

138397



138397

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I Ò N

a favor de la SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN  
BASILEA, residente en BASILEA (Suiza), por "PROCEDI-  
MIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS DE CONDENSACION  
A PARTIR DE UREA, FORMALDEHIDO Y HEXAMETILENTETRAMINA".

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la patente nº 134.478 se describe un proce-  
dimiento para la obtención de productos de condensación  
no endurecibles a partir de urea, formaldehido y hexa-  
metilentetramina. En la patente nº 132.659 se ha demos-  
5 trado entre otro que compuestos no endurecibles de esta  
naturaleza pueden ser convertidos en una forma endure-  
cible mediante la adición ulterior de urea y formaldehi-  
do.

Ahora se ha comprobado que esta clase de produc-  
10 tos de condensación no endurecibles, preferentemente



138397

aquellos que por 1 mol de urea contienen menos de 1 mol de formaldehído y menos de 0.1 mol de hexametilentetramina, pueden convertirse en productos endurecibles con la adición de formaldehído solo. Este procedimiento es  
15 completamente nuevo en el campo de urea-formaldehído y ofrece, por tanto, nuevas posibilidades de desarrollo y de trabajo.

Los productos no endurecibles de este procedimiento se obtienen preferentemente condensando 1 mol  
20 de urea con menos de 1 mol de formaldehído y menos de 0,1 mol de hexametilentetramina con o sin el empleo de medios de contacto ácidos. Al adicionar el medio de contacto desde el principio, entonces la concentración de iones de hidrógeno en el formaldehído puede ser ma-  
25 yor de lo que corresponde a un PH de 3. Las distintas sustancias pueden ser adicionadas todas ellas desde el principio, o bién, la adición puede efectuarse en una forma escalonada o sucesiva.

En lugar de urea pueden emplearse también  
30 tiourea, o aun mezclas de urea con tiourea u otras sustancias que reaccionan con el formaldehído, tales como fenoles, amidos y aminas, por ejemplo el toluol-sulfamido, acetamido, formamido, oxamido, uretano, ani-  
lina.

Las soluciones de los productos no endurecibles  
35 pueden ser por si condensadas o vaporizadas hasta alcanzar la sequedad. Tanto las soluciones, como los polvos secos pueden ser conservados durante el tiempo que se quiera. Esto constituye una gran ventaja de los pro-  
40 ductos no endurecibles, ya que pueden ser tratados sin

138397



ninguna precaución especial puesto que en este caso no existe, como en el caso de los productos endurecibles el peligro de que endurezcan ya durante su obtención o su conservación.

45                    Para convertir el producto no endurecible en endurecible, se le mezcla, con o sin suministro de calor, con formaldehído, convenientemente en cantidades tales que la proporción de mol entre urea y formaldehído sea de 1:1,5. Las soluciones de este modo obtenidas  
50 pueden ser trabajadas directamente, o bien, pueden seguir todavía condensándose más aun. El formaldehído puede ser adicionado de una sola vez, o en forma escalonada; una parte del mismo hasta puede ser adicionada en forma de polímeros secos al polvo de compresión triturándolo, tan solo antes de proceder a la compresión  
55 o moldeo. Si el medio de contacto ácido se adiciona solo a la solución endurecible, entonces se le disuelve convenientemente en el formaldehído que se trata de agregar, pudiendo entonces la concentración de iones  
60 de hidrógeno de este formaldehído ser mayor de lo que corresponde a un PH de 3. Con esta adición del medio de contacto, efectuada ya sea de una vez desde el principio, o bien en forma escalonada, los productos finales son altamente mejorados. Como medio de contacto  
65 entran en consideración ácidos oxálico ó fosfórico, o bien cualquier otro ácido orgánico ó inorgánico, o una sustancia que rinde ácido. También puede durante o después de la condensación volver a neutralizarse una parte o la totalidad del ácido.

70                    Como disolventes pueden emplearse tanto el agua



138397

como también líquidos no acuosos, o mezclas de ambos.

EJEMPLO 1.-

75 450 partes de urea (7,5 mol), 190 partes de tio-  
urea (2,5 mol) y 93 partes de hexametilentetramina (0,67  
mol) se disuelven en 500 partes de formaldehído de 30%  
(5 mol) mezclándose luego con 4 partes de ácido oxálico.  
A continuación se destila el agua de la solución duran-  
te una hora a 60-70° bajo presión reducida, prosiguien-  
dase luego la condensación durante 1-20 horas a 60°.  
80 Luego el producto obtenido se mezcla en frío con 1000  
partes de una solución de formaldehído de 30% (10 mol),  
se agrega celulosa, se seca y tritura. El polvo obteni-  
do se comprime en prensa caliente, y muestra bajo una  
presión de compresión de 100-200 kg/cm<sup>2</sup> muy buena pro-  
85 piedad de fluidez, y después de un tiempo de compresión  
de 1-3 minutos a aproximadamente 140° se le puede expul-  
sar como un comprimido muy duro y muy brillante, que es  
muy resistente a la acción y ataque del agua fría y ca-  
liente.

90

EJEMPLO 2.-

120 partes de urea (2 mol) y 14 partes de hexa-  
metilentetramina (0,1 mol) se disuelven en 100 partes  
de una solución de formaldehído de 30% (1 mol) destilán-  
dase en vacío durante 2 horas a 70-80°. Se obtiene un  
95 líquido claro que reacciona alcalinamente, que se mez-  
cla con 200 partes de formaldehído de 30% (2 mol), man-  
teniéndose luego durante 1/2 hora a 60°. La solución se  
mezcla todavía con 0,4 partes de ácido oxálico, prosi-  
guiéndose luego el tratamiento como en el ejemplo 1, pa-  
100 ra convertirlo en polvo comprimible.



138397

EJEMPLO 3.-

105 540 partes de urea (9 mol), 228 partes de tiourea (3 mol) se disuelven en 1160 partes de una solución de formaldehído de 30% (11,6 mol) y 163 partes de una solución de amoniaco de 25% (2,4 mol), resultando de la combinación del amoniaco con 3,6 mol de formaldehído, 0,6 mol de hexametilentetramina. Se agregan todavía 1,9 partes de ácido oxálico, se calienta luego durante 2 horas a 60°, a continuación de lo cual bajo presión reducida  
110 se destilan a 60-70° 1000 partes de agua. Se obtiene una solución clara. Si una prueba de la misma se calienta durante varias horas a 120-140°, se vuelve turbia pero no dura a estas temperaturas. Después de enfriar, la masa es dura, dando con agua una solución turbia.

115 La solución destilada se mezcla todavía con 1000 partes de un formaldehído de 30% (10 mol), se deja reposar bajo refrigeración durante 24 horas, prosiguiendose luego el tratamiento en la forma conocida para obtener el polvo comprimible.

120

EJEMPLO 4.-

125 Un polvo comprimible obtenido según uno de los procedimientos descritos en lo que antecede, hecho ya endurecible por la adición de formaldehído con la proporción de urea:formaldehído = 1:1,3 ó 1:1,4 se mezcla, después de triturado, con una cantidad tal de paraformaldehído que la proporción entre urea y formaldehído sea de 1:1,5. Se obtienen comprimidos con propiedades mencionadas en el ejemplo 1.



N O T A

138397

130                   Es objeto de esta patente de invención que se so-  
licita "Procedimiento para la obtención de productos de  
condensación a partir de urea, formaldehído y hexametilén-  
tetramina", que se caracteriza y define por las reivindica-  
ciones siguientes que constituyen su novedad y sobre las  
135                   cuales ha de recaer la propiedad y explotación exclusiva:-  
1.- Procedimiento para convertir productos de con-  
densación no endurecibles de urea, formaldehído y hexame-  
tiléntetramina en productos de condensación endurecibles,  
c a r a c t e r i z a d o, porque los productos de conden-  
140                   sación no endurecibles son tratados con formaldehído.  
2.- Una forma de ejecución del procedimiento se-  
gún la reivindicación 1, c a r a c t e r i z a d a, porque  
se parte de los productos de condensación no endurecibles  
que por 1 mol de urea contienen menos de 1 mol de formal-  
145                   dehído y menos de 0,1 mol de hexametiléntetramina.  
3.- Una forma de ejecución según las reivindica-  
ciones 1 y 2, c a r a c t e r i z a d a, porque los pro-  
ductos de condensación no endurecibles según la reivindi-  
cación 2 se tratan con una cantidad de formaldehído tal  
150                   que la proporción de moléculas de urea:formaldehído sea,  
por lo menos, de 1:1, convenientemente de 1:1,5.  
4.- Una forma de ejecución del procedimiento se-  
gún las reivindicaciones de 1 y 3, c a r a c t e r i z a -  
d a, porque la conversión del producto de condensación no  
155                   endurecible en endurecible se efectúa sin suministro de  
calor.



138397

160 5.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3, caracterizada, porque la conversión de los productos no endurecibles en endurecibles se efectúa con suministro de calor.

6.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizada, porque los productos de condensación no endurecibles se obtienen con adición de medios de contacto ácidos.

165 7.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizada, porque los productos de condensación no endurecibles se obtienen en ausencia de medios de contacto ácidos.

170 8.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 3-7, caracterizada, porque al formaldehído endurecedor se agrega se adiciona medio de contacto ácido.

175 9.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3-8, caracterizada, porque a la mezcla ya endurecible pero todavía no endurecida se adicionan medios de contacto ácidos.

180 10.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3-9, caracterizada, porque una parte del formaldehído endurecedor se adiciona al polvo comprimible seco en forma de polímeros secos del formaldehído.

185 11.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1-10, caracterizada, porque la condensación se efectúa en presencia de otras sustancias que reaccionan con el formaldehído, tales como tiou-



138397

rea, fenoles, amidos y aminos y otras.

190 12.- Una forma de ejecución del procedimiento según las reivindicaciones 1-11, caracterizada, porque los productos de condensación se endurecen con material de relleno en mezcla y con empleo de calor ó calor y presión.

13.- Procedimiento para la obtención de productos de condensación a partir de urea, formaldehido y hexametilentetramina.

195 La presente memoria consta de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 27 de Mayo de 1935.-

JAIME ISERN MIRALLES  
P. P.