

P.- 35.177

341724



341724

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de JOSE ENRIQUE ORDIERES

entidad/ de nacionalidad española

con domicilio en Las Mercedes, nº 16, Las Arenas, Vizcaya

por: "PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN LOS PROCEDIMIENTOS DE POLIMERIZACION DE SOLUCIONES DE FORMALDEHIDO"
(Clase Internacional C08g C07c)



Los procedimientos empleados para la polimerización del formaldehído con objeto de obtener paraformol consisten en concentrar una solución de formol por destilación a vacío hasta una riqueza del orden de 70% seguido de un enfriamiento rápido el cual produce la polimerización del formaldehído obteniéndose un producto de 70 - a 80% de riqueza que posteriormente hay que secar para obtener un paraformol comercial de riqueza \sim 90% a CHOH.

Este procedimiento tiene la particularidad de producirse la polimerización a temperaturas relativamente elevadas con lo que el grado de polimerización bastante elevado del producto, comunica a éste una baja reactividad.

Existen otros procedimientos citados en las patentes:

- USP 2.551.365 de Robert L. Craven (Dupont) Mayo 1951.

- USP 2.568.017 de Alexander F. MacLean y Walter E. Henz (Celanese) Septiembre 1951.

USP 2.694.076 de Robert L. Craven (Dupont) Noviembre 1954.

- Patente Italiana 629288 Diciembre 1961 (Ref. Chem. Abstract 8739i Volumen 57 - 1962)

- Patente Ger. 1.109.890 Junio 1961 (Bayer) (Ref. Chem. Abstract 14143 c Volumen 58 - 1963)

- Patente Fr. 1.383.547 Diciembre 1964 (Skanska Attikfabriken).

en los cuales se utilizan para realizar la polimerización del formaldehído la presencia de un catalizador que en general consiste en un alcalí que eleve el pH de la solución a un valor comprendido entre 9 y 10.

341724



De estos procedimientos citados en estas patentes unos realizan la polimerización a elevada temperatura con lo que el paraformol obtenido es de baja reactividad. Otros realizan la polimerización a baja temperatura pero muy rápidamente (patente Fr. 1.383.547) con lo que el paraformol obtenido aunque de buena reactividad tiene un tamaño de grano muy fino, lo cual hace que el producto obtenido, por filtración, centrifugación u otro procedimiento equivalente de separación, sea muy húmedo y su riqueza no sea superior al 70% de CHOH. Esto obliga a someter a este producto a un secado bastante intenso para conseguir lograr un producto comercialmente utilizable de riqueza superior al 90%. Dicho secado reduce además las propiedades de elevada reactividad del producto.

En el procedimiento descrito en la presente Memoria, se realiza la polimerización empleando como catalizador óxidos e hidróxidos alcalinos alcalinotérreos, sales de ácidos orgánicos o inorgánicos débiles, sales básicas, y bases orgánicas del tipo de aminas primarias, secundarias terciarias, alifáticas y aromáticas, con todas las cuales se establece un pH de la solución de formaldehído comprendido entre 9 y 13 preferentemente 9 - 10. Dicha polimerización se inicia y realiza a temperaturas bajas menores de 40°C y el proceso de enfriamiento y polimerización se realiza a una velocidad controlada que produce una precipitación de cristales de paraformol de un tamaño y distribución de tamaño, tal que por simple filtración o preferiblemente centrifugación de la solución polimerizada se obtiene un paraformol de riqueza superior al 90% de CHOH apto para ser envasado y utilizado comer -

341724

cialmente.

43 JUN 1956



Asímismo en dicho proceso, además de la velocidad de enfriamiento y polimerización controlada se mantienen unas condiciones óptimas de agitación que favorecen el crecimiento de los cristales a su tamaño óptimo.

Para conseguir una suspensión de paraformol de tamaño óptimo que produzca por centrifugación un producto de riqueza superior al 90% de CHOH, hay que realizar la polimerización enfriando la solución a una velocidad entre 0,25 a 05°C/h. La temperatura superior en que comienza el enfriamiento controlado depende de la concentración de la solución de formol de partida siendo esta temperatura tanto más alta cuanto más elevada sea la concentración de la solución de formol.

En los casos prácticos, dicha concentración oscila entre 40-50% de formol y las temperaturas iniciales de enfriamiento controlado oscilan entre 30 y 35°C respectivamente. Durante este proceso de enfriamiento controlado se mantiene una agitación mínima pero suficiente para mantener los cristales de paraformol en suspensión. Dicha velocidad de agitación depende de la forma y diseño del reactor en el que se realice la polimerización y del tipo del agitador.

La temperatura final de polimerización no está limitada técnicamente y solamente está limitada por motivo económico de gasto de energía y duración de la operación.

A continuación se citan unos ejemplos como ilustración del procedimiento pero no como limitación al objeto de esta patente.

341724



Ejemplo 1º.: Se cargan 555 litros de solución de formaldehído de 425 gr/litro CHOH en un reactor de 1000 litros de capacidad de 0,8 mt. de diámetro, provisto de un agitador tipo turbina de 6 paletas de 0,5 mt. de diámetro y situado a 15 cm. del fondo del reactor y también provisto de un serpentín de refrigeración.

A la solución de formol, que para evitar su polimerización se mantenía almacenada a una temperatura superior a 40°C, se le añaden 0,15 kgs. de NaOH en solución al 30% con fuerte agitación hasta conseguir que el pH de la solución sea 9,5. Manteniendo la agitación fuerte se enfría rápidamente la solución a 32°C, a continuación se reduce la velocidad de agitación a 30 rpm. y se enfría la solución a una velocidad de 0,5°C/hora hasta llegar a 25°C en que se aumenta la velocidad de enfriamiento a 1°C/hora. Se continúa el enfriamiento hasta alcanzar los 17°C de temperatura, a continuación se centrifuga la solución obteniéndose 120 Kgs. de paraformol de 93% de riqueza CHOH y de elevada reactividad.

Ejemplo 2º.: Se cargan 580 litros de solución de formaldehído de 150 gr/lt. CHOH en el reactor descrito en el ejemplo anterior. Manteniendo la temperatura igual o mayor que 40°C se añaden 400 gr. de CO_3Na_2 en solución al 20% con fuerte agitación con lo cual la solución alcanzará un pH 9,4. A continuación y manteniendo la agitación fuerte se enfría rápidamente la solución a 34°C, se disminuye la agitación hasta un nivel de 30 rpm. y se enfría la solución a una velocidad de 0,3°C/n hasta alcanzar la Tª de 25°C después de lo cual se enfría la solución a una

341724



velocidad de 1°C/n hasta la temperatura de 18°C. A continuación se centrifuga la suspensión obteniéndose 125 Kgs de paraformol de 94% de CHOH y gran reactividad.

5

N O T A

10

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

15

1.- Perfeccionamientos introducidos en los procedimientos de polimerización de soluciones de formaldehído por los cuales se obtiene un paraformol de bajo peso molecular y elevada reactividad, mediante los cuales la polimerización se realiza a temperaturas menores de 40°C con objeto de conseguir un producto de máxima reactividad.

20

2.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, según los cuales y con la sola operación de separación (centrifugación) sin tener que recurrir a una operación de secado se obtiene un paraformol de elevada riqueza superior a 90% CHOH.

25

3.- Perfeccionamientos introducidos en los procedimientos de polimerización de soluciones de formaldehído mediante los cuales la polimerización se realiza con la ayuda de catalizadores adecuados que mantienen el pH de la solución entre 9 y 13 y controlando la velocidad de polimerización mediante el control de la velocidad de enfria-

30

341724



miento de la solución que oscila entre 0,2 - 1°C/ por hora y siendo la agitación mínima con lo cual se consigue que el tamaño de grano y su distribución sea el óptimo para que por una posterior operación sencilla de separación (centrifugación) y sin tener que recurrir a una operación de secado se obtenga un paraformol de riqueza superior al 90%.

5

4.- Perfeccionamientos según las anteriores reivindicaciones y mediante los cuales puede obtenerse un paraformol de riqueza superior al 90% CHOH y que por no haber sido sometido a una operación de secado mantiene inalteradas y al máximo sus propiedades de elevada reactividad.

10

5.- Perfeccionamientos según las anteriores reivindicaciones y mediante los cuales y con las solas operaciones de polimerización y separación (centrifugación) se obtiene un producto de elevada reactividad y riqueza en CHOH superior al 90% al cual puede almacenarse y comercializarse directamente.

15

6.- "Perfeccionamientos introducidos en los procedimientos de polimerización de soluciones de formaldehído "

20

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

25

Esta Memoria constad de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 JUN 1967

P.A.

Albano de Zuburu
Cur. Hec. 11

341724