de ácido clorhídrico al 12 %. Se agita luego a 60-90°
hasta la completa disolución de la mezcla, se añaden, agi-
175 tando, 15 partes de furfurool, y se vierte la mezcla en una
solución de alcoholes polifenólicos obtenida haciendo reac-
cionar durante varios días a la temperatura ordinaria 15 par-
tes de fenol y una cantidad 2 1/2 veces equivalente de alde-
hído fórmico en solución alcalina diluída a la cual se aña-
180 de, antes de unirla a la anterior, una cantidad suficiente
de carbonato sódico para neutralizar la solución ácida de
resina de amina. Se separa un precipitado voluminoso, que
se filtra, lava y seca. El polvo, que tiene una plastici-
dad excelente, puede comprimirse en productos moldeados.

EJEMPLO 7

185 108 partes de cresol se disuelven en 200 partes de una



solución de sosa cáustica al 20 %, se añaden en frío 280 partes de una solución de aldehído fórmico al 38 %, y el todo se deja en reposo durante algunos días. Se agregan luego 40 partes de aldehído fórmico del mismo porcentaje y agitando se vierte la mezcla en una solución de 186 partes de anilina en 3000 partes de ácido clorhídrico al 3,6 %, a la temperatura de 40°. Después de haber agitado durante 1 hora a 40° se neutraliza la masa por adición de carbonato sódico, se filtra y la materia sólida se lava. Por presión sobre el polvo así obtenido, a una temperatura de unos 140°, se obtienen productos moldeados con excelentes propiedades.

EJEMPLO 8

93 partes de anilina se disuelven en 1000 partes de ácido clorhídrico al 3,7 % y se mezclan con 100 partes de una solución de aldehído fórmico al 38 %. Después de haber agitado por espacio de 20 minutos a 40°, se precipita el producto de condensación adicionando 1000 partes de una solución de sosa cáustica al 4 %. Agitando se vierte en la masa neutra precipitada una solución ácida del producto de condensación obtenido a partir de 46 partes de anilina, 500 partes de ácido clorhídrico al 7 % y 37 partes de una solución de aldehído fórmico al 38 %, y por adición de una solución de sosa cáustica se precipita el producto de condensación en la suspensión del producto de condensación aislado primeramente. Se obtiene una mezcla perfec-



tamente homogénea de ambos precipitados, la cual se filtra, lava, seca y pulveriza. El polvo blanco puede moldearse a temperaturas o presiones adecuadas en productos moldeados de excelentes propiedades.

215 En lugar de la anilina o de la anhidroformaldehidoanilina pueden también emplearse en los ejemplos precedentes sus homólogos, como por ejemplo la o-toluidina, la m-xilidina, etc., o bien las bases de Schiff correspondientes, o las mezclas de los homólogos precipitados especialmente
220 te con la anilina o con la anhidroformaldehidoanilina.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA:

1.- La propiedad y la explotación exclusiva de un procedimiento de los productos de condensación obtenidos a partir de aminas aromáticas y de aldehído fórmico en presencia
225 de un ácido, con sustancias de adición, tales como los aldehídos, los agentes susceptibles de desprender aldehídos, los productos de condensación obtenidos a partir de los aldehídos, los fundentes y otros, caracterizado por el hecho
230 de que estas materias de adición se añaden antes del secado y la pulverización.

2.- La propiedad y la explotación exclusiva de un modo de realización del procedimiento de la reivindicación 1, consistente en dispersar las sustancias de adición en la
235 solución de condensación ácida, y en aislarlas por precipi-



pitación simultánea.

240 3.- La propiedad y la explotación exclusiva de un modo de realización del procedimiento según la reivindicación 1, consistente en disolver las sustancias de adición solubles en las bases en la base que sirve para la neutralización de la solución de condensación, y en precipitarlas simultáneamente con la resina obtenida a partir de aminas y el aldehído fórmico.

245 4.- La propiedad y la explotación exclusiva de un modo de realización del procedimiento de la reivindicación 1, consistente en precipitar las sustancias de adición, después de eliminar el ácido, sobre la resina de aminas y aldehído fórmico en suspensión.

250 5.- La propiedad y la explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para la preparación de materias artificiales".

Consta



- 12 -

Consta la presente memoria de doce hojas foliadas,
escritas por una sola cara.

Barcelona, 3 de Julio de 1931.

P. p. de la: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA
EN BASILEA,