

349490



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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR PRODUCTOS RESINOSOS ENDURECIBLES EN FRIO", a favor de la firma italiana SOCIETA' ITALIANA RESINE, S.p.A. residente en 33 Via Grazioli, MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a resinas de condensación de aminas o amidas con aldehidos, y en particular a resinas de urea-formaldehido.

Se sabe por la técnica anterior que las resinas de urea-formaldehido, aún cuando presenten en conjunto buenas características de elaborabilidad (por ejemplo, como masas modelables), tienen algunos inconvenientes. Entre



ellos se cita la tendencia a la formación de fisuras y roturas, debidas a las tensiones internas que se manifiestan durante el endurecimiento, con el consiguiente perjuicio de las características mecánicas del producto acabado.

5. El propio endurecimiento, por otra parte, resulta bastante difícil y requiere una vigilancia cuidadosa de la concentración del agente endurecedor y de la temperatura, ya que pequeñas variaciones de estos dos parámetros modifican de modo muy marcado las propiedades físicas de las resinas.

15. Se ha descubierto ahora que es posible obtener resinas de tipo uréico (o, más generalmente, resinas de condensación de aminas o amidas con aldehidos) que carecen de tales inconvenientes, si se modifican dichas resinas de condensación por tratamiento con un alcohol que contenga en su molécula un anillo furánico.

20. Las resinas así modificadas son más ventajosas que las usuales, por cuanto poseen, además de buenas características mecánicas, la propiedad de endurecerse también en frío, en presencia de endurecedores apropiados, y de mantener prácticamente constantes sus propiedades dentro de un amplio intervalo de concentraciones del agente endurecedor.

El procedimiento según este invento consiste en



- condensar, en ambiente básico, una sustancia tomada del grupo que comprende las amidas y/o las aminas con un aldehído, acidificar la mezcla reaccional hasta reacción ácida y hacer reaccionar el producto de condensación con un alcohol que contenga en su molécula un anillo furánico.
- 5.

Amidas utilizables en el procedimiento conforme a este invento son, por ejemplo, la urea, la tiourea, la etilenurea, la dicianamida, la melamina, la benzoguanamina y la sulfonamida. La amina puede ser una amina cualquiera alifática y/o aromática. El aldehído puede ser un aldehído alifático, insocíclico o heterocíclico, por ejemplo formaldehído, belzaldehído o furfural. La relación molar aldehído/amida o aldehído/amina puede variar entre 1:1 y 3:1.

10.

Como alcoholes utilizables en este invento son particularmente aptos el alcohol furfurílico, el alcohol 5-metilfurfurílico y el alcohol 3-alfa-furil-alílico. La relación alcohol/amida o alcohol/amina varía entre 1:2 y 2:1.

15.

El esquema general de actuación es el siguiente: se carga en una autoclave el aldehído y un álcali en tal cantidad que la reacción del medio sea debilmente alcalina. Se añade luego la amida y/o la amina y se calienta la mezcla reaccional a 50-100°C (de preferencia, a

20.

18 ENE



60-80°C). Terminada la condensación, se rebaja ligeramente la temperatura, se agrega el alcohol y un agente de acidificación y se calienta la mezcla en reflujo hasta completar la reacción. Luego se enfría hasta la temperatura ambiente y se añade un álcali, con el fin de neutralizar el agente de acidificación añadido antes. Por último, se descarga la resina, que queda lista para ser tratada con el agente endurecedor.

Toda la operación que se ha descrito puede efectuarse también en presencia de un disolvente orgánico apropiado, que después se destila y se recupera antes de añadir el compuesto furfúrico.

El endurecimiento de la resina puede llevarse a cabo en un intervalo de temperatura comprendido entre 10 y 180°C.

Cuando se efectúa el endurecimiento a la temperatura ambiente, se usan como agentes endurecedores sustancias ácidas del tipo del ácido sulfúrico, del ácido nítrico, de los ácidos halogenhídricos, del ácido fosfórico, del ácido bencentoluen-naftil-sulfónico, del ácido acético o del ácido oxálico, y en general todas las sustancias ácidas que tengan una primera constante de disociación K mayor de 10^{-5} .

La cantidad de agente endurecedor para el endure-



cimiento en frío varia de 2 a 100% en peso respecto a la resina, según la rapidez de endurecimiento que se desee; para porcentajes bajos de endurecedor, la rapidez de endurecimiento es baja, y aumenta a medida que se eleva la

5. cantidad de endurecedor.

Para el endurecimiento en caliente se pueden usar los mismos agentes endurecedores utilizados para el endurecimiento en frío; en este caso, sin embargo, bastan cantidades de agentes endurecedor comprendida entre 0,1 y 10%

10. en peso respecto a la resina, en función de la rapidez que se desee y de la temperatura a que se actue, manteniendo siempre como límite superior para la temperatura el de 180°C.

Para el endurecimiento en caliente pueden actuar,

15. además de los agentes endurecedores, sustancias ácidas, como ácidos orgánicos y/o inorgánicos, anhídridos o sales metálicas, que tengan la primera constante de disociación inferior a 10^{-5} ; estas sustancias ácidas se emplean en concentraciones variables entre 1 y 30% en peso respecto

20. a la resina.

Las resinas así obtenidas pueden usarse solas o en mezcla con materiales inertes; en todo caso, los productos muestran óptimas características físicas de resistencia al choque y a la deformación.



EJEMPLO 1

En una autoclave provista de agitador, de refrigerador de reflujo, de camisa de refrigeración y calefacción y de dispositivo para el vacío, se cargan 855 kg de formaldehído al 36%.

Se añaden después 4,5 kg de una solución de hidrato sódico al 16%, 150 kg de urea y 77 kg de diciandiamida.

Se aumenta la temperatura de la autoclave hasta 70°C y se la mantiene a este nivel por 15 minutos.

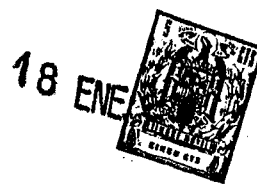
10. Luego se baja la temperatura hasta 60°C y se destilan, a la presión de 100 a 110 mm de Hg, 220 kg de agua.

Después de haber vuelto la mezcla reaccional a la presión del ambiente, se le añaden 335 kg de alcohol furfúrico y 1,3 kg de ácido oxálico.

15. Se remonta la temperatura de la autoclave hasta 90°C y se la mantiene a este nivel, en régimen de reflujo, por unas 4 horas.

La viscosidad en este punto resulta de 15-17 segundos, medida a 20°C con copa Ford de 4 mm, mientras el tiempo de curado es de 25 a 28 segundos a 120°C y la compatibilidad en agua varía de 1:0,5 a 1:0,7.

Se enfría hasta la temperatura ambiente y se neu



traliza por medio de hidrato sódico al 16%.

Luego se descarga y se obtiene 1180 kg de resina lista para el tratamiento endurecedor final.

EJEMPLO 2

5. La instalación y las modalidades operatorias son iguales que en el Ejemplo 1. Se cargan en la autoclave 570 kg de formaldehído al 36% y se añaden después 3:3 kg de una solución de hidrato sódico al 16% y 80 kg de benceno.

10. A continuación se agregan 205 kg de urea y se lleva la temperatura a 75°C. manteniéndola a este nivel por 15 minutos.

Se baja luego la temperatura hasta 60°C y, bajo presión de unos 100 mm de Hg, se destila el benceno junto con 205 kg de agua.

15. Se añaden después, a presión atmosférica, 335 kg de alcohol furfurílico y ,1,3 kg de ácido acético.

A continuación se mantiene la mezcla en reflujo, a 90°C, por 5 horas.

20. La viscosidad, determinada en copa Ford de 4 mm a 20°C, resulta de 40-42 segundos, mientras el tiempo de curado es de 15 segundos y la compatibilidad en agua está



comprendida entre 1:1 y 1:1,5.

Enfriando, se obtienen luego 202 kg de resina.

EJEMPLO 3

En un balón de 10 litros, provisto de agitador y
5. termómetro, se cargan 4,2 kg de formaldehído al 36% y
luego se alcaliniza con hidrato sódico al 16%.

Se añaden 2,2 kg de melamina, se lleva la tempe-
ratura a 70°C y se la mantiene a este nivel por 15 minutos.

Luego se baja la temperatura hasta 60°C y se des-
10. tilan, a presión de 95-100mm de Hg, 0,75 kg de agua.

Después de haber devuelto el sistema a la presión
atmosférica, se agregan 3,5 kg de alcohol furfurílico y
0,6 kg de ácido acético.

Se remonta la temperatura hasta 90°C y se la man-
15. tiene a este nivel por 2 horas; en este punto se examinan
la viscosidad, el tiempo de curado y la compatibilidad
en agua.

La viscosidad, determinada en copa Ford de 4 mm a
20°C, resulta ser de 20-22 segundos, mientras el tiempo de
20. curado es de 30 minutos y la compatibilidad en agua es de
1:1,5 a 1:2.



Se descarga el balón y se obtienen 9,7 kg de resina lista para someterla al proceso de endurecimiento final.

EJEMPLO 4

Se actua como en el Ejemplo 3, empleando, en sustitución del formaldehído, 3,2 kg de furfurool y manteniendo constantes las cantidades de los otros componentes y las modalidades de operación.

Se obtienen 8,8 kg de resina con las características siguientes:

- 10. - viscosidad: 30-33", medida en copa Ford de 4 mm a 20°C
- tiempo de curado: 21 minutos
- compatibilidad en agua: de 1:1 a 1:0,5.

EJEMPLO 5

Se mezclan 100 partes de la resina preparada según el Ejemplo 1 con 30 partes de ácido p-toluen-sulfónico y se agita la mezcla por 5 minutos mediante un agitador mecánico.

Se vierte luego la resina en moldes metálicos cilíndricos, mantenidos a la temperatura ambiente; al cabo de una hora, la pasta se ha endurecido formando una masa verde-opaca compacta.

Las características mecánicas de las probetas de

18 ENE



resina, que median 120 x 10 x 15 mm, fueron las siguientes:

- resistencia a la flexión 500 - 700 kg/cm²
- resistencia al choque 4-- 6 "
- resistencia al choque con entalla 1 - 2 "
- 5. - deformación en caliente (Martens) 100°C
- resistencia a la tracción 250 "
- resistencia a la compresión 1600-1900 "

EJEMPLO 6

En unamezcladora de brazos se introducen 100 kg de arena y se añaden, agitando, 10 kg de ácido bencen-sulfónico y, al cabo de 5 minutos, 40 kg de resina preparada según el Ejemplo 2.

Todo ello se prensa a mano en un molde de madera bañado con nafta.

15. Se deje endurecer a la temperatura ambiente y al cabo de 20 minutos la masa resulta perfectamente compacta.

EJEMPLO 7

Se extiende sobre un tejido de amianto la resina preparada según el Ejemplo, 2 haciendo pasar el tejido por una máquina impregnadora que contiene la resina junto con cloruro de amonio en proporción del 5% en peso respecto a la resina.



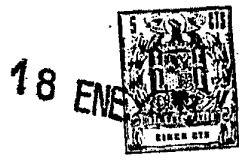
Se introduce el tejido en una estufa mantenida a la temperatura de 140°C y en estas condiciones la resina se endurece a 15 minutos, quedando fuertemente adherida al tejido.

= . =

N O T A

5, Descrito el objeto del presente invento se declaran como no divulgadas ni practicadas en España las siguientes reivindicaciones.

10. 1. Procedimiento para preparar productos resinosos endurecibles en frio, caracterizado por comprender las etapas que consisten en condensar, en ambiente básico, una sustancia tomada del grupo que abarca las amidas o aminas con un aldehido, acidificar la mezcla reaccional hasta reacción ácida y hacer reaccionar dicha mezcla con un alcohol que contenga en su molécula un anillo furánico.



2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por realizarse a temperatura comprendida entre 50 y 100°C.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la amida o la amina se hace reaccionar con el aldehído en una proporción molar comprendida entre 1:1 y 3:1.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el alcohol se emplea en cantidad correspondiente a una proporción molar de alcohol/amida o alcohol/amina comprendida entre 1:2 y 2:1.

5. Procedimiento para preparar productos resinosos endurecibles en frío.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 12 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 18 ENE 1962

p.a.

JAIME ISERN

p. p.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over a horizontal line.

Simón y Cía S.A.