

31 DIC. 1975



F.C. 4-3-75

Int. Cl.: CO7C

A1

404.264.

751216

NUMERO 404.264

CO7C 45/24

404264

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: SOCIETE CHIMIQUE DES CHARBONNAGES  
C.d.F. Chimie.

RESIDENCIA: Tour Aurore - PARIS DEFENSE (92), Francia

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO DE ESTABILIZACION DE  
SOLUCIONES ACUOSAS DE FORMALDEHIDO.

Prioridad: Patente francesa n.º 71/23793 del 29-6-1971.

- 2 -  
404264

31 DE 70

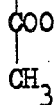


1 Esta invención se refiere a un procedimiento de  
fabricación de nuevos telómeros y a la utilización de es-  
tos telómeros en la estabilización de soluciones acuosas  
de formaldehído.

5 La telomerización es una reacción de un derivado  
telógeno YZ con varias moléculas de un compuesto insatura-  
do llamado taxógeno para formar productos de fórmula  $Y(A)_nZ$   
en la que A designa el resto divalente de una unidad de  
10 taxógeno, unidad en la que el doble enlace etilénico ha si-  
do abierto. En general, se considera que, dado que la reac-  
ción de polimerización del compuesto insaturado es efectua-  
da en presencia de un producto reactivo (el telógeno), el  
número n de la fórmula química del producto obtenido es re-  
lativamente bajo.

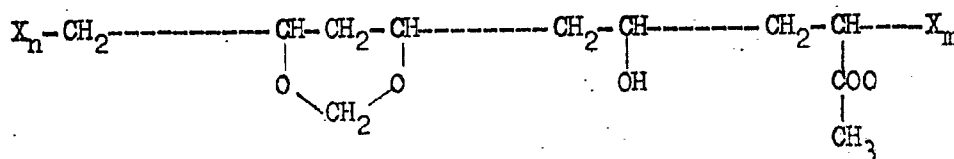
15 Los nuevos telómeros son compuestos que contienen  
por lo menos 10 % en peso de agrupaciones dioxano 1-3 de  
fórmula  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-$  y de 5 a 25 % en peso de cloro, estan-  
$$\begin{array}{c} | \\ \text{O}-\text{CH}_2-\text{O} \end{array}$$

20 do constituido el resto principalmente por agrupaciones  
acetato de fórmula  $-\text{CH}_2-\text{CH}-$



y agrupaciones alcohólicas de fórmula  $-\text{CH}_2-\text{CH}-$   
$$\begin{array}{c} | \\ \text{OH} \end{array}$$

25 Los nuevos telómeros pueden ser representados por  
una fórmula química desarrollada tal como:



30 donde X es un átomo de cloro, entendiéndose que las agrupa-

404264



1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

ciones diversas y los átomos de cloro pueden estar repartidos de forma aleatoria y que pueden intervenir ciertas condensaciones, lo que implica que la suma de los porcentajes de los diversos constituyentes antes nombrados (agrupaciones diversas y cloro) puede ser inferior a 100.

Los nuevos telómeros de esta invención tienen además un índice límite de viscosidad ( $\eta_{cm^3/g}$ ) comprendido entre 2 y 10 aproximadamente, estando determinado dicha viscosidad límite en dimetilformamida a 30°C.

El procedimiento de preparación de los productos de la invención es el siguiente:

- en primer lugar se sintetiza un telómero del acetato de vinilo haciendo reaccionar simultáneamente acetato de vinilo y tetracloruro de carbono en presencia de un iniciador de polimerización. El grado de polimerización del telómero se calcula a partir de la proporción de cloro fijada mediante la relación:

$$\overline{DP} = \frac{7100}{43x} - \frac{78}{43} \quad x = \% \text{ de cloro (I)}$$

- a continuación se hace reaccionar, en solución el producto obtenido y un oxidante, preferiblemente agua oxigenada, de forma que la cantidad empleada sea prácticamente igual a un equivalente de agua oxigenada por cada equivalente de cloro presente en el producto,

- después se realiza una acetalización del producto así obtenido tratando dicho producto con formaldehído en un medio ácido mineral,

- a continuación se recupera el producto final obtenido, por neutralización y precipitación.

Durante la puesta en práctica de este procedimiento, la operación más delicada consiste en reemplazar,

404264



1 en el telómero del acetato de vinilo, un cierto número de  
agrupaciones acetato por agrupaciones dioxano 1-3. La ex-  
perencia demuestra que una acetalización clásica con for-  
maldehído, realizada en solución en presencia de un ácido  
5 mineral, no conduce al producto deseado sino a productos  
alquitranosos, consecuencia de una importante resinifi-  
cación.

10 La firma solicitante ha encontrado un medio de  
evitar esta resinificación y, lo que constituye una carac-  
terística de la invención, este medio consiste en introdu-  
cir al mismo tiempo que el disolvente un equivalente de  
agua oxigenada por cada equivalente de cloro presente en el  
telómero que se desea tratar. En estas condiciones, se ha-  
ce posible la acetalización y los productos finales contie-  
nen unas proporciones de agrupaciones dioxano 1-3 relativa-  
mente elevadas, que pueden llegar a ser de 30 a 40 %.

15 El nuevo producto así preparado es utilizable  
muy especialmente en la estabilización de soluciones acu-  
sas de formaldehído.

20 Es sabido que, sin precauciones especiales, las  
soluciones acuosas concentradas de formaldehído no son es-  
tables en el sentido de que después de algunas horas, o  
mejor después de algunos días de almacenamiento, se pro-  
duce una precipitación de polímeros indeseables que estro-  
pean estas soluciones. Para reducir esta precipitación, es  
25 necesario conservar las soluciones de formaldehído a tem-  
peraturas relativamente elevadas (50 a 60°C). Entonces se  
producen otras reacciones como la dismutación del formal-  
dehído en ácido fórmico y metanol, lo que evidentemente no  
es deseable.  
30



404264

1                   Con el fin de evitar estos inconvenientes, desde  
hace tiempo se han buscado y encontrado diversos estabili-  
zantes de las soluciones acuosas frías de formaldehído, co-  
mo por ejemplo: metanol, urea, melamina, etc, pero estos  
5                   productos generalmente ejercen una acción estabilizante  
insuficiente.

                  Recientemente se ha preconizado la estabiliza-  
ción de las soluciones acuosas de formaldehído por adición  
de poli(formal vinílico). Desgraciadamente, los polímeros  
10                   conocidos de este tipo son prácticamente insolubles en las  
soluciones acuosas de formaldehído, lo que hace que este  
procedimiento sea ineficaz y de utilización no fiable.

                  La firma solicitante ha encontrado que se pueden  
estabilizar las soluciones acuosas de formaldehído y esto  
15                   a las temperaturas a las cuales estas últimas son normal-  
mente conservadas, añadiéndoles una solución que contiene  
un producto nuevo de acuerdo con la invención; el citado  
producto nuevo debe ser utilizado de preferencia a razón  
de 0,0005 % a 0,05 % en peso respecto a la solución acuo-  
20                   sa de aldehído.

                  Los ejemplos no limitativos dados a continuación  
ilustran la invención.

EJEMPLO 1

                  La síntesis del telómero se realiza de la siguien-  
25                   te forma:

                  En un matraz de 6 litros, provisto de agitador  
y de un dispositivo de registro de la temperatura e intro-  
ducido en un baño termostatzado, se introducen de una so-  
30                   la vez:

850 g de acetato de vinilo recién destilado

404264

31



1

150 g de tetracloruro de carbono

8,5 g de peróxido de benzóilo.

La duración de la polimerización es de 4½ horas en las condiciones de temperaturas siguientes:

5

a) de 0 a 30 minutos, se eleva progresivamente la temperatura en el reactor desde 20° hasta 70° C;

b) de 30 minutos a 3 horas 30 minutos, se mantiene la temperatura entre 70° y 75° C;

10

c) de 3 horas 30 minutos a 4 horas 30 minutos, se eleva progresivamente la temperatura hasta 85° C.

Respetando estas condiciones operatorias, la reacción no tiene tendencia a embalsarse y el grado de transformación del acetato de vinilo en poli(acetato de vinilo) es prácticamente cuantitativo.

15

El polímero obtenido se disuelve a continuación a 65° C en 2964 g de ácido acético glacial que contiene 432 g de agua oxigenada de 110 volúmenes. A esta solución se añaden 470 g de una solución de formaldehído al 47 % y 60 g de ácido sulfúrico concentrado (98 %). La acetalización se realiza a 75° C. La cantidad de agrupaciones dioxano 1-3 formadas aumenta al principio con el tiempo de reacción y después se estabiliza para duraciones superiores a 8 horas.

20

25

Después de la reacción, se añaden 120 g de amoníaco concentrado y a continuación se precipita el polímero vertiendo la solución final en 68 litros de agua en presencia de 136 g de sosa.

30

Después de secado a vacío y molienda, se obtienen 500 g de un polvo amarillo ocre cuyas características físico-químicas en función del tiempo de acetalización están

404264



1 reunidas en la Tabla I dada más adelante.

5 Estos productos han sido caracterizados por espectrografía infrarroja. Los espectros que figuran en la plancha única presentan la doble ventaja de confirmar la presencia de las funciones valoradas por vía química y de mostrar claramente las diferencias fundamentales de estructuras que existen entre estos productos (II) y un poli(formal vinílico) clásico (I).

10 Se observará que ciertos productos de la invención contienen manifiestamente "radicales" distintos de los mencionados en la Tabla I. Esto es especialmente claro cuando la duración de la acetalización es relativamente larga (16 horas por ejemplo) o la suma de los "radicales" valorados no representa más que el 77 % del peso total del material. Aunque no se conoce exactamente cuales son estos "radicales" no valorados, se puede admitir razonablemente la hipótesis de que proceden de condensaciones intermoleculares o de polimerizaciones diversas.

20 Todos estos polímeros son muy buenos estabilizantes de las soluciones acuosas de formaldehído. Sin embargo, los mejores resultados han sido registrados con las muestras obtenidas después de unas duraciones de acetalización comprendidas entre 6 y 10 horas.

25 La técnica empleada para estabilizar las soluciones acuosas de formaldehído es la siguiente:

30 Previamente se disuelve el estabilizante en un disolvente, de preferencia metanol o metil-etil-cetona, con objeto de obtener una solución conteniendo alrededor de 1 a 5 % de estabilizante; a continuación esta solución es inyectada con agitación y sin precauciones suplementa-

404264

31 DIC 1957

1 rias en la solución de formaldehído a estabilizar.

Las condiciones de estabilización que se han fijado corresponden a las normas siguientes:

- 5 a) temperatura de estabilización: 22°C  
b) periodo de estabilidad total superior o igual a un mes.

10 Para soluciones de formaldehído de título superior al 44 %, este ensayo es suficientemente severo para juzgar sobre la eficacia del estabilizante. Las muestras de estabilizante correspondientes a duraciones de acetilización de 10 horas permiten demostrar que:

- 15 a) 6 ppm son suficientes para estabilizar un formaldehído acuoso al 44 %  
b) 28 ppm son suficientes para estabilizar un formaldehído acuoso al 45 %  
c) 50 ppm son suficientes para estabilizar un formaldehído acuoso al 46 %  
d) 90 ppm son suficientes para estabilizar un formaldehído acuoso al 47 %.

20 EJEMPLO 2

Para controlar más eficazmente la reacción de polimerización del acetato de vinilo, es preferible introducir las sustancias reaccionantes de forma progresiva.

25 La técnica que se ha empleado, que no es limitativa, es la siguiente:

En un reactor de 6 litros, provisto de agitador, dispositivo de registro de la temperatura y de una bomba que permita la introducción de las sustancias reaccionantes e introducido en un baño termostaticado, se introducen  
30 60 cm<sup>3</sup> de una mezcla constituida por:

404264



1077

1

880 g de acetato de vinilo recién destilado  
120 g de tetracloruro de carbono  
8,8 g de peróxido de benzóilo.

5

La temperatura inicial en el reactor es de 72°C.  
Esta temperatura se eleva progresivamente hasta que alcanza las proximidades de 80°C y entonces se introduce el resto de la mezcla de sustancias reaccionantes a un caudal de 220 cm<sup>3</sup>/hora. Una vez terminada la introducción, se termina la reacción elevando la temperatura hasta 85-86°C.

10

El telómero obtenido se recoge entonces a 60°C en 3026 g de ácido acético glacial que contiene 353 g de agua oxigenada a 110 volúmenes.

15

La acetalización se realiza a 75°C introduciendo en la solución anterior 63 g de ácido sulfúrico concentrado (98 %) y 499 g de una solución acuosa de formaldehído al 47,4 %. La duración de la reacción fué fijada para este ensayo en 8 horas.

20

El producto final se recupera de la misma forma que en el Ejemplo 1. Así se obtienen 400 g de un polvo amarillo cuyas características físico-químicas están reunidas en la Tabla II dada más adelante.

25

Este producto es un estabilizante muy bueno de las soluciones acuosas de formaldehído. La técnica de estabilización y el ensayo de control del poder estabilizante son los mismos que en el Ejemplo 1. En estas condiciones, se ha encontrado que son suficientes:

30

- a) 3 ppm para estabilizar un formaldehído acuoso al 44 %
- b) 10 ppm para estabilizar un formaldehído acuoso

404264



1971

1

so al 45 %

c) 25 ppm para estabilizar un formaldehido acuoso al 46 %

5

d) 75 ppm para estabilizar un formaldehido acuoso al 47 %.

EJEMPLO 3

La técnica de preparación del telómero es la misma que en el Ejemplo 2. Solo han sido modificadas las proporciones de las sustancias reaccionantes empleadas.

10

Esta vez se emplean:

860 g de acetato de vinilo recién destilado

95,5 g de tetracloruro de carbono

8,6 g de peróxido de benzóilo.

15

Después de la polimerización, el telómero es tratado a 60°C con una mezcla que contiene 2766 g de ácido acético glacial y 268 g de agua oxigenada de 110 volúmenes.

20

En este ejemplo se ha comprobado que es posible sustituir el ácido sulfúrico por ácido clorhídrico. Teniendo en cuenta los pesos de sustancias reaccionantes citados, las cantidades de ácido y de formaldehido a introducir son, respectivamente:

156 g HCl (38 %) + 469 g HCHO (47,4 %) o

59 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (98 %) + 469 g HCHO (47,4 %).

25

El producto final de la reacción es recuperado siguiendo la misma técnica que en el Ejemplo 1 o por cualquier otro medio conocido.

30

Se obtienen alrededor de 450 g de un polvo amarillo que, según la duración de la acetalización, posee las características físico-químicas descritas en la Tabla III dada más adelante.

404264



1 Estas diferentes muestras presentan frente a las  
soluciones acuosas de formaldehído un intenso poder esta-  
bilizante. La actividad de estos productos es prácticamen-  
te la misma, cualesquiera que sean la duración y la forma  
5 de acetalización (excepto para el acetalizado en 4 horas  
en presencia de ácido sulfúrico). De acuerdo con el ensayo  
de estabilidad, se ha comprobado que son suficientes:

- a) 3 ppm para estabilizar una solución acuosa  
de formaldehído al 44 %,
- 10 b) 10 ppm para estabilizar una solución acuosa  
de formaldehído al 45 %,
- c) 30 ppm para estabilizar una solución acuosa  
de formaldehído al 46 %,
- 15 d) 85 ppm para estabilizar una solución acuosa  
de formaldehído al 47 %.

Es importante observar que estos productos per-  
miten estabilizar soluciones de formaldehído de título ele-  
vado, a temperaturas diferentes de 22°C y, especialmente,  
inferiores a 22°C.

20 Por ejemplo, son suficientes 50 ppm de las mues-  
tras anteriores para estabilizar completamente y durante  
más de un mes, a 15°C, una solución al 44 % de formaldehído.

Hay que señalar otra particularidad muy importan-  
te de estos productos: en efecto, si se hacen precipitar  
25 soluciones de formaldehído estabilizadas según este proce-  
dimiento, colocándolas a una temperatura inferior a la tem-  
peratura de estabilización, se obtiene un precipitado de  
para-formaldehído que no se aglomera y que se redissuelve  
fácilmente calentando la solución alrededor de 50-55°C  
30 (fenómeno que no se había podido observar anteriormente

404264

31



1

con otros estabilizantes).

La nueva solución resultante conserva las mismas propiedades de estabilidad que la solución inicial cuando es conservada a la temperatura de estabilización elegida.

5

10

15

20

25

30

404264

404264

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

DP teórico  
calculado me-  
diante la re-  
lacion I

Maestra	% Cl	% funcio- nes ace- to de vi- lido	% funcio- nes alco- hol vini- lido	% funcio- nes alco- hol vini- lido	Total % am- Fre	( $\eta$ ) cm <sup>3</sup> /g, indice lidade por obu- rebrado	
Telómero preparado se- gún las condiciones del Ejemplo 1	13,3						11
Telómero después de ataque con H <sub>2</sub> O	11,2					en acetona a 25°C, 3,3	13
Producto obtenido después de 2 horas de acetilización	11,5	59	4	15	99,5	en dimetilformamida a 30°C, 4,4	
Producto obtenido después de 4 horas de acetilización	12,5	57	4	22	95,5	en dimetilformamida a 30°C, 4,5	2200
Producto obtenido después de 6 horas de acetilización	13,5	47,5	6	25	92	en dimetilformamida a 30°C, 5,4	2300
Producto obtenido después de 10 horas de acetilización	13,5	42	5	30	90,5	en dimetilformamida a 30°C, 4,6	2350
Producto obtenido después de 16 horas de acetilización	14	33	5	25	77	en dimetilformamida a 30°C, 6	

TABLA II

Maestra	% Cl	% funcio- nes ace- to de vi- lido	% funcio- nes alco- hol vini- lido	% funciones dióxano 1-3	% azufre	( $\eta$ ) cm <sup>3</sup> /g, indice lí- mite de viscosidad	DP teórico calculado me- diante la re- lacion I
Telómero preparado según las condicio- nes del Ejemplo 2 después del ataque con H <sub>2</sub> O	8					en acetona a 25°C, 4,4	19
Producto obtenido después de 8 horas de acetilización	10,5	46	5	16,5	<0,1	en dimetilformamida- a 30°C, 7,0	7,0

POOR  
QUALITY

404264

TABLA I

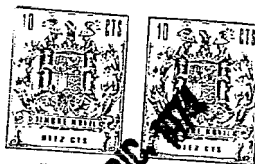
Muestra	% Cl	% funcio- nes aceta- to de vi- nilo	% funcio- nes alco- hol vini- lico	% fun- ciones dioxo- no 1-3	Total en %	% azu- fre
1 5 Telómero preparado se- gún las condiciones del Ejemplo 1	13,3					
Telómero después de ataque con H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	11,2					
10 Producto obtenido después de 2 horas de acetalización	11,5	69	4	15	99,5	
Producto obtenido después de 4 horas de acetalización	12,5	57	4	22	95,5	
Producto obtenido después de 6 horas de acetalización	13,5	47,5	6	25	92	
15 Producto obtenido después de 10 horas de acetalización	13,5	42	5	30	90,5	<0,1
Producto obtenido después de 16 horas de acetalización	14	33	5	25	77	<0,1

TABLA II

Muestra	% Cl	% funcio- nes ace- tato de vinilo	% funcio- nes alco- hol vini- lico	% funciones dioxano 1-3	% azu- fre
20 Telómero preparado según las condicio- nes del Ejemplo 2 después del ataque con H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	8				
25 Producto obtenido después de 8 horas de acetalización	10,5	46	5	16,5	<0,1

30

404264



404264,1 DC

TABLA I

ncio ace- de lo	% funcio- nes alco- hol vini- lico	% fun- ciones dioxo- no 1-3	Total en %	% azu- fre	( $\eta$ ) $\text{cm}^3/\text{g}$ , índice límite de viscosidad	Mn, masa molecu- lar media deter- minada por obu- llimetría	DP teóri- co calculo lado me- diante la relación I
					en acetona a 25°C, 3,3		11
							13
	4	15	99,5		en dimetilformamida a 30°C, 4,4		
	4	22	95,5		en dimetilformamida a 30°C, 4,5	2200	
,5	6	25	92		en dimetilformamida a 30°C, 5,4	2300	
	5	30	90,5	<0,1	en dimetilformamida a 30°C, 4,6	2350	
	5	25	77	<0,1	en dimetilformamida a 30°C, 6		

TABLA II

ncio ace- de lo	% funcio- nes alco- hol vini- lico	% funciones dioxano 1-3	% azufre	( $\eta$ ) $\text{cm}^3/\text{g}$ , índice lí- mite de viscosidad	DP teórico calculado me- diante la re- lación I
				en acetona a 25°C, 4,4	19
	5	16,5	<0,1	en dimetilformamida- a 30°C, 7,0	

404264

404264

TABLA III

Muestra	% Cl	% Funcio- nes acetato de vinilo	% Funcio- nes alco- hol vinil lico	% Funciones ácido 1-3 ácido 1-3	( $\eta$ ) cm <sup>3</sup> /g, índice lími- te de viscosidad	DP técnico cal- culado relaciona- do a la relación I
5	8,5				en acetona a 25°C, 8,6	18
10	10	44	4,5	20	en dimetilformamida a 30°C, 9,3	9,3
15	9,5	61	4,5	12	7,5	7,5
20	10	33	4,5	21	en dimetilformamida a 30°C, 7,4	7,4
25	9,5	41	5	19	8,3	8,3
30	10	32,5	3,5	17,5	en dimetilformamida a 30°C, 8,9	8,9
	8,5	33	4	19	7,5	7,5

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

404264

TABLA III

Muestra	% Cl	% funcio nes aceta to de vi nilo	% funcio nes alco hol vini lico	% funciones dioxano 1-3
5				
Telómero preparado según las condiciones del Ejemplo 3 después de ataque con $H_2O_2$	8,5			
Producto obtenido después de 4 horas de acetilización en presencia de HCl	10	44	4,5	20
10				
Producto obtenido después de 4 horas de acetilización en presencia de $H_2SO_4$	8	61	4,5	12
Producto obtenido después de 8 horas de acetilización en presencia de HCl	9,5	33	4,5	21
15				
Producto obtenido después de 8 horas de acetilización en presencia de $H_2SO_4$	9,5	41	5	19
Producto obtenido después de 12 horas de acetilización en presencia de HCl	10	32,5	3,5	17,5
20				
Producto obtenido después de 12 horas de acetilización en presencia de $H_2SO_4$	8,5	33	4	19

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá re

25

30

264

TABLA III

404264



<u>cioceta</u> <u>vi</u>	<u>% funciones</u> <u>alcoholico</u>	<u>% funciones</u> <u>dioxano 1-3</u>	<u>(<math>\eta</math>) cm<sup>3</sup>/g, índice lími</u> <u>te de viscosidad</u>	<u>DP teórico cal</u> <u>culado mediante</u> <u>la relación I</u>
			en acetona a 25°C, 8,6	18
4,5	20		en dimetilformamida a 30°C, 9,3	
4,5	12		7,5	
4,5	21		en dimetilformamida a 30°C, 7,4	
5	19		8,3	
3,5	17,5		en dimetilformamida a 30°C, 8,9	
4	19		7,5	

convención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

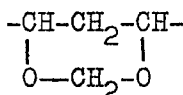
- 15  
404264



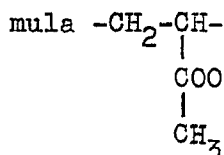
REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de estabilización de soluciones acuosas de formaldehído, que consiste en preparar nuevos telómeros que contienen:

- por lo menos 10% en peso de agrupaciones dioxano 1-3 de fórmula



- de 5 a 25% en peso de cloro, estando constituido el resto principalmente por agrupaciones acetato de fórmula



y agrupaciones alcohólicas de fórmula

$$\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ | \\ \text{OH} \end{array}$$

teniendo dichos telómeros una viscosidad límite, determinada en dimetilformamida a 30°C, comprendida entre 2 y 10 cm<sup>3</sup>/g, mediante las siguientes etapas:

- en primer lugar se realiza una telomerización del acetato de vinilo y del tetracloruro de carbono, en presencia de un generador de radicales libres,

- en un medio disolvente se hace reaccionar con un oxidante el telómero así preparado, preferiblemente con agua oxigenada, de manera que la cantidad empleada sea prácticamente igual a un equivalente de agua oxigenada por cada equivalente de cloro contenido en el polímero,

- a continuación se efectúa la acetalización del producto obtenido al tratar el producto anterior, en medio ácido mineral, con formaldehído y después se recupera el producto final por neutralización y precipitación, y

30

404264<sup>31</sup>



1

- agregar el producto obtenido a las soluciones acuosas de formaldehido.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque:

5

- la reacción de telomerización del acetato de vinilo se realiza a una temperatura comprendida entre 20°C y 90°C.

10

- la adición de agua oxigenada al telómero así preparado se realiza a una temperatura comprendida entre 50°C y 75°C en ácido acético glacial,

- la acetalización se realiza a una temperatura comprendida entre 60°C y 80°C, en presencia de un ácido mineral fuerte como ácido sulfúrico o ácido clorhídrico.

15

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las cantidades de telómero estabilizantes utilizadas están comprendidas entre 0,005 y 0,05% en peso con respecto a la solución a estabilizar.

20

4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el estabilizante es agregado a la solución de formaldehido después de haber sido disuelto en un disolvente como, por ejemplo, metanol, tetracloruro de carbono, dimetilformamida o metil-etil-cetona.

25

5. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO DE ESTABILIZACION DE SOLUCIONES ACUOSAS DE FORMALDEHIDO".

30



404264

1  
Todo conforme queda descrito y reivindicado  
en la presente memoria descriptiva que consta de diecisiete  
páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

5  
Madrid, 26 de junio de 1.972

BERNARDO UNGRIA

p. p.

10

15

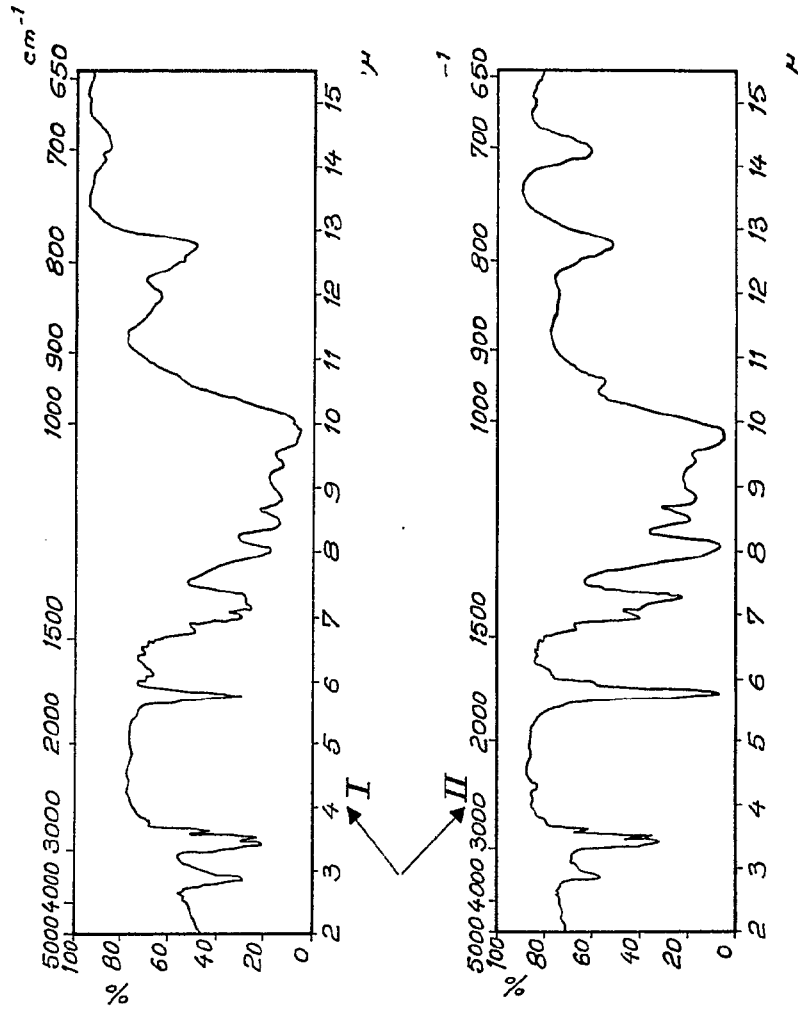
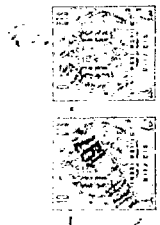
20

25

30

404264

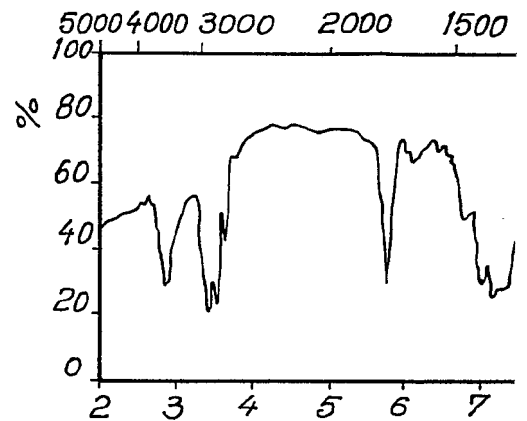
404264



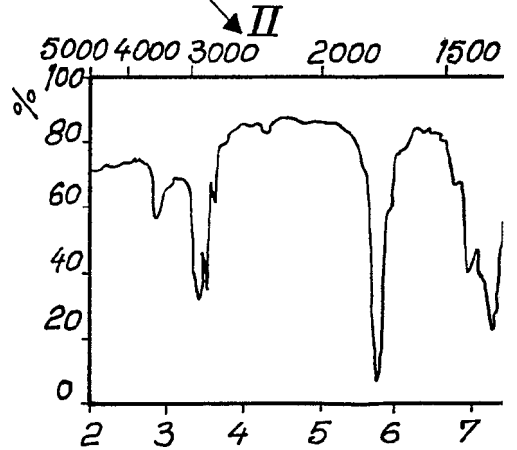
ESCALA VARIABLE  
 MADRID, 26 DE JUNIO DE 1972  
 BERNARDO UJERÍA  
 P. P.



404264

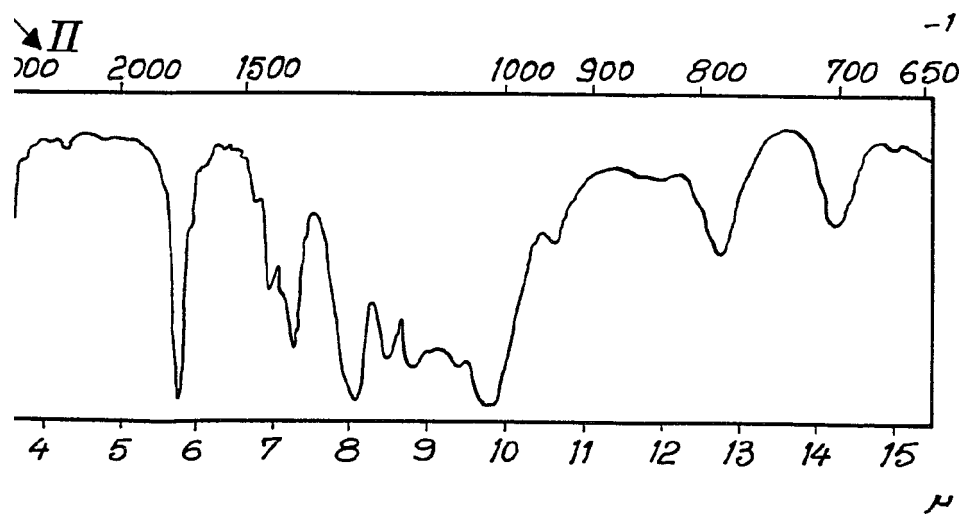
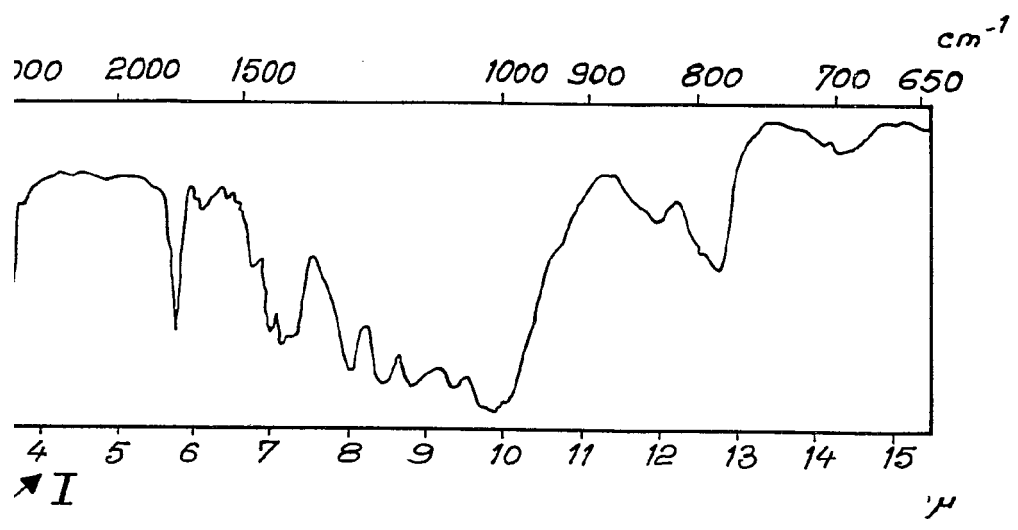


I



II

404264



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 26 DE junio DE 19 72  
BERNARDO UNGRÍA  
R. P.