

Cas I



348293

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA RESINA DE FENOL TERMOFRAGUABLE", a favor de la firma italiana SOCIETA ITALIANA RESINE, S.p.A., residente en MILAN (Italia), Via Grazioli, 33.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un método mejorado para preparar resinas fenólicas y atañe más particularmente a la preparación de compuestos poliméricos a base de fenol y formaldehído que son estables, termofraguables y pueden diluirse con agua.

5.

Los compuestos de este tipo, que son particularmente útiles en los procedimientos de impregnación, por ejemplo del papel o de la madera, requieren un contenido bajo de fenol y formaldehído sin reaccionar y buena compatibilidad con el agua para que resulten satisfactorios co-

10.



15 U

mo impregnantes. Además, deben ser estables en el almacenamiento.

Se ha descubierto que las resinas líquidas de fenol-formaldehído aptas para los fines anteriores pueden

5. obtenerse utilizando cantidades particulares de los reactivos y regulando exactamente las condiciones de polimerización.

El invento, en consecuencia, proporciona un método para preparar resinas de fenol-formaldehído que son estables, termofraguables y compatibles con el agua, es decir diluibles con el agua, el cual comprende hacer reaccionar fenol y formaldehído en presencia de un catalizador alcalino hasta que cualquier contenido residual de formaldehído libre sea inferior al 7% y someter el producto de la

10. reacción a destilación en vacío en presencia de glicerol, con una temperatura de destilación que no exceda de 70°C.

15.

- Las resinas obtenidas por el procedimiento de este invento proporcionan impregnantes prácticamente incoloros, con escaso contenido de cenizas y de reactivos libres. Son
20. estables en el almacenamiento por un período de tiempo considerable y la relación de sus componentes permite obtener alto grado de reticulación transversal cuando el producto se emplea para los fines mencionados antes.

- De preferencia, se hacen reaccionar fenol y formaldehído en la proporción molar de 1:1 a 1:4, a temperaturas entre 30°C y 70°C y en presencia de un catalizador que comprenda un hidróxido, óxido o carbonato alcalino o alcalino-
- 25.



térreo en cantidad de 0,5 a 2,5% en peso respecto al fenol. Ejemplos de catalizadores son los hidróxidos, los óxidos o los carbonatos de litio, potasio, sodio, magnesio, bario y calcio.

5. El fenol y el formaldehído empleados para la polimerización tienen de preferencia contenidos de metal (tal como hierro y manganeso) inferiores a 20 p.p.m. El formaldehído puede hallarse en forma de una solución acuosa o de paraformaldehído. Pueden ser también útiles las sustancias que desprenden formaldehído.
- 10.

La reacción de polimerización puede interrumpirse cuando el contenido de formaldehído libre está por debajo del 7%. Puede añadirse entonces glicerol en cantidad de 1 a 10% en peso y efectuarse la destilación en vacío sin

15. exceder de una temperatura de 70°C aproximadamente. Terminada la destilación, puede enfriarse el residuo hasta una temperatura entre 10°C y 20°C y diluirse con agua desionizada hasta un contenido final de materia seca del 40 al 50%. Esto da por resultado un producto en solución alcalinoacuosa, que tiene un contenido, tanto de formaldehído libre como de fenol libre, inferior al 3% respecto a la materia seca y que es estable en el almacenamiento por muchas semanas.
- 20.

- El contenido de cenizas del producto es inferior al 1%, calculado respecto a la materia seca, y en todo caso la resina tiene un índice mínimo de dilución en agua de 1/20, que es suficiente para conferir a la solución gran poder humectante. Por último, la relación de fenol/formaldehído en
- 25.



el polimerizado es tal que existe gran reticulación transversal en el producto acabado.

Como se ha dicho antes, estas resinas son útiles para impregnar materiales, tales como madera o papel, y resultan más particularmente aptas para preparar separadores de batería. En este último uso especial, el material, por ejemplo borra de algodón, se impregna con la solución de resina, se seca en una corriente de aire y se endurece durante unos minutos a temperatura del orden de 200 a 210° C. El producto resultante es muy inatacable por los ácidos, resistente a los agentes oxidantes en general y además tiene excelentes propiedades aislantes.

El invento se ilustra a continuación con un ejemplo experimental que contribuye a aclararlo.

15.

EJEMPLO

En un reactor que contenía 10 moles de fenol se depositaron 30 moles de formaldehído en forma de una solución acuosa al 36%, más hidróxido sódico en cantidad de 0,6% en peso respecto al fenol. Se llevó la temperatura a 60°C y se la mantuvo aproximadamente a este nivel hasta que el contenido de formaldehído libre resultó inferior al 6%. Luego se añadió una cantidad de glicerol que ascendía al 4% aproximadamente y se procedió a la destilación en vacío residual de 80 mm de Hg, hasta que la temperatura inicial de 50°C hubo llegado a unos 70°C.

20.

25.

A continuación se enfrió el residuo hasta unos 15°C



y se añadió agua desionizada hasta un contenido de materia seca del 45% aproximadamente. El producto resultante, de pH 8 aproximadamente y densidad de 1,15 a 25°C, resultó estable en el almacenamiento por un período de más de un mes.

5.

= . =

N O T A

10.

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente italiana número 31489-A/66 (Milán) depositada el 23 de diciembre de 1966.

15.

1.- Un procedimiento para la preparación de una resina de fenol termofraguable, compatible con el agua y estable, caracterizado por hacerse reaccionar fenol y formaldehído en presencia de un catalizador alcalino hasta que cualquier contenido residual de formaldehído libre es inferior al 7% y por someterse el producto de la reacción a destilación en vacío en presencia de glicerol y con una temperatura de destilación que no exceda de 70°C.

20.

2.- Un procedimiento como se define en la reivindicación 1, caracterizado en que el fenol y el formaldehído se hacen reaccionar en la proporción molar de 1:1 a 1:4.

25.

3.- Un procedimiento como se define en las reivindicaciones



siones 1 o 2, caracterizado en que la temperatura de reacción se halla entre 10°C y 70°C.

5. 4.- Un procedimiento como se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuarse la polimerización en presencia de 0,5 a 2,5% en peso de catalizador que comprende un óxido, hidróxido o carbonato de metal alcalino o alcalinotérreo.

10. 5.- Un procedimiento como se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que tanto el fenol como el formaldehído tienen un contenido de metal inferior a 20 p.p.m.

15. 6.- Un procedimiento como se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que al terminarse la reacción de polimerización se destila el producto en vacío y en presencia de glicerol en cantidad de 1 a 10% en peso.

7.- Un procedimiento para la preparación de una resina de fenol termofraguable.

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

Madrid, a 4 de Mayo de 1937

P.a.

JAIMESERRA
D. A.