

20 S



ZG-4/653/P-1224

342897

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de ZAKŁADY CHEMICZNE "OSWIECIM"

entidad / ~~de nacionalidad~~ polaca

con domicilio en Oświęcim (Polonia)

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA MODIFICAR COLOFONIA, AGUARRAS Y ACEITE TALL" (Clase Internacional C09f)



En los procedimientos para tratar madera se obtiene colofonia, aguarrás y aceite tall. La utilización de estos productos es restringida, a causa de los enlaces que reaccionan con yodo.

5 Para reducir el índice de yodo, se efectúa una separación por desproporcionamiento de la colofonia, en presencia de paladio sobre un carbón activo, o bien se efectúa su hidrogenación en presencia de níquel.

10 La hidrogenación del aguarrás, en presencia de níquel, se efectúa bajo una presión normal o aumentada.

Se conoce asimismo una modificación del aceite tall consistente en una separación por desproporcionamiento de los productos de su fraccionamiento.

15 Según los métodos conocidos, los procedimientos para modificar los productos resultantes del tratamiento de la madera se efectúan en presencia de catalizadores que constituyen una capa sólida. Por modificación de la colofonia mediante una separación por desproporcionamiento, se obtiene un producto caracterizado por una reactividad insensible con yodo, menor con oxígeno, y por una absorción disminuida de la luz de longitud de onda igual a 241 mm.

20 La colofonia modificada mediante separación por desproporcionamiento tiene utilización como emulsionante en el procedimiento de copolimerización de butadieno con estireno,
25 en la producción de caucho sintético.

Los procedimientos conocidos para hidrogenar la colofonia no han hallado aplicación industrial, a pesar de que por utilización de los mismos se puede obtener un producto de propiedades casi iguales que las del producto obtenido por separación por desproporcionamiento, pero la
30



hidrogenación en presencia de níquel está seguida por una descarboxilación de los ácidos resínicos contenidos en la colofonia, y entonces es muy difícil la eliminación exacta del níquel, lo que es necesario para la polimerización.

5 Por modificación del aguarrás se obtiene un producto que reacciona difícilmente con el oxígeno, y que no reacciona con el yodo. El producto de modificación del aguarrás encuentra utilización en la producción de peróxidos de terpenos y alcoholes terpínicos. La modificación
10 del aguarrás se efectúa según procedimientos conocidos, mediante hidrogenación en presencia de catalizadores de níquel. Por modificación de la colofonia separada a partir del aceite tall se obtiene una colofonia que, en forma de jabón, es utilizada como emulsionante en la producción
15 de caucho sintético. Los procedimientos de modificación de los productos resultantes del tratamiento de la madera acusan los defectos siguientes: elevados costes en la separación por desproporcionamiento, causados por las pérdidas de paladio en un procedimiento, y en el curso de su
20 regeneración; equipo complicado y de difícil automatización, y un transporte costoso; la necesidad de aplicar altas presiones, o bien de un equipo desarrollado, en el curso de la hidrogenación del aguarrás. El procedimiento según la invención consiste en una separación por desproporcionamiento de la colofonia, del aguarrás y del aceite
25 tall, o bien de sus productos de fraccionamiento, o bien de soluciones de las sustancias antes mencionadas, en presencia de catalizadores de paladio dispersados en una mezcla de reacción. Se obtienen catalizadores de paladio en
30 forma de polvo o gránulos, por descomposición de una sal de paladio sobre un soporte, en una corriente de hidróge-

13.9.1967

342897



no, a una temperatura de 300°C. Se ha hallado que la separación por desproporcionamiento de la solución de colofonia del 70 al 80%, en aguarrás, o bien en trementina previamente purificada, da buenos resultados. Estas soluciones a una temperatura de 210 a 260°C y bajo presión de 5 atm, siendo la concentración de paladio en el medio de reacción igual a 0,1%, presentan resultados satisfactorios ya al cabo de 3 horas de reacción. Un catalizador de paladio sobre gel de sílice, con poros grandes, empleado para experimentación, ha mostrado una larga actividad que puede ser restituida por lavado con ayuda de aguarrás, o bien por cocción de los alquitranes en una corriente de aire. La regeneración del paladio, a partir del catalizador, se efectúa por disolución del paladio en agua regia, por procedimientos conocidos. La separación de los substratos de la reacción, consistente en una filtración del catalizador a partir de la solución, y después en una destilación de los productos, es simple, evita las pérdidas de paladio y de un producto de pureza satisfactoria.

La instalación para la aplicación del procedimiento según la invención se presenta en la fig. 1. Está constituida por un reactor provisto de un accionamiento 1, un filtro 2 de porolita, un agitador 3, y, a voluntad, una centrifugadora 4. Además, la instalación posee una entrada 5 de materia prima, la salida 6 del producto y un serpentín de calentamiento con una entrada 7 de vapor de agua y una salida 8 de condensado. La medida de la temperatura se efectúa con ayuda de un termómetro situado en una tubuladura 9, y la de la presión con ayuda de

342897



un manómetro también situado en una tubuladura, sobre la que se puede instalar una válvula de seguridad 11. Una tubuladura 12, situada en el fondo del reactor, sirve para evacuar el catalizador gastado.

5

Ejemplo

Se ponen 50 g. de paladio sobre 950 g. de gel de sílice de poros grandes, disgregados en granos de 0,2 mm. de diámetro. El paladio se introduce por saturación del gel de sílice con nitrato de paladio de una concentración igual a 0,046 g. de Pd por litro. El secado y la descomposición del nitrato de paladio a paladio metálico se efectúan en una corriente de hidrógeno, a una temperatura de 300°C. El catalizador así preparado fué llevado bajo atmósfera de nitrógeno a un reactor de 50 litros de capacidad, hecho de acero inoxidable, provisto de un agitador del tipo de hélice, de un serpentín de calentamiento o enfriamiento, y de un filtro de porclita. Después se introducen en el reactor 25 kg. de colofonia balsámica, clase 3A, y 8 kg. de aguarrás, como solución previamente preparada. La mezcla de reacción es calentada en el curso de 15 min. hasta una temperatura de 220°C, y luego es mantenida a esta temperatura durante 3 horas, sin cesar de mezclar. Una muestra ha mostrado un índice de yodo igual a 8. Una vez acabada la reacción de la separación por desproporcionamiento, la mezcla de reacción es filtrada directamente a la columna de destilación, que trabaja bajo vacío y a donde, a una temperatura de 220°C, se arrastra el aguarrás que tiene un índice de yodo igual a 8. En la columna de destilación queda una colofonia que tiene un coeficiente de extinción igual a 1, 2, siendo la cantidad

10

15

20

25

30

13.9.1967



de colofonia igual a 241 m3. o bien siendo el contenido de ácido abiético igual a 0,4%.

5 La colofonia así obtenida es saponificada con una lejía de potasa, y es empleada en un procedimiento de copolimerización de butadieno con estireno, a una temperatura de 5°C, donde se puede observar su gran actividad. Para observar las pérdidas de paladio, se efectuaron pruebas para determinar el contenido de Pd en la colofonia, pero los métodos analíticos conocidos no han
10 revelado la presencia de paladio en la colofonia.

El catalizador empleado fué lavado varias veces con ayuda de aguarrás, y luego fué secado y cocido en una corriente de aire, a temperatura mayor que 400°C, y finalmente fué disuelto el paladio con ayuda de agua
15 regia. Se regeneró el paladio con un rendimiento mayor del 99% y, puesto nuevamente sobre el gel de sílice, mostró gran actividad.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Polonia, con fecha 11 de Julio de 1.966, bajo el Nº P-115545 se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.
20

N O T A

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

30 1.- Un procedimiento para modificar colofonia,

342897



5 aguarrás, y aceite tall, caracterizado por someter la colofonia, el aguarrás, el aceite tall, mezclas de ellos, o bien soluciones de los mismos en otros hidrocarburos, a una separación por desproporcionamiento en presencia de un catalizador de paladio de actividad aumentada.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador de paladio es puesto sobre gel de sílice u otro soporte.

10 3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se obtiene gran actividad del catalizador de paladio, por descomposición de nitrato de paladio en una corriente de hidrógeno, siendo elevada la temperatura.

15 4.- Un procedimiento para modificar colofonia, aguarrás y aceite tall.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

La presente memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

31 FEB 1968

P.A.

342897



342897

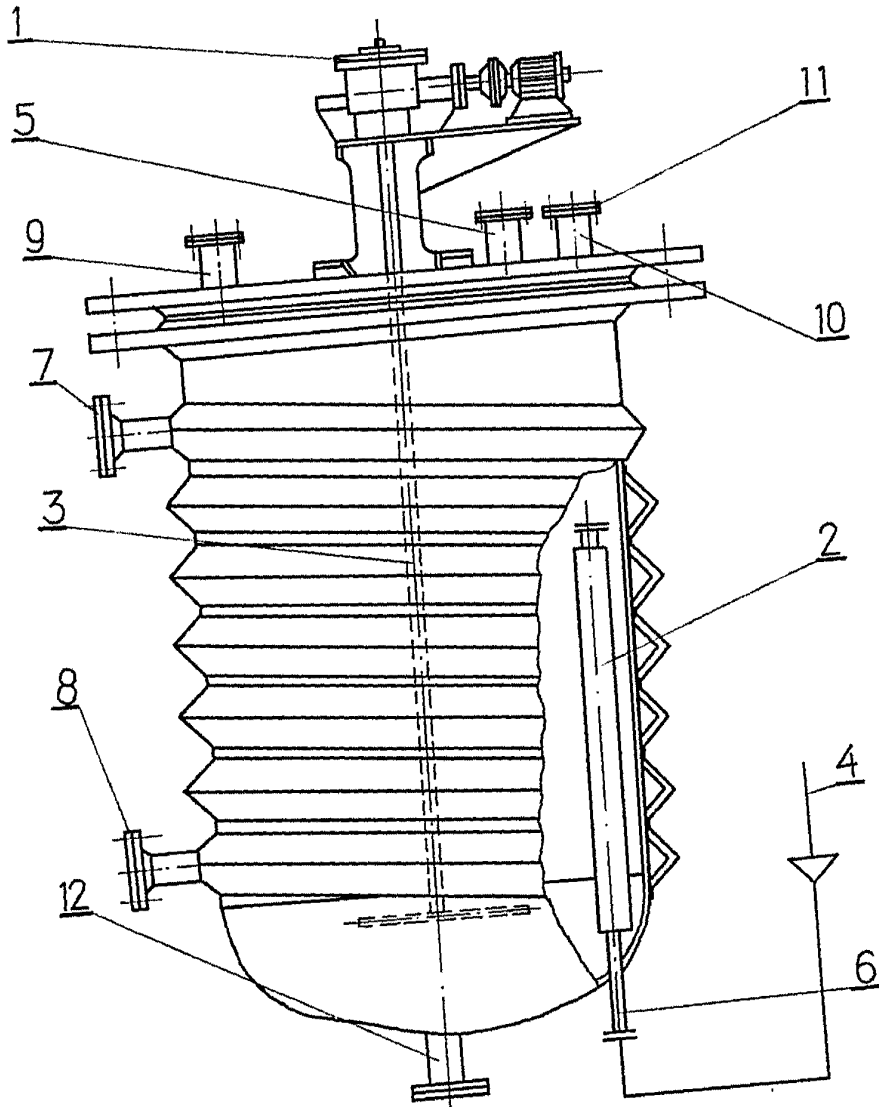


FIG. 1

342897

Handwritten signature or initials.