

P - 6.429.-

BO. 2361.FD.

181476



12

12 FEB. 1948

181476

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. CENTRALE SUIKER MAATSCHAPPIJ, entidad holandesa, y de LEONARD JAN KANTEBEEN, de nacionalidad holandesa, residentes en Van Noordtkade 20, la 1ª, y Courbetstraat 34 I, el 2ª; ambos en Amsterdam, Holanda, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVAS RESINAS ARTIFICIALES ".-

Sabido es que varias sustancias, especialmente resinas artificiales, pueden cambiar iones en soluciones. De esta propiedad se ha hecho uso en la práctica, por ejemplo, para suavizar el agua.

5 Las resinas que cambian cationes se obtienen, por ejemplo, condensando fenoles polihidricos, si se quiere

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**



1948

181476

en mezcla con fenoles monchídricos, en un medio acuoso o de alcohol etílico con un aldehido; para promover la condensación pueden emplearse un catalizador ácido o alcalino. Mas especialmente las resinas artificiales a base de resorcinol han encontrado extensa aplicación para cambiar cationes. La regeneración de estos cambiadores se realiza por medio de una solución de un ácido o de una sal con un subsiguiente lavado con agua.

Ahora se ha descubierto que se obtiene nuevos cambiadores de cationes que muestran una capacidad cambiadora mas alta que las resinas conocidas si la condensación arriba descrita se realiza en presencia de un alcohol polihídrico.

Si este alcohol es o se vuelve líquido en las condiciones de la reacción, el primer componente, por ejemplo, resorcinol, se disuelve sencillamente en el alcohol, y se le añade el agente de condensación. Ejemplo de estos alcoholes son: glicol etilénico, glicol propilénico, glicol trimetilénico y glicerol. Los alcoholes polihídricos sólidos, tales como eritritol, adonitol, sorbitol, manitol y dulcitol, se añaden disueltos, con preferencia en una solución concentrada en agua o en otro líquido adecuado, tal como alcohol, con preferencia en un alcohol polihídrico líquido. Tambien pueden usarse alcoholes cíclicos polivalentes, tales como terpineol (o su hidrato), quercitol, inositol, quebrachitol.

La experiencia indica que, en general, la capa-



181476

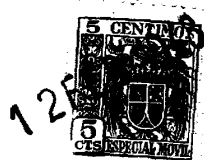
5 cidad de cambio de estos nuevos cambiadores de cationes aumenta al aumentar el número de grupos alcohólicos que se introducen. A este respecto debe observarse que la condensación conocida en un agente de alcohol etílico no muestra ninguna mejora apreciable sobre la condensación en un medio acuoso.

10 Cualesquiera de las sustancias usuales pueden usarse como componentes principales para preparar resinas artificiales, como se deduce de la explicación anterior. En primer lugar, entran en consideración fenoles polihídricos, tales como resorcinol, si se quiere en mezcla con fenoles monohídricos. Estos últimos pueden también usarse solos. La condensación se puede realizar en un medio ácido; pero es preferible usar un medio
15 neutro, y mejorar aún un medio alcalino, porque entonces se obtienen mejores productos.

20 La capacidad de cambio de las resinas resultantes es mayor cuando los componentes se condensan en una solución concentrada en el alcohol polihídrico.

20 La hinchazón de las resinas después de secas cuando se vuelven a humedecer depende de la proporción en que se mezclan los componentes principales. Para evitar inflación durante la condensación, el aldehído puede añadirse gradualmente con enfriamiento.

25 Las resinas obtenidas pueden usarse en muchos procedimientos en que es deseable separar cationes; son especialmente adecuadas para suavizar el agua.



EJEMPLOS

19.- 25g de resorcinol, 50cm³ de glicol y 35cm³ de formalina (40%), se condensan en el baño de maria; después
5 de esto la mezcla se calienta durante tres cuartos de hora a temperatura mas alta. La resina obtenida se tritura, lava y tamiza.

En vez de glicól, pueden emplearse 50 cm³ de glicerol.

10 La condensación puede llevarse a cabo en un medio ácido, neutro o alcalino, por ejemplo, en este caso, con la adición de 5 cm³ de CH₃I (38%) o 5 cm³ de NaOH (35%); La proporción entre el fenol polihídrico y el alcohol polihídrico puede variar; así, en este ejemplo,
15 pueden usarse 35 g. de resorcinol y 40 cm³ de glicerol. También pueden usarse mezclas de alcoholes polihídricos.

29.- 20 cm³ de fenol se mezclan con 30 cm³ de H₂SO₄ al 95%. Luego se añaden 15 cm³ de glicerol y 15 cm³
20 de agua. Se deja enfriar la solución y luego se añaden 30 cm³ de formalina (40%). La temperatura de la mezcla puede elevarse ligeramente para que tenga lugar una buena condensación.

39.- 100 g. de resorcinol, 56 g. de sulfito
25 sódico, 30 cm³ de glicerol y 40 cm³ de agua, se calientan hasta que se disuelven todas las sustancias sólidas. La solución se deja enfriar y luego se añaden 120 cm³ de



181476

12
formalina (40%). Esta mezcla se calienta durante corto tiempo y se deja hasta que tiene lugar la condensación.

49.- 50 g. de resorcinol, 28 g. de sulfito sódico, 10 g. de manitol y 20 cm³ de agua se calientan hasta que se han disuelto todas las sustancias sólidas. después de enfriarse la solución hasta unos 20^o C., se añaden 60 cm³ (40%), para que tenga lugar la condensación. Si esta no se inicia por si sola la temperatura de la mezcla puede elevarse ligeramente hasta que la condensación empiece.

10 Las resinas pueden endurecerse a unos, 100 ^o C. de temperatura.

Las resinas se trituran y lavan. Después, preferentemente, se sacan para aumentar su capacidad de aumentar cationes. El aumento de capacidad es mayor cuanto mas a fondo se realiza la operación de secado. La temperatura a que tiene lugar la desecación no es crítica. Pueden emplearse temperaturas, por ejemplo, de 80-140^o C., o, para algunos tipos de resinas, temperaturas aún mas altas.

20 59.- 50 g. de resorcinol, 10 g. de NaOH, 10 cm³ de glicerol y 20 cm³ de agua, se calientan hasta que se han disuelto todas las sustancias sólidas. Después de enfriar la solución a unos 35^o C., se añaden 60 cm³ de formalina (40%), para que tenga lugar la condensación.

25 La mayor capacidad de las nuevas resinas para cambiar cationes, comparada con la de las resinas cono-



1948

181476

cidas, se representa en el siguiente cuadro:

	Sin alcohol polihídrico.	Operación cíclica al sodio, regeneración con solución de NaCl con alcohol polihídrico.
Ejemplo 3	16,0	21,4
5 Ejemplo 4	16,0	22,9
Ejemplo 5	18,0	22,2

Las cifras mencionadas indican el número de kilogramos de CaO cambiados por un M3 de las resinas secas. Estas cifras se determinaron dejando pasar agua de 132 D.H. por filtros que contenían las resinas secas hasta que estas últimas se agotaron.

Otro aumento de la capacidad para cambiar cationes puede obtenerse por doble regeneración de las resinas después de haberlas usado, primero con una solución de un ácido o de una sal adecuada y después de esto con una solución de un álcali adecuado o de una sal adecuada de reacción alcalina. En la práctica, además de ácidos, pueden usarse combinaciones de metales alcalinos, incluso amonio. Así las primeras regeneraciones pueden realizarse con hidrocioruro ácido o con una solución de cloruro sódico o amónico, y a segunda con hidróxido alcalino, amoníaco o con una solución de carbonato sódico o fosfato sódico. De todos modos, cuando se realiza doble regeneración, debe cuidarse de que, después de la última regeneración, el filtro muestre reacción alcalina, es decir que el agua pasada por el filtro debe dar esta reacción. Las resinas enumeradas



1948

181476

en el cuadro anterior, después de regeneradas primero con hidrocioruro ácido y luego con una solución de hidróxido sódico, mostraron una capacidad de cambio de cationes de 23,1, 25,0 y 28,1 respectivamente calculada de igual manera que arriba se dice.

Los siguientes ejemplos demuestran también la influencia de la presencia del alcohol polihídrico en la capacidad de cambio de iones de las composiciones producidas por la condensación.

10	Resorcinol (g)	50	50	50	50	50	50
	NaOH (g)	10	10	--	--	--	--
	N2SO3 (g)	--	--	28	28	28	28
	Glicerol (cm3)	--	10	--	15	10	--
	Manitol (g)	--	--	--	--	--	10
15	Agua (cm3)	30	20	35	20	20	20
	Formaldehido (cm3)	60	60	60	60	60	60

Capacidad de cambio 18,0/22,2/16,2/21,4/18,2/22,9

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, con fecha 23 de Julio de 1.946, bajo el número 126.679, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial y a los derivados de los Decretos de Moratoria del 7 de febrero y 4 de julio de 1.947.-

- ooo O ooo -



181476

- N O T A -

Los puntos de Invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente Patente de Invención por VEINTE años en España, son los siguientes:

5 1.- Un procedimiento para preparar nuevas resinas artificiales que pueden cambiar cationes condensando un fenol polihídrico, un fenol monohídrico o una mezcla de un fenol polihídrico y un fenol monohídrico, con un aldehído, caracterizado porque la condensación se realiza en presencia de un alcohol polihídrico.

10 2.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque la condensación tiene lugar en una solución concentrada de los componentes en el alcohol polihídrico.

15 3.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º y 2º, caracterizado porque los alcoholes polihídricos, cuando son o permanecen solidos a la temperatura de reacción, se usan en solución, con preferencia concentrada, en agua o alcohol, o preferentemente en solución en un alcohol polihídrico líquido.

20 4.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1, 2, o 3º, caracterizado porque la condensación se realiza en un medio neutro o alcalino.

5.- Un procedimiento según se reivindica en



781476

cualquiera de los puntos 1 a 4, caracterizado porque la resina obtenida se tritura.

5 6.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 5, caracterizado porque la resina obtenida se seca.

7.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 6, caracterizado porque se usa resorcinol con fenol polihídrico.

10 8.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 7, caracterizado porque se usa glicerol con alcohol polihídrico.

9.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 8, caracterizado porque se usa formaldehído como aldehído.

15 10.- Un procedimiento para preparar resinas cambiadoras de cationes virtualmente como se describe en cualquiera de los ejemplos anteriores.

20 11.- Un procedimiento para regenerar las resinas cambiadoras de cationes obtenidas como se dice en cualquiera de los puntos 1 a 10, caracterizado porque la regeneración se realiza primero con una solución de un ácido o de una sal soluble, con preferencia un metal alcalino (incluye una sal amónica), y luego con una solución de un hidróxido alcalino o de una sal que muestre
25 una reacción alcalina tal que el filtro después de la última regeneración muestra reacción alcalina.

12.- Un procedimiento para suavizar el agua



181476

caracterizado por el uso de las resinas obtenidas según el punto 1, o regeneradas con arreglo al punto 11.

13.- Un procedimiento para la preparación de nuevas resinas artificiales.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid 12 FEB. 1948
P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL