



286922

P A T E N T E  
D E  
I N T R O D U C C I Ó N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA CONDENSAR Y POLIMERIZAR ALCOHOL FURFURILICO", a favor de la firma estadounidense INTERNATIONAL RESEARCH AND DEVELOPMENT CORPORATION, domiciliada en 53 West Jackson Boulevard, CHICAGO 4, Illinois (USA).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la formación de un intermediario de resina o condensado parcial a base de alcohol furfurilico, mediante el uso de alúmina activada y en ausencia de ácido.

5. Los polímeros de este invento son condensados de viscosidad baja, resultantes de la condensación intermolecular del alcohol furfurilico y tienen una gama relativamente estrecha de pesos moleculares. Son particularmente aptos para usar en cementos resistentes a la
10. corrosión, como impregnantes, como aglomerantes y como



286922

revestimientos.

5. La estrecha gama de pesos moleculares de los polimeros es causa de la baja viscosidad de los condensados, la cual es muy ventajosa para las diversas aplicaciones, pero además responden más uniformemente a los reactivos, tales como los agentes termofraguantes, que los polimeros con una amplia gama de pesos moleculares.

10. El invento establece un procedimiento para condensar y polimerizar alcohol furfurilico llevándolo a una fase intermedia estable, procedimiento que comprende el calentar un cuerpo de alcohol furfurilico a una temperatura que efectúa la volatilización del alcohol monomérico, el poner en contacto los vapores de alcohol furfurilico monomérico con alúmina activada y el apartar del contacto con la alúmina activada el producto líquido de la reacción de condensación intermolecular.

15. El invento establece también un procedimiento para condensar y polimerizar alcohol furfurilico que comprende el calentar un cuerpo de alcohol furfurilico a temperatura que efectúa la volatilización del alcohol furfurilico monomérico, el poner en contacto el una zona de catalizador los vapores de alcohol furfurilico con la alúmina activada, para efectuar la condensación intermolecular del alcohol furfurilico, el apartar de la zona de catalizador, en forma de vapores, el agua desdoblada por la condensación intermolecular del alcohol furfurilico y por lo menos una porción del alcohol furfurilico que no ha reaccionado, el retirar de la mencionada zona de catalizador un producto líquido de la condensación de alcohol furfurilico, el mezclar dicho producto líquido con el

20.

25.

30.



286922

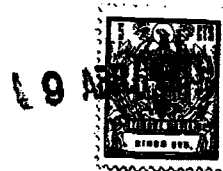
5. cuerpo de alcohol furfurílico que se está calentando, y el proseguir el calentamiento de la mezcla de alcohol furfurílico y condensados de alcohol furfurílico hasta que la temperatura de ebullición de la mezcla indica la eliminación prácticamente completa del alcohol furfurílico monomérico.

10. Para lograr una conversión rápida y elevada de alcohol furfurílico, las cantidades de catalizador no necesitan limitarse a cifras relativamente pequeñas, como cuando el catalizador está en contacto con una mezcla líquida reactiva de alcohol furfurílico monomérico y formas poliméricas de alcohol furfurílico que van desde los dímeros, los trímeros, etc., hasta los polímeros de peso molecular superior.

15. Se sabe que el alcohol furfurílico se resinifica o condensa sin catalizadores cuando se la aplica calor. Dunlop y Peters (Industrial and Engineering Chemistry, vol. 34, páginas 815-817) han demostrado que menos del 4% de monómero se convierte en dímero cuando se calienta alcohol furfurílico a unos 300°F (alrededor de 150°C) durante unas 3 horas. El calentamiento a 482°F (250°C) durante 3 horas dimeriza menos de un 20% de alcohol furfurílico. Estos métodos de calentamiento sin catalizador, como salta en seguida a la vista, no logran en ningún período práctico de calentamiento efectuar un grado elevado de conversión de alcohol furfurílico monomérico a condensados poliméricos.

25. También se conoce en el ramo el producir intermediarios o condensados parciales de alcohol furfurílico por calentamiento de alcohol furfurílico en presencia de un catalizador ácido y de un disolvente que sirve para

30.



moderar la reacción potencialmente violenta, disolvente que de ordinario es el agua. Al formar estos intermedios polimerizados según las prácticas anteriores, se calienta cuidadosamente el alcohol furfurílico con el catalizador y el disolvente, hasta obtener un líquido viscoso, y se termina la reacción al llegarse a una viscosidad aproximada que se ha determinado previamente.

5.

Este líquido viscoso producido por una reacción catalizada con ácido es de ordinario una mezcla de alcohol furfurílico monomérico y formas poliméricas de alcohol furfurílico de amplia gama de pesos moleculares. Para disminuir la viscosidad de las mezclas de condensado, resultantes de una reacción en que se obtiene alto grado de conversión de alcohol furfurílico, hasta un punto en que sea práctico someter las mezclas a pasos complementarios de tratamiento tales como neutralización, lavado, combinación, etc., se diluyen los condensados con alcohol furfurílico monomérico. Las soluciones en alcohol furfurílico de mezclas muy viscosas de alcohol furfurílico tienen utilidad limitada en los revestimiento, los cementos, los adhesivos, etc., a causa de que el gran contenido de alcohol furfurílico monomérico ocasiona gran encogimiento y tendencia a la porosidad en los revestimientos y en las uniones adhesivas hechas a base de tales soluciones.

10.

15.

20.

25.

30.

También se sabe que por condensación intermolecular de alcohol furfurílico en presencia de un catalizador de alúmina activado pueden producirse condensados que con intermediarios estables. Si la reacción de condensación catalizada por alúmina se ha llevado hasta el punto de la conversión prácticamente completa del alcohol



286922

furfurílico monomérico en formas poliméricas de alcohol furfurílico, el producto es una mezcla de polímeros de una amplia gama de pesos moleculares. Los intermediarios estables cuyos componentes son materiales prácticamente del todo poliméricos, presentan gran viscosidad, que varía de la de un jarabe espeso hasta un alquitrán duro. Las viscosidades de estos condensados son elevadas, a causa de la amplia gama de polímeros presentes, que incluye una cantidad importante de polímeros de peso molecular elevado y, por consiguiente, de gran viscosidad.

5.

10.

Ahora se ha descubierto que la polimerización del alcohol furfurílico puede acelerarse para que se produzca de modo prácticamente tranquilo y puede controlarse para constituir polímeros con un grado relativamente uniforme de polimerización, si se aporta alcohol furfurílico a una zona de catalizador que comprenda alúmina activada, en condiciones tales de temperatura que se produce la condensación intermolecular del alcohol furfurílico, el agua de condensación se vaporiza y sale por la parte superior del lecho de catalizador, y el condensado formado es un líquido que puede retirarse por el fondo del lecho de catalizador. La reacción puede efectuarse, en sus fases iniciales, con temperaturas y presiones a las que prácticamente solo los vapores de alcohol furfurílico establecen contacto con el catalizador. En fases ulteriores de condensación, la reacción puede efectuarse en condiciones de temperatura y de presión, por ejemplo a presión subatmosférica, en las que vapores constituidos en esencia por dímeros, trímeros, etc., puedan ponerse sucesivamente en contacto con el catalizador y condensarse para formar polímeros de peso molecular superior de una gama limitada

15.

20.

25.

30.



286922

- de pesos moleculares. De preferencia, la reacción inicial se efectúa a presión aproximadamente atmosférica y a temperaturas entre unos 250°F y 400°F (unos 120°C y 205°C), y de ordinario a temperatura ligeramente superior al punto de ebullición aproximado del alcohol furfurílico comercial,
5. o sea de unos 325°F a 329°F (unos 163°C a 165°C).
- El método para condensar y polimerizar el alcohol furfurílico puede efectuarse como una operación por partidas o como una operación continua.
10. En general, la condensación de una partida o carga de alcohol furfurílico para producir un producto polimérico de viscosidad baja de una gama relativamente estrecha de pesos moleculares, se efectúa calentando un cuerpo de alcohol furfurílico a temperatura que realiza
15. la volatilización del alcohol furfurílico monomérico que está en contacto con alúmina activada, mantenida en una zona de catalizador sin contacto con el líquido que se está calentando a temperaturas de volatilización. Los vapores en contacto con la alúmina activada quedan sometidos a condensación intermolecular, con lo que se desdobra
20. agua de acuerdo con una reacción bien conocida.
- El agua desdoblada en la reacción de condensación se vaporiza a la temperatura de la reacción. Los vapores acuosos, junto con casi todo el alcohol furfurílico que no ha reaccionado, pasa de la zona del catalizador a un sistema condensador refrigerado de manera corriente. El condensado se acumula en un colector en el que el agua y el
25. alcohol furfurílico forman capas separadas. El agua que se halla en la capa superior puede descargarse al vertedero, y el alcohol furfurílico puede devolverse al cuerpo de
30. alcohol furfurílico que se está calentando o a la zona del catalizador.



287922

- El producto líquido de la condensación del alcohol furfurílico puede ser devuelto para mezclarlo con el cuerpo de alcohol furfurílico que se está calentando. A medida que aumenta la cantidad de productos de condensación intermolecular acumulados en el cuerpo de alcohol furfurílico, aumenta el punto de ebullición de la mezcla resultante hasta unos 410°F (210°C) y puede obtenerse un producto que está prácticamente libre de alcohol furfurílico monomérico sin reaccionar.
- 5.
10. Si el método para condensar y polimerizar el alcohol furfurílico ha de realizarse continuamente para producir un producto de condensación del alcohol furfurílico de un material polimérico de una gama relativamente estrecha de pesos moleculares, el procedimiento se lleva a cabo de ordinario calentando inicialmente un cuerpo de alcohol furfurílico a temperatura que efectúe la volatilización del alcohol furfurílico. Los vapores de alcohol furfurílico se ponen en contacto con alúmina activada granular en una zona de catalizador mantenida por encima de unos 250°F (120°C). El vapor de agua y algunos de los vapores de alcohol furfurílico sin reaccionar se sacan de la zona del catalizador por condensación en un sistema tal como el que se describe para el procedimiento por partidas. De la mencionada zona del catalizador se retira un producto polimérico líquido de condensación del alcohol furfurílico. Este producto polimérico puede calentarse en la segunda zona de caldeo para aumentar gradualmente la temperatura de modo que al principio se volatilice el alcohol furfurílico que pueda estar presente en el producto polimérico. Estos vapores de alcohol furfurílico se ponen en contacto con la alúmina activada granular en un
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



286922

5. segundo lecho de catalizador. El producto líquido formado por la reacción de condensación en la segunda zona de catalizador se devuelve para mezclarlo con el producto polimérico que se está calentando, hasta que el punto de ebullición del producto en la segunda zona de caldeo indique la conversión prácticamente completa del alcohol furfurílico.

10. Si han de condensarse las formas poliméricas de alcohol furfurílico de peso molecular relativamente bajo, se somete la mezcla en la segunda zona de caldeo a temperaturas coordinadas y a presión subatmosférica, con lo que se volatilizan las formas poliméricas inferiores del alcohol furfurílico, o bien se pasan los polímeros de peso molecular bajo, en caliente, pero en estado líquido, 15. a una zona de catalizador mantenida a temperatura del orden de 250°F a 400°F (120°C a 205°C), y de preferencia de 350°F a 400°F (177°C a 205°C). Los productos de condensación resultantes del calentamiento del material polimérico pueden devolverse a la segunda zona de caldeo 20. o enviarse a un colector separado. Los productos poliméricos de peso molecular bajo formados por condensación del alcohol furfurílico pueden tener una viscosidad del orden de 200 a 1500 centipoises, medida en un viscosímetro Brookfield, pero por ulterior condensación de los mate- 25. riales poliméricos de peso molecular bajo pueden lograrse productos con viscosidad hasta 250,000 centipoises.

30. La alúmina activada útil para efectuar la condensación intermolecular del alcohol furfurílico, es, de preferencia, la alúmina gamma. La alúmina gamma se caracteriza por ser una forma característica de alúmina, activada a la forma gamma por calentamiento del mismo material



28692

aluminoso que es corriente en la formación de alúmina, pero a una gama crítica de temperatura, tal como la de unos 700°F a 1100°F (unos 370°C a 595°C). La alúmina gamma tiene una estructura cristalina característica en comparación, por ejemplo, con la alúmina alfa, que, empezando con el mismo material, no ha sido calentada al mismo grado.

5. La alúmina catalizadora gamma más activa es una alúmina activa que se ha preparado calentando alúmina hidratada neutra de unos 900°F a 1100°F (unos 480°C a 595°C), y de preferencia a unos 1000°C (540°C). La diferencia de actividad de las alúminas activas disponibles en el comercio se traduce en que emplean un periodo más largo o más corto para efectuar la deseada deshidrogenación catalítica del alcohol furfurílico. Así, por ejemplo, una alúmina gamma activada, prácticamente pura, que se ha calentado a unos 1000°F (540°C) puede emplear apenas la mitad del tiempo de reacción necesario para obtener el mismo grado de condensación de una alúmina activa que se ha activado calentándola a unos 800°F (425°C).

10. Cuando la alúmina activada contiene otras formas de alúmina, tales como la alúmina alfa, su actividad disminuye notablemente según la cantidad que existe de esta alúmina inactiva. Por ejemplo, una alúmina activada que sea una mezcla con más de un 50% de alúmina alfa inactiva, habrá perdido su actividad catalítica prácticamente por entero. Con menos de un 50% de alúmina alfa inactiva, la mezcla de alúminas alfa y gamma es útil para emplear según este invento. La utilidad aumenta a medida que aumenta la concentración de alúmina gamma.

15. La alúmina activada se presenta en el comercio



286922

- con diversos tamaños de partículas, que varían desde el polvo fino o lo que se llama "alúmina activada flúida" hasta los fragmentos groseros de unas 2 pulgadas (50,80 mm). Al realizar el método de condensación de este invento, se
5. elige el tamaño de partículas de la alúmina activada de manera que proporcione una columna de reacción empacada con espacio intersticial suficiente para permitir que los condensados líquidos fluyan en contracorriente con los vapores, sin que se dificulte apreciablemente a los vapores el paso por encima del cuerpo de alúmina activada o a través de él.
10. Para las unidades pequeñas se prefiere un tamaño de partículas de 8 a 14 mallas; pero para las unidades mayores, el tamaño de partículas preferido es de 1/4 de pulgada a 2 pulgadas (de 6,35 mm a 50,80 mm).
15. Una columna o torre empacada con la alúmina granular se adapta para el paso de vapores a través de ella conectándola a un depósito capaz de contener una cantidad apreciable de líquido, depósito que está provisto de medios para calentar el líquido a una temperatura determinada.
20. Para mantener las condiciones óptimas de reacción en la torre empacada, esta cuenta de ordinario con medios para regular la temperatura del catalizador. Es deseable que las temperaturas que se mantengan sean tales que el material polimérico formado no se vaporice, sino que se condense, mientras que toda el agua desdoblada por
25. la reacción de condensación se vaporiza y pasa, junto con algunos, por lo menos, de los vapores de alcohol furfúrico, a un sistema condensador separado.
30. Aunque la reacción de condensación puede ser originada por el contacto de los vapores con el catalizador calentado únicamente por contacto con el material



1963

2309

vaporizado, cabe realizar la vaporización a una temperatura mientras se mantiene el catalizador a otra temperatura por medios apropiados de calefacción o refrigeración, por ejemplo circundando la zona del catalizador con medios calefactores.

5.

Los vapores que salen de la zona del catalizador, como se ha explicado antes, contienen vapor de agua y vapores de alcohol furfurílico. En la modalidad preferida de realización, se condensan los vapores y el líquido fluye a un colector apropiado, donde el líquido se separa en una capa acuosa y una capa de alcohol furfurílico. El agua puede ser descargada del colector al vertedero de manera continua o periódica, el alcohol furfurílico puede devolverse al depósito de manera continua o procediendo al transporte por partidas.

10.

15.

Alternativamente, la mezcla de vapores de alcohol furfurílico y de vapor de agua puede hacerse pasar por una columna rectificadora. El alcohol furfurílico líquido recuperado como producto del fondo de la columna rectificadora puede devolverse al depósito pasando por la torre de catalizador o por un conducto de derivación apropiado.

20.

25.

En otra variante todavía del procedimiento para convertir alcohol furfurílico monomérico en una mezcla de polímeros de viscosidad baja y peso molecular predominantemente bajo, modalidad apta para operación continua, la caldera vaporizadora del alcohol furfurílico envía vapores a una zona o torre de catalizador, mantenida a tal temperatura que el agua desdoblada por la reacción de condensación intermolecular y prácticamente todo el alcohol furfurílico sin reaccionar pasan en forma de vapo-

30.



233922

- res por encima de la zona de catalizador. Las formas poliméricas de alcohol furfurílico que se condensan en la zona de catalizador se extraen de ella para pasarlas a un colector de polímero, separado de la caldera que contiene el alcohol furfurílico monomérico. El material polimérico de peso molecular bajo, más una cantidad secundaria de alcohol furfurílico sin reaccionar, puede tratarse subsiguientemente para eliminar el alcohol furfurílico sin reaccionar y/o para polimerizar ulteriormente las formas poliméricas de alcohol furfurílico, por ejemplo para condensar el componente dímero de la mezcla.
- 5.
- 10.

- En todas estos procedimientos alternativos, la cantidad de alúmina en la zona del catalizador puede variar ampliamente según la cantidad de alcohol furfurílico en la caldera vaporizadora. Aunque no se pretende que esté limitada por ninguna teoría de actuación del catalizador, la actividad del este aparece basada en la actividad superficial. Por este motivo, dado que la reacción es una deshidrogenación, la humedad formada en la reacción de condensación resulta ser adsorbida sobre la superficie del catalizador. Esta humedad aparentemente se vaporiza y se extrae con los vapores de alcohol furfurílico, reactivando así continuamente el catalizador de alúmina para mantener su superficie relativamente exenta de humedad.
- 15.
- 20.
- 25.

- En general, cuanto mayor es la cantidad de catalizador, más rápida es la conversión del alcohol furfurílico a las formas poliméricas. Por ejemplo, utilizando alúmina en cantidad que constituya el 10% en peso del alcohol furfurílico en el recipiente vaporiza-
- 30.



286922

dor, puede alcanzarse en menos de 3 horas el mismo grado de condensación que puede lograrse en 6 horas empleando 1,8% en peso de catalizador en la zona catalítica. Se usan cantidades de catalizador que varían de ordinario de un 1% al 20% en peso del alcohol furfurílico.

5.

El invento se comprenderá más plenamente con los ejemplos que siguen, los cuales se dan a título de ilustración y sin intención ninguna de que el invento se limite a ellos.

10.

E J E M P L O 1.

En un recipiente apropiado se introducen 1500 partes en peso de alcohol furfurílico. El recipiente y el contenido se calientan con un baño adaptado para estricto control de las temperaturas en la gama de unos 300°F a 450°F (unos 150°C a 230°C) y se mantiene el calentamiento uniforme por medio de un equipo agitador apropiado.

15.

Los vapores de alcohol furfurílico se hacen subir por una columna situada verticalmente, que contiene 27 partes en peso de alúmina granular de un tamaño de partículas de unas 8 a unas 14 mallas. La columna está provista de un colector de líquido que va paralelo a la zona catalítica. En la parte superior de la columna, un condensador o lo que se llama "dedil frío" condensa el vapor.

20.

25.

Cuando se condensan tanto el vapor de agua como los vapores de alcohol furfurílico, el material condensado se acumula en el colector y se separa en dos capas. El agua se descarga al vertedero y el alcohol furfurílico se devuelve al depósito de alcohol furfurílico.

30.



286922

co.

La temperatura de ebullición de una masa de alcohol furfurílico es de 325°F a 329°F (de 163°C a 165°C).

5. Después de iniciada la vaporización del alcohol furfurílico, se requieren unos 20 minutos de contacto entre el catalizador y los vapores antes de que el catalizador se caliente a una temperatura a la que sea eficaz para suscitar la reacción de condensación. Al cabo de una hora de contacto del catalizador con los vapores alcohólicos,
10. el contenido del recipiente se hierve a unos 341°F (172°C). En esta fase el contenido del recipiente tiene una viscosidad de 4 a 5 centipoises, medida con un viscosímetro Brookfield a temperatura ambiente de 77°F aproximadamente (25°C). El contenido del recipiente está constituido en el 60% aproximadamente por alcohol furfurílico sin convertir.
- 15.

La prosecución del calentamiento durante 6 horas puede hacer que el punto de ebullición del contenido del recipiente se remonte a unos 375°F (alrededor de 190°C).

20. En esta fase, el 86% aproximadamente del alcohol furfurílico está convertido en condensados y la viscosidad de la solución es todavía de unas 56 centipoises solamente.

25. La continuación del calentamiento hasta que la temperatura de ebullición del contenido del recipiente se remonta a unos 410°F (alrededor de 210°C) da por resultado un producto prácticamente exento de alcohol furfurílico monomérico sin reaccionar. El condensado tiene una viscosidad de 1000 centipoises aproximadamente, medida con un viscosímetro Brookfield a temperatura ambiente.



286922

EJEMPLO II.

Se modificó la instalación descrita en el ejemplo I aumentando la cantidad de alúmina empacada en la zona catalítica a 150 partes en peso.

5. Se introdujeron en el recipiente 1500 partes en peso de alcohol furfurílico, se llevó este a temperatura de 330°F (165°C) en unos 20 minutos y se prosiguió el calentamiento con aumento gradual de la temperatura durante 3 horas. Al cabo de este tiempo, el punto de ebullición del contenido del recipiente era de unos 410°F (210°C). El contenido del recipiente estaba prácticamente exento de alcohol furfurílico monomérico sin reaccionar y tenía una viscosidad de 400 centipoises solamente.

EJEMPLO III

15. Al recipiente o caldero para calentar el alcohol furfurílico se aplicó una columna de destilación, que a su vez se conectó a un condensador y a un colector de líquido, la instalación corriente que se usa en la destilación azeotrópica para separar el agua como azeótropo con un líquido más pesado que el agua. También se aplicó al caldero un agitador para mantener el catalizador suspendido en el líquido.

20. Se depositaron en el caldero de caldeo 1500 gramos de alcohol furfurílico, junto con 150 gramos de alúmina gamma que se había calentado a unos 1000°F (540°C) y usada en partículas del tamaño de unas 8 a 14 mallas, suministrada con la designación de "grado F-10" por la Aluminum Company of America.

25. Se calentó el líquido agitado y, en cuanto la temperatura hubo llegado a unos 275°F (unos 135°C) se
- 30.

283922



inició la reacción de condensación. A medida que proseguía la condensación, la temperatura de la mezcla reaccional hirviente fue aumentando gradualmente.

5. El Colector se llenó de líquido destilado por la columna de destilación. Este líquido se separó en dos capas. El agua fue descargada al vertedero y la capa de alcohol furfurílico fue devuelta al recipiente de caldeo para ulterior condensación.

10. Periódicamente se midió el agua separada en el condensador y se tomó una muestra del contenido del recipiente de caldeo, para medir la viscosidad con un viscosímetro Brookfield a 77°F (25°C).

Las pruebas dieron los resultados siguientes:

15.	<u>Calentamiento en horas</u>	<u>% de agua desdoblada (A base de la cantidad de alcohol furfurílico)</u>	<u>Viscosidad del condensado en centipoises, a 77°F (25°C)</u>
20.	1	11,2	720
	2	12,0	5000
	4	13,0	10000
25.	6	15,0	250000



286922

5. El contenido del caldero, de una viscosidad de 250,000 centipoises, estaba prácticamente exento de alcohol furfurílico monomérico. Se tamizó en caliente el contenido líquido del caldero para separar el catalizador de alúmina y luego se le enfrió.
10. La comparación del tiempo necesario para la reacción completa de los productos de los ejemplos I y II muestra que el aumento de la cantidad de catalizador reduce enérgicamente el tiempo necesario para la reacción completa del alcohol furfurílico.
15. Al comparar la viscosidad de los productos de los ejemplos II y III (400 centipoises frente a 250,000 centipoises), cuyos métodos de preparación utilizan la misma proporción en peso de alúmina respecto a alcohol furfurílico y llevan a cabo la condensación hasta el mismo punto final, o sea hasta la exención casi absoluta del alcohol furfurílico monomérico, resulta evidente que el producto preparado de acuerdo con este invento es un material polimérico de viscosidad notablemente inferior,
20. indicación de que contiene un predominio de condensados incluidos dentro de una estrecha gama de pesos moleculares, o sea dímeros, trímeros y análogos, si es que no consta enteramente de ello.
25. Estos nuevos condensados de escasa viscosidad que carecen en esencia de alcohol furfurílico sin reaccionar, son particularmente aptos para usar como componente resinoso de impregnantes, revestimientos, coladas, etc. La escasa viscosidad de los condensados permite mezclarlos para lograr la distribución uniforme de los
30. componentes mezclados con ellos. Además, la escasa viscosidad de los condensados, asociada con la carencia casi



286922

- completa de alcohol furfurílico monomérico, hace a estos condensados particularmente útiles en el campo de los revestimientos. Los revestimientos en forma líquida se extienden en capas lisas y se curan formando películas continuas sólidas, carentes de la perniciosa porosidad que generalmente presentan los revestimientos preparados a base de soluciones en alcohol furfurílico de condensados de alcohol furfurílico. Además, puede inducirse en los condensados de viscosidad escasa el eslabonamiento transversal, por ejemplo mediante aminas, amidas, etc., polifuncionales, para producir revestimientos termofraguables de excepcional inercia química, flexibilidad y capacidad de adherencia a las superficies no porosas, como las superficies metálicas.
- 5.
- 10.
15. Los nuevos condensados de baja viscosidad son útiles también como componente resinoso de los cementos resistentes a la corrosión. El componente líquido de los cementos constituido por condensado de alcohol furfurílico es una solución en alcohol furfurílico diluido de condensados de alcohol furfurílico con una amplia gama de pesos moleculares. Como se sabe, la velocidad con que se cura con un catalizador ácido un condensado de alcohol furfurílico disminuye a medida que crece el peso molecular del condensado. Con un catalizador ácido, el cemento debe curarse sin aplicación de calor, y esta condición se atiende manteniendo bajo en el componente líquido el contenido de condensado. Aunque el alcohol furfurílico monomérico presente se cura rápidamente sin aplicación de calor, origina al mismo tiempo porosidad y contracción.
- 20.
- 25.
30. Cuando se usa una solución en alcohol furfurílico de los nuevos condensados de viscosidad baja de este invento,



puede aumentarse la cantidad del componente resinoso por la mayor reactividad de los condensados de viscosidad baja y, en consecuencia, se disminuye la tendencia a la porosidad y a la contracción. Un componente líquido de

5. esta índole para cemento resistente a la corrosión puede hacerse conforme al ejemplo II interrumpiendo la reacción cuando se ha formado la cantidad deseada de condensado, o bien disolviendo en alcohol furfurílico los condensados de este ejemplo.

10. Los nuevos condensados de viscosidad baja son útiles también como componente resinoso o aglomerante de composiciones para fundición, tales como los núcleos o moldes usados en la colada de metales. Estas composiciones para fundición comprenden una proporción principal de un material refractario para fundición y una proporción secundaria de un aglomerante de alcohol furfurílico, que comprende el condensado de alcohol furfurílico de este invento.

20. Aunque esta es una descripción detallada del método para producir condensados de una gama relativamente pequeña de pesos moleculares, debe entenderse que cabe efectuar numerosas revisiones y modificaciones sin salirse del verdadero alcance y los conceptos de novedad de este invento que se indican en las reivindicaciones anexas.



N O T A

286922

Descrito el objeto de la invención, se declara como no divulgado ni practicado en España, lo comprendido en las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Un procedimiento para condensar y polimerizar alcohol furfurílico para ponerlo en una fase intermedia estable, caracterizado porque comprende calentar un cuerpo de alcohol furfurílico a una temperatura que realiza la volatilización del alcohol monomérico, poner en contacto los vapores del alcohol furfurílico monomérico con alúmina activada y apartar del contacto con la alúmina activada el producto líquido de la reacción de condensación intermolecular.

15. 2. Un procedimiento según se ha definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el agua de condensación que se produce en la reacción es apartada continuamente en forma de vapor de agua.

20. 3. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por el hecho de que los vapores de alcohol furfurílico monomérico se ponen en contacto con alúmina activada en una zona de catalizador separada del cuerpo de alcohol que se calienta.

25. 4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que los vapores de alcohol furfurílico se ponen en contacto con el alcohol activado a temperatura superior a unos 250°F



(alrededor de 120°C).

5. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el producto líquido de la condensación del alcohol furfurílico se retira de la zona de catalizador y se mezcla con el cuerpo de alcohol furfurílico que se está calentando.
10. 6. Un procedimiento, caracterizado porque comprende calentar un cuerpo de alcohol furfurílico a una temperatura que realiza la volatilización del alcohol furfurílico monomérico, poner en contacto los vapores de alcohol furfurílico con alúmina activada en una zona de catalizador, para efectuar la condensación intermolecular del alcohol furfurílico, retirar de la zona de catalizador, en forma de vapores, el agua desdoblada por la condensación intermolecular del alcohol furfurílico y por lo menos una porción del alcohol furfurílico que no ha reaccionado, retirar un producto líquido de la condensación del alcohol furfurílico de dicha zona de catalizador, mezclar dicho producto líquido con el cuerpo de alcohol furfurílico que se está calentando y proseguir el calentamiento de la mezcla de alcohol furfurílico y condensados de alcohol furfurílico hasta que la temperatura de ebullición de la mezcla indica la eliminación prácticamente completa del alcohol furfurílico monomérico.
- 15.
- 20.
- 25.
30. 7. Un procedimiento según se ha definido en la reivindicación 6, caracterizado porque el calentamiento de la mezcla del producto líquido y el cuerpo de alcohol fur-



286922

furfílico se prosigue para volatilizar los componentes que hierven por debajo de unos 410°F (210°C) a presión atmosférica.

5. 8. Un procedimiento según se ha definido en la reivindicación 7, caracterizado porque se prosigue el calentamiento para volatilizar sucesivamente, de acuerdo con sus puntos de ebullición, el alcohol furfurílico y los componentes de punto de ebullición más bajo de la mezcla, se pone en contacto el material volatilizado con la mencionada alúmina activada, se retira el condensado líquido de la mencionada zona decatalizador, se mezcla dicha condensado líquido con la mezcla que se está calentando y se prosigue la formación de condensado líquido hasta que la mezcla resultante alcanza una viscosidad determinada previamente.

15. 9. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por comprender el calentamiento de un cuerpo de alcohol furfurílico a una temperatura que efectúa la volatilización del alcohol monomérico, el poner en contacto los vapores de alcohol furfurílico con alúmina activada granular que se ha activado calentando alúmina a temperatura del orden de unos 700°F a 1100°F (alrededor de 370°C a 595°C), la retirada de la zona de catalizador, en forma de vapores, del agua desdoblada por la condensación intermolecular del alcohol furfurílico y prácticamente todo el alcohol furfurílico que no ha reaccionado, el llevar los vapores a un condensador para producir un condensado líquido de alcohol furfurílico y agua que se separa, con el reposo, en una capa acuosa y una capa alcohólica,



1963

286922

la descarga del agua al desecho y la devolución de la capa alcohólica al cuerpo de alcohol furfurílico que se está calentando, y la acumulación del material polimérico líquido en dicho cuerpo de alcohol furfurílico que se está calentando.

5.

10. Un procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque comprende el calentar un cuerpo de alcohol furfurílico a una temperatura que efectúa la volatilización del alcohol furfurílico, el poner en contacto los vapores de alcohol furfurílico con alúmina activada granular, en una zona de catalizador mantenida a temperatura superior a unos 250°F (unos 120°C) para efectuar la condensación intermolecular del alcohol furfurílico, el retirar de la zona de catalizador, en forma de vapores, el agua desdoblada por la condensación intermolecular del alcohol furfurílico y una porción principal del alcohol furfurílico que no ha reaccionado, el condensar el alcohol furfurílico, el devolver el alcohol furfurílico condensado al mencionado cuerpo de alcohol furfurílico, el retirar de la mencionada zona de catalizador un producto polimérico líquido de condensación del alcohol furfurílico, el acumular en una segunda zona de calentamiento un cuerpo de producto líquido constituido por material polimérico y alcohol furfurílico monomérico, el calentar dicho cuerpo de producto líquido a una temperatura que efectúa la volatilización del alcohol furfurílico que contiene, el poner en contacto en una segunda zona de catalizador los vapores de alcohol furfurílico con la alúmina activada granular, el retirar de la mencionada segunda zona de catalizador un condensado líquido y acumularlo con el mencionado producto polimérico hasta

10.

15.

15.

25.

30.



286922 . 9

que el punto de ebullición de la mezcla resultante de productos indica la conversión prácticamente completa del alcohol furfurílico a la forma polimérica.

5. 11. Un procedimiento según se ha definido en la reivindicación 10, caracterizado por el hecho de que el cuerpo de líquido se calienta progresivamente a temperaturas mayores hasta un máximo de 410°F (210°C) aproximadamente.
10. 12. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones 10 u 11, caracterizado por el hecho de que el cuerpo de líquido se calienta en condiciones subatmosféricas.
15. 13. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la alúmina activada está en forma granular.
15. 14. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la alúmina activada tiene un tamaño medio de 1/4 a 2 pulgadas aproximadamente (6,35 a 50,80 mm).
20. 15. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se ha activado la alúmina calentándola a temperatura de 700°F a 1100°F (370°C a 595°C).
25. 16. Un procedimiento según se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que en la zona del catalizador está presente del 1% al 20% del catalizador de alúmina activada, en relación al peso de alcohol furfurílico en el cuerpo que se está calentando.
30. 17. Un procedimiento para condensar y polimerizar alcohol furfurílico.



286922

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 25 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 9 de Abril de 1963

5.

p.a.

JAMME ISEPN MIRALLES

R.E.