

254723

1.- No. 136

PAIS 310

29 ENE 1960

254723



RESOLUCIÓN DESCRIPTIVA:

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

EMPALME

por VEINTIUN años

a nombre de "AGAS-CHM LE HANIMENSSTADT", entidad alemana, establecida en Tolonostrasse 9, Essen, Alemania, por: "VEREINIGUNG FÜR DIE PATENTIERUNG VON KUNSTSTOFFEN".

Se conoce el procedimiento para la fabricación de masas resinosas por condensación de fenol, cresoles y compuestos análogos con aldehídos, en medio alcalino o ácido. Estos compuestos se encuentran asociados en el residuo de hulla solamente en cantidad limitada. Su fabricación por procedimientos sintéticos presenta dificultades.

Se ha encontrado que pueden obtenerse masas resinosas análogas cuando se condensan en medio alcalino hidrocarburos nitrados, fácilmente accesibles, por nitración de hidrocarburos arc-



254728

máticas que están sustituidos por uno o varios grupos metilo o etilo, tales como por ejemplo trinitrotoluenol, trinitroetilsen-  
 5 sol, di- o trinitroxiloles. La condensación puede realizarse en presencia de agua o también en disolventes orgánicos. El me-  
 dio alcalino puede producirse por adición de cualquier compues-  
 to de reacción alcalina. Se emplea, convenientemente, saponizco  
 o azidas, especialmente piricina.

Aun cuando la condensación tiene lugar también a tempera-  
 tura ordinaria, conviene realizarla a temperatura mayor, por ejem-  
 10 plo a 70-100°C, con el fin de acortar el tiempo de condensación.

A diferencia de los compuestos fenólicos, los mencionados  
 nitroderivados aromáticos pueden condensarse también sin adición  
 de aldehídos. Ahora bien, se ha encontrado que la condensación  
 transcurre de modo mucho más rápido cuando se trabaja en presen-  
 15 cia de aldehídos, especialmente de formaldehído. En este caso,  
 se emplea convenientemente, como acelerador de la reacción, un  
 compuesto que se desdoble con producción de formaldehído, tal co-  
 mo hexacetilenoctetramina.

Las masas resinosas obtenidas de acuerdo con la invención  
 20 son emulsificables y pueden utilizarse, lo mismo que las masas re-  
 sinosas conocidas obtenidas a base de fenoles, por incorporación  
 de cargas, para la fabricación de plásticos, masas de prensado,  
 o también como materias primas para lacas. Sin embargo, por su  
 contenido en grupos nitro, estas masas pueden emplearse también  
 25 como explosivos.

#### EJEMPLO I

Se orientan 110,8 gr. de trinitrotoluenol en presencia de  
 45 cc. de alcohol, con agitación, a refugio. Al mismo tiempo  
 se hace gotear, en el transcurso de 3 horas, 60 cc. de saponizco  
 30 neutro al 20% y se aumenta la temperatura de reacción desde 70°C

254723

29



a 81%. Después de 24 horas, se añaden lentamente 200 cc. de ácido sulfúrico diluido, que contiene 30 gr. de ácido sulfúrico al 98%.— se mantiene todavía la mezcla durante 1 a 2 horas a 90% y luego se deja enfriar.

5 La resina pura se tritura, se lava con agua sobre el filtro de aspiración hasta que queda exenta de ácido y se seca a 60%. Contiene 18% de nitrógeno. El rendimiento alcanza 106 gr.

## EJEMPLO 2

10 Se calientan 227 gr. de trinitrotoluenol con 40 gr. de piridina durante 17 horas a 50-60°. Para amortiguar la reacción, que se debilita la piridina, p. ej. con 40-50 gr. de agua. El residuo se tritura en frío, se lava con agua y se seca a 60%. Se obtienen 216 gr. de una resina pura con punto de reblandecimiento 66-65° y un contenido de nitrógeno de 17,9%.

15 EJEMPLO 3

Se calienta a 80-95°, durante 4 horas, agitadas energicamente, una mezcla de 227 gr. de trinitrotoluenol, 150 gr. de agua y 40 gr. de hexametilenoctetramina. La emulsión, al principio de color amarillo rojizo, luego, se va oscureciendo poco a poco y se hace viscosa. Se 20 vierte, se tritura después de fría y luego se lava, primeramente con ácido y después con agua, hasta que queda neutra. El polvo de resina pura oscura así obtenido se seca durante 48 horas a 40°. Tiene un punto de reblandecimiento de 50°, aproximadamente, y un contenido de nitrógeno de 17,5%. El rendimiento es de 240 gr.

25 EJEMPLO 4

30 Se calentó a ebullición durante 3 horas, agitanda una mezcla de 248 gr. de trinitroestilbenzol, 30 gr. de para-formaldehido, 50 gr. de hexametilenoctetramina y 100 cc. de etanol. Después de añadir una pequeña cantidad de ácido sulfúrico, suficiente para fijar el espumado introduciendo con la hexametilenoctetrami



na, se expulsó el alcohol con vapor de agua. La resina, todavía viscosa, se lavó con agua hasta neutralidad y se secó a 70°. Con tenía 17,21 % de nitrógeno. El rendimiento alcanzó 225 gr.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania, el 18 de Diciembre de 1943, bajo el Núm. W 114256 IVc/39c (antiguo) y Núm.S 35.671 IVb/39c (modificación), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

## N O T A

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

15

1º.- Un procedimiento para la fabricación de masas resinosas caracterizado porque se condensan en medio alcalino hidrocarburos nitrados aromáticos sustituidos por uno o más grupos metilo o etilo.

20

2º.- Un procedimiento según el punto 1º, caracterizado por que la condensación se realiza a temperatura elevada, preferiblemente a 70-100° C.

25

3º.- Un procedimiento según los puntos 1º y 2º, caracterizado porque como agente de condensación se emplean bases nitrogenadas orgánicas, especialmente piridina.

4º.- Un procedimiento según los puntos 1º a 3º, caracterizado porque la condensación se realiza en presencia de aldehidos, especialmente de formaldehido.

5º.- Un procedimiento para la fabricación de masas resinosas.

30

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y

5

254723

29 EN



con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 29 ENE 1960

P.L.

Alberto de Elzaburo  
Por Poder.