



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

DETERMINACION DE LAS CONDICIONES DE
OPERACION PARA LA OBTENCION DE.
RESINAS DE P-TERBUTILFENOL-FORMALDEHIDO
Y FENILFENOL- FORMALDEHIDO.

TESIS:

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO**

PRESENTA:

Juan Pedro Puga Cortés.



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A mi madre :

Profra.Ma.de Jesús Cortés Vda. de Puga.
Con profundo cariño y respeto.

A la memoria de mi padre:

Ing.Juan P.Puga.

A mis hermanos:

Alejandro, Marco Antonio, Andres, Francisco
y Guillermo.
Con cariño y agradecimiento.

A mis asesores:

Ing.Manuel Labastida Pérez

Quim.Julio Teran Zavaleta

Ing.Fernando Iturbe Hermann

Con respeto y agradecimiento.

A mis amigos y compañeros.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

DETERMINACION DE LAS CONDICIONES
DE OPERACION PARA LA OBTENCION DE
RESINAS DE P/TERBUTILFENOL-FORMAL
DEHIDO Y FENILFENOL-FORMALDEHIDO

JUAN PEDRO PUGA CORTES

RAFAEL GARCIA DELGADO

Q U I M I C O

1980

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA

PRESIDENTE ING. MANUEL LABASTIDA PEREZ

VOCAL QUIM. JULIO TERAN ZAVALA

SECRETARIO ING. FERNANDO ITURBE HERMANN

1er. SUPLENTE ING. ENRIQUE UGALDE GARCIA

2do. SUPLENTE ING. ROLANDO BARRON RUIZ

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

LABORATORIO DE PLASTICOS Y SIIICONES, FACULTAD DE
QUIMICA, U.N.A.M.

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE:

JUAN PEDRO PUGA CORTES

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA:

ING. MANUEL LABASTIDA PEREZ

NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUPERVISOR TECNICO:

QUIM. JULIO TERAN ZAVALA

T E S I S

DETERMINACION DE LAS CONDICIONES DE OPERACION PARA LA OBTEN-
CION DE RESINAS DE " P-TER-BUTILFENOL-FORMALDEHIDO Y FENIL -
FENOL-FORMALDEHIDO " .

INTRODUCCION

- I.- HISTORIA DE LAS RESINAS FENOLICAS EN GENERAL.
- II.- QUIMICA DE POLIMERIZACION DEL FENOL-FORMALDEHIDO.
- III.- APLICACION DE ESTAS RESINAS EN LA FABRICACION DE
PINTURAS Y ADHESIVOS.
- IV.- RESINAS DE P-TERBUTILFENOL-FORMALDEHIDO Y FENIL-
FENOL FORMALDEHIDO.
 - a) MATERIALES Y METODOS.
 - b) SECCION EXPERIMENTAL.
 - c) RESULTADOS Y SU DISCUSION.
 - d) RESUMEN Y CONCLUSIONES.
 - e) BREVE ESTUDIO COMPARATIVO CON LOS PRODUCTOS -
DEL MERCADO.
- V.- BIBLIOGRAFIA.

INTRODUCCION

Al presentar éste trabajo, tenemos la idea de mostrar en forma clara y sencilla, los pasos necesarios para elaborar una técnica que se pueda aplicar en México, para bien de una tecnología propia.

Las resinas fenólicas se fabrican en diferentes partes del mundo, porque su aplicación es enorme.

En México también se fabrican, pero con patentes extranjeras.

Dentro de la inmensa variedad de materia prima que existe de fenoles así como de aldehídos, solamente nos ocuparemos del P-terbutilfenol y el Fenilfenol en condensación con el Formaldehído.

El control de calidad de estas resinas, se hace principalmente por procedimientos físicos, midiendo el punto de fusión, el color, la viscosidad, etc., pero el control más preciso se hace por medios químicos, específicamente con técnicas colorimétricas. Estas técnicas sin embargo implican mayor costo y tiempo para realizarlas, nosotros hemos hecho una innovación de dicho control de calidad, utilizando además de los procedimientos físicos, técnicas volumétricas que pueden ser llevadas a cabo con menor costo y rápidamente.

Hacemos una breve narración de como fueron desarro
llándose este tipo de resinas fenólicas; a continuación, la-
parte experimental, mostrando los resultados obtenidos, hici
mos la discusión de las mismas y es presentado un estudio -
comparativo de las resinas elaboradas en el laboratorio, con
los productos del Mercado Nacional e Internacional.

TEMA I.-

HISTORIA DE LAS RESINAS FENOLICAS EN GENERAL.

En el año de 1849 Lederer y Manasse, habían preparado alcohol O-hidroxibencílico (Saligenina) y alcohol P-hidroxibencílico por reacción del fenol con formaldehído en presencia de catalizadores alcalinos a la temperatura ambiente y demostraron que esos alcoholes eran los productos más sencillos de la condensación fenol-formaldehído, a éste producto resinoso se le llamó: Saliretina.

La primera condensación de fenoles con formaldehído en medio ácido fué descrita en 1872 por Baeyer en Alemania.

El Doctor Hendrick Baekeland, de Yonkers N.Y. en 1909 patentó su descubrimiento que fué el primer material plástico termofijo; se trataba de una resina de fenolformaldehído, fué la base para el rápido desarrollo de la industria de resinas fenólicas, ya que Baeyer indicó que la reacción entre el fenol y los aldehídos conduce a la formación de " cuerpos resinosos " en lugar de productos cristalinos, como no fué posible controlar ésta reacción, ésto impidió su

pronta aplicación, hasta la introducción de nuevas técnicas efectuadas por Baekeland (1909). Indicó la importancia de los catalizadores en la velocidad de la reacción, y el sentido de la misma; además de los efectos que tenía la relación molecular entre el Fenol y el Aldehído.

Con éstos nuevos métodos, particularmente para moldearlos, gracias al uso de la harina de madera como relleno se eliminó la fragilidad de las Resinas Fenólicas.

Con elevadas temperaturas y altas presiones en el proceso de moldeo y la aplicación de catalizadores adecuados se redujo de manera importante el ciclo de curado, esta Resina termoendurecible se le llamó Bakelita.

En 1910 se formó la General Bakelite Company para elaborar Resinas Fenólicas era en pequeña escala.

En 1926 al caducar las patentes de presión y calor de Baekeland, muchas empresas iniciaron la producción de éstas Resinas, máxime que apareció el furfural que las vino a modificar, creándose nuevas aplicaciones, de tal modo que se logró un incremento en la industria de los plásticos. A partir de esa fecha y a la medida que avanzan las investigaciones han surgido nuevos materiales plásticos en el mercado con excelentes propiedades tanto físicas como químicas, no

obstante las Resinas fenólicas a pesar de su antigüedad, --
siguen jugando un papel medular dentro de la industria, por-
esa razón se le conoce como el caballo de batalla en la in-
dustria de los plásticos.

Por la variedad tan notoria de materias primas, --
tanto en fenoles como en aldehídos, el número posible de re-
sinas formadas es casi ilimitado.

QUIMICA DE POLIMERIZACION DEL FENOL-FOR-
MALDEHIDO.

En éste tipo de reacciones de resinificación de los fenoles es importante analizar los siguientes factores:

1.- NATURALEZA QUIMICA DEL FENOL Y EL ALDEHIDO: Un factor importante para la formación de resinas fenólicas es la estructura del fenol. El número de sustituyentes y la posición de los mismos. La velocidad de resinificación, depende en gran parte de la estructura del anillo bencénico, o sea del carácter y grado de sustitución.

Los fenoles se condensan con aldehidos en las posiciones orto y para, y cuando estas posiciones se encuentran libres se obtienen resinas bien curadas. Cuando el fenol tiene dos posiciones libres, se obtienen resinas de alto peso molecular pero que dificilmente curan, y en el caso de una sola posición libre lo que se obtiene es una resina de bajo peso molecular. De la naturaleza del fenol también depende la solubilidad de la resina. La estructura del anillo bencénico influye en la velocidad de reacción, cuando se utilizan

catalizadores alcalinos; en cambio con catalizadores ácidos - no se observa ningún cambio importante.

La importancia del aldehído es menor, debido a que sólo el formaldehído es el más reactivo, a diferencia de - - otros aldehídos superiores como el acetaldehído y el glioxal.

2.- RELACION MOLAR FENOL-ALDEHIDO: Las cantidades-respectivas de fenol-aldehído determinan que la resina resul-tante sea una resina bidimensional (Termoplástica) ó una - resina de enlaces transversales (Termoendurecibles). Por - lo tanto la relación molar-aldehído deberá ser menor de la - unidad para obtener una resina completamente curada. En este caso la relación de fenol-formaldehído quedará entre 1/1.1 y 1/1.5, siendo 1 para fenol y 1.1 y 1.5 para formaldehído.

3.- NATURALEZA DEL CATALIZADOR: El curso de las - reacciones de condensación fenol-formaldehído está determina-do en grado considerable por la naturaleza alcalina ó ácida-del catalizador empleado.

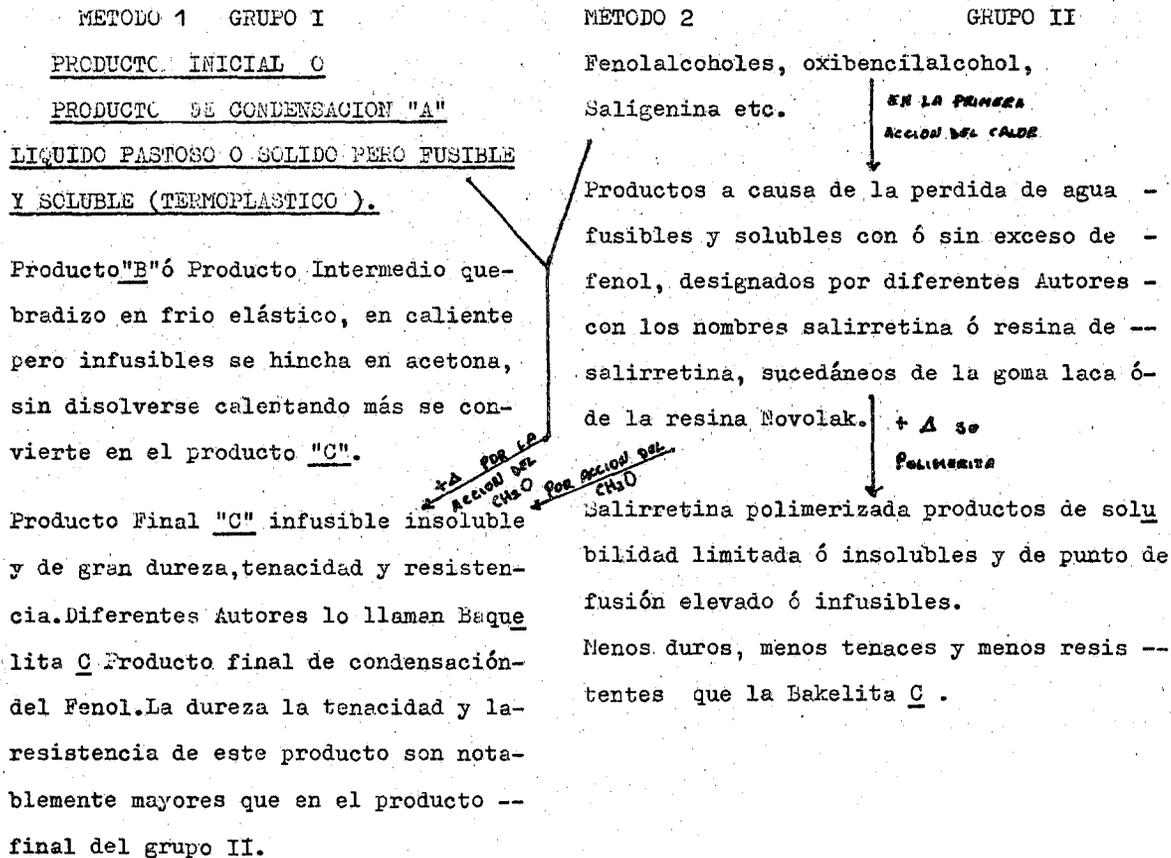
4.- CONCENTRACION DEL CATALIZADOR: La polimeriza - ción de las resinas fenólicas en presencia de catalizadores-alcalinos es independiente de la concentración de iones hi - droxilos por encima de concentraciones bajas. Por el contra-rio, la formación de resinas fenólicas en presencia de cata-lizadores ácidos, depende de la concentración del cataliza -

dor, en este caso la polimerización es directamente proporcional a la concentración de hidrogeniones.

5.- TEMPERATURA Y TIEMPO DE REACCION: Es de vital importancia el control de la presión y la temperatura, con el fin de obtener lotes de resina lo más uniforme posible. Cabe mencionar que las reacciones de condensación entre fenoles y aldehídos son exotérmicas al principio; también hay que vigilar y controlar ambas variables durante el proceso de deshidratación o secado con el fin de evitar el fraguado prematuro de la resina dentro del reactor.

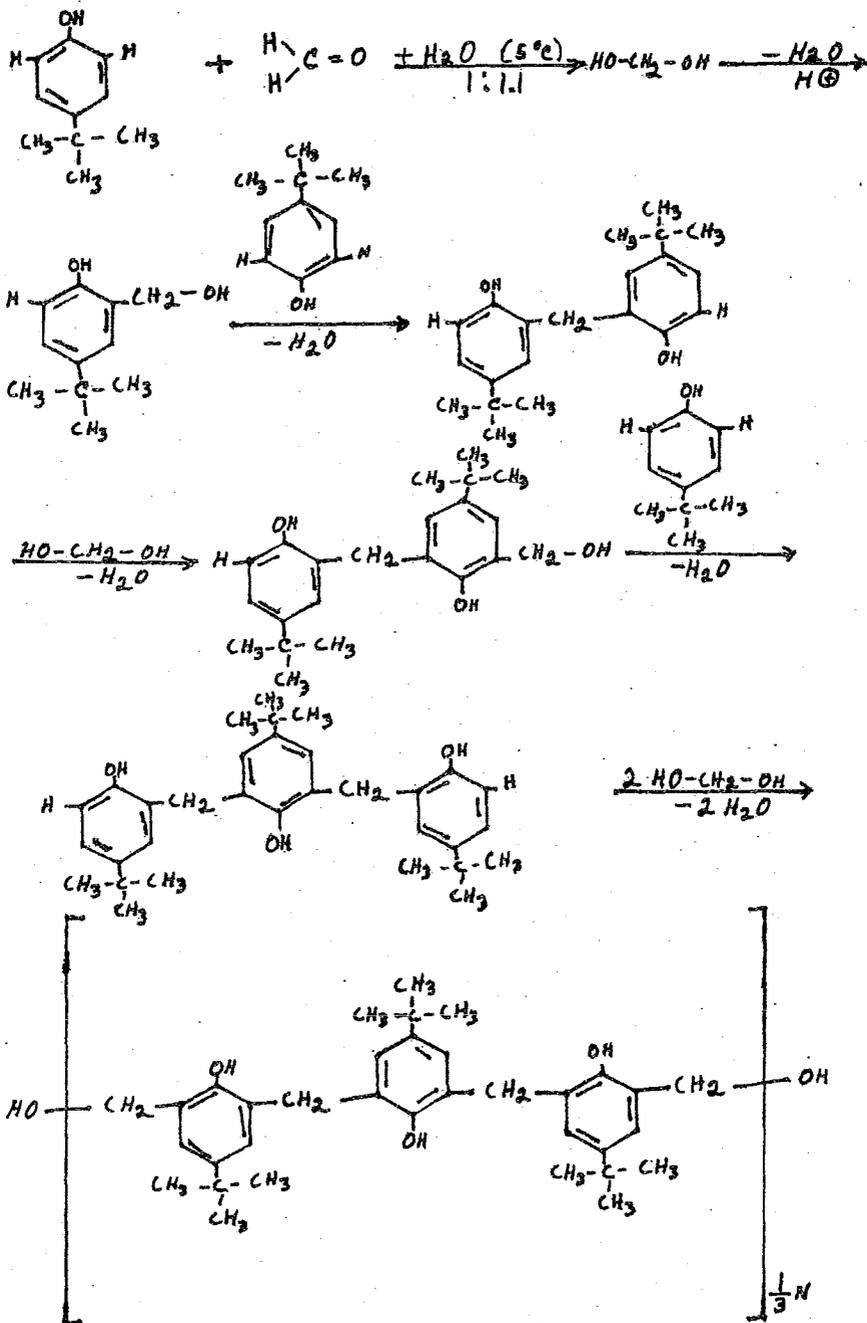
6.- AGENTES MODIFICADORES Y RELLENOS: Todas las propiedades tanto físicas como químicas de las resinas fenólicas dependen en gran parte de la presencia de agentes modificadores y rellenos; porque son pocas las resinas fenólicas que se utilizan en forma pura o sea sin rellenos o agentes-modificadores. Los agentes modificadores, reaccionan químicamente con las resinas; como ejemplos de modificadores tenemos; el glicerol, ácidos grasos y las resinas alquídicas entre otros. Los rellenos más comunes son: la harina de madera, fibra de vidrio y el polvo de asbesto.

Diagrama de compuestos formados con P-terbutelfenol y Fenilfenol +Formaldehído que en distintas condiciones de reacción dan diferentes productos.

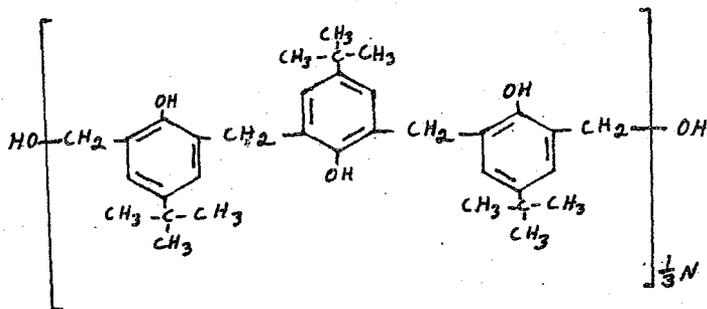
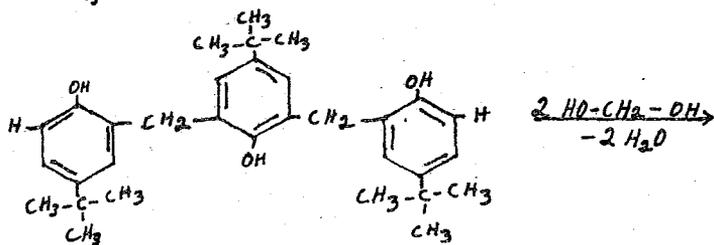
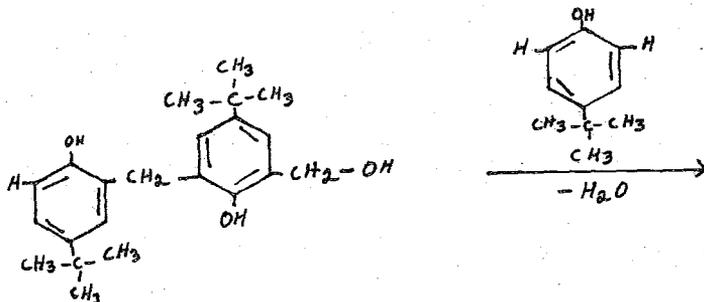
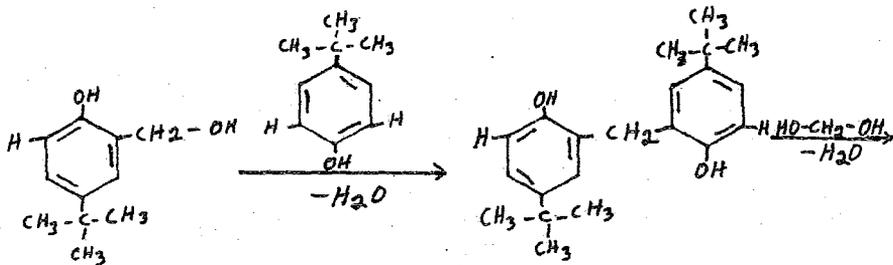
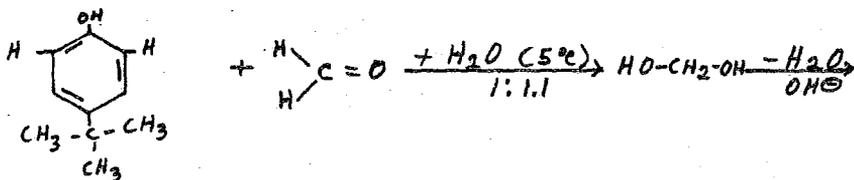


+A POR LA ACCION DEL CH₂O
 + POR ACCION DEL CH₂O

REACCION ACIDA:



REACCION ALCALINA :



TEMA III.-

APLICACION DE ESTAS RESINAS EN LA FABRICACION DE PINTURAS Y ADHESIVOS.

Teniendo estas resinas fenólicas muchas aplicaciones, en este trabajo sólo se expone su importancia para la fabricación de revestimientos (pinturas y barnices) principalmente y adhesivos.

Las pinturas tienen dos finalidades principales, - una que a las superficies que cubren les dan inmunidad contra los agentes del medio ambiente, además de los álcalis, - ácidos, oxidantes, agua, y segunda, darle un decorado a las áreas que se aplican.

Para adquirir determinadas propiedades singulares en un revestimiento es necesario saber cual va a ser su aplicación y por lo tanto contra que tendrá una buena resistencia, por ésto existen miles de formulaciones tanto en pinturas como en barnices.

A continuación se da un panorama general, en la aplicación de éstas resinas fenólicas: Para los barnices se usa la resina en un cien por ciento a la cual se le incorpo-

ran aceites como el de Tung, Linaza, Ricino deshidratado, Soja y Perilla.

En Pinturas de Resinas Fenólicas Horneadas; éste tipo de películas son muy usadas para interiores de barriles de aluminio para cerveza, equipos para la fabricación de rayón, agitadores de las máquinas lavadoras, acumuladores eléctricos e instalaciones de galvanoplastia.

Los barnices dentro de sus muchas aplicaciones los tenemos para instrumentos ópticos, envases para alimentos enlatados, tanques para almacenar agua potable, en los acabados de las mesas de los bares y muchos otros objetos metálicos.

Como siguiente punto daremos un ejemplo típico e ilustrativo; a nivel industrial:

- 1.- De cómo se elaboran las resinas fenólicas.
- 2.- De un barniz resistente al agua.

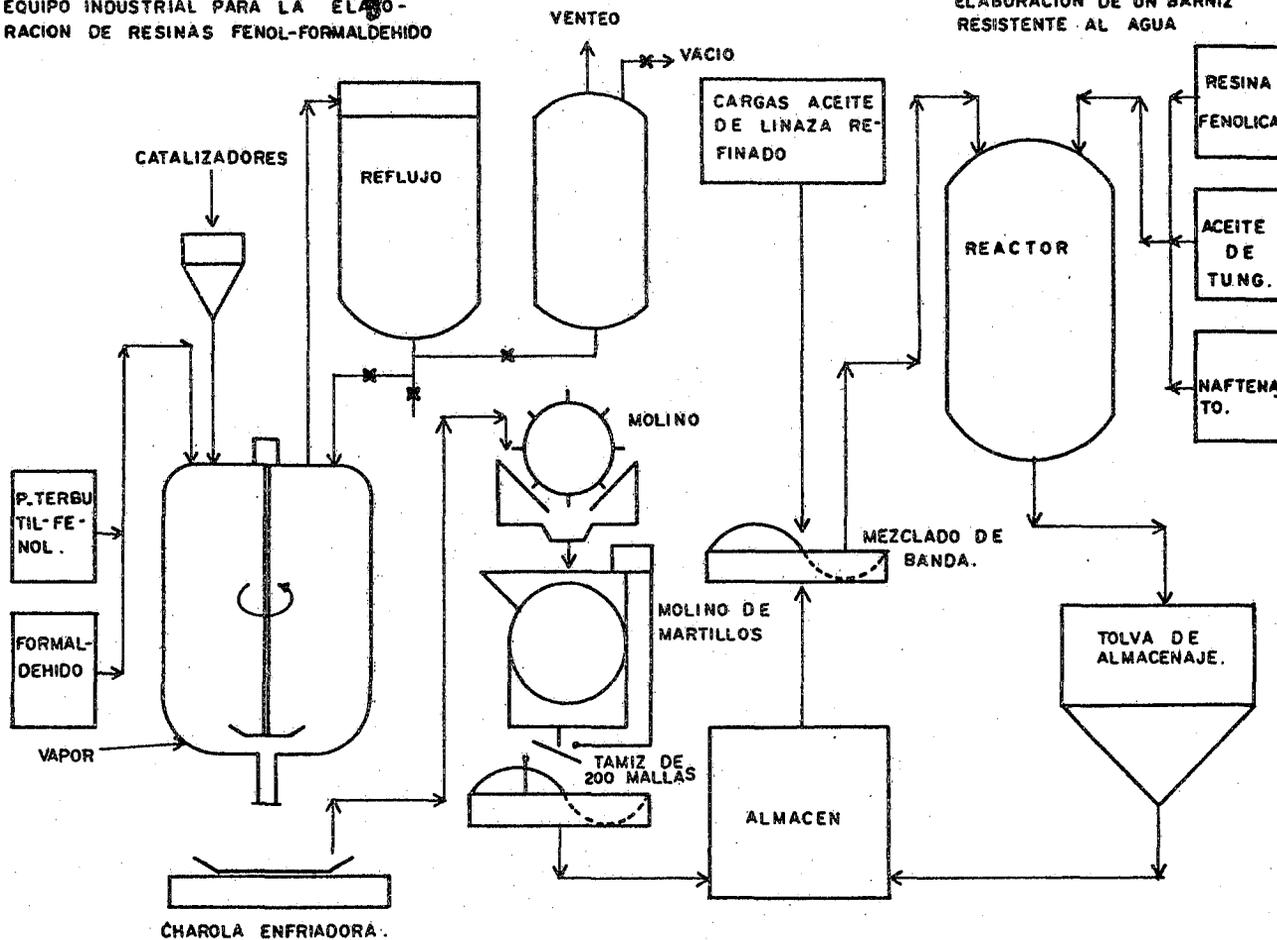
TECNICA PARA EL BARNIZ RESISTENTE AL AGUA:

COMPONENTE	CANTIDAD
Resina Fenólica 100%	10 Kg.
Aceite de Tung	12.51 L.
Aceite de Linaza Ref.	12.51 L.

Cocción del barniz: Se calientan 5 Kg. de resina -
y el aceite de linaza a 305° C, se mantiene la temperatura -
hasta obtener la viscosidad deseada; se añaden 5 Kg. de resi
na se agita hasta que se ha fundido toda la mezcla, se aña-
de el aceite de Tung. Se vuelve a calentar a 249° C y se - -
adelgaza hasta obtener la viscosidad final, posteriormente -
se le añaden secantes solubles de Naftenato en una propor- -
ción de 0.5% de Pb y 0.05% de Co, con relación al paso del -
aceite. Se ilustra todo el proceso anexando el diagrama de -
flujo.

EQUIPO INDUSTRIAL PARA LA ELABORACION DE RESINAS FENOL-FORMALDEHIDO

ELABORACION DE UN BARNIZ RESISTENTE AL AGUA



A D H E S I V O S

Estos tipos de pegamentos que emplean como componente principal las resinas Fenólicas, tienen muchas aplicaciones a continuación se enunciarán algunos de estos usos:- Se emplean impregnando una capa o varias en el montaje de la madera contrachapada, por su notable resistencia a los agentes atmosféricos, a los hongos y al agua en la línea de lascolas, tanto en la construcción de hormigones y paneles -- curvos, moldeados y planos como en los laminados. En la manufactura de modelos de hélices, en la industria del zapato y otros muchos mas.

Es creciente la demanda de adhesivos de baja temperatura, como son los pegamentos Fenólicos especialmente en la ingeniería aeronáutica.

Estos adhesivos Fenólicos se usan también en forma de dispersión acuosa con aceites sulfonados, saponificados o trietanolamina.

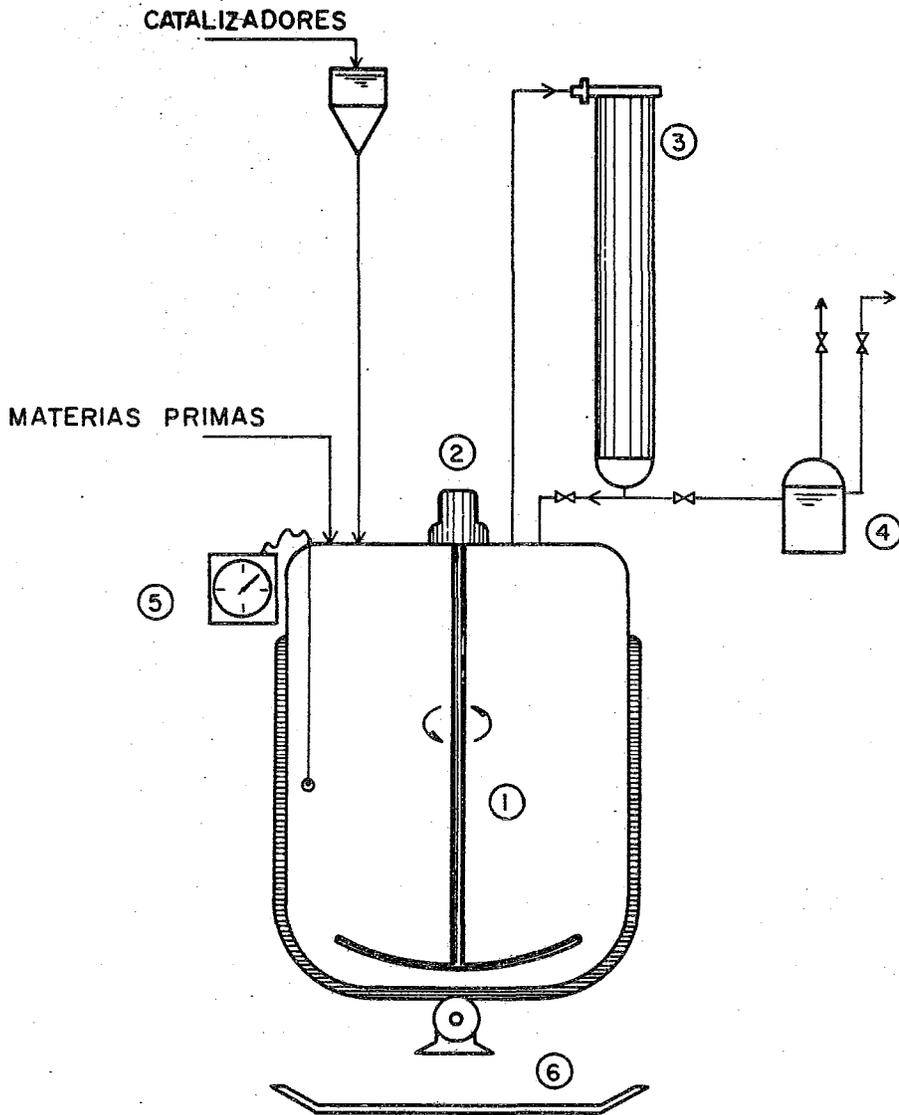
A éstas dispersiones se les puede agregar cola ó caseína como estabilizadores.

A veces también se agregan rellenos, como harina de cáscara de nuez para regular la penetración de los pega --

mentos.

El equipo que en la industria se utiliza para la -
producción de resina de P-terbutilfenol-formaldehído, está -
compuesto fundamentalmente por las siguientes unidades:

- 1.- Reactor con chaquetas para enfriamiento o calentamiento.
- 2.- Sistema de agitación de ancla integrado.
- 3.- Condensador.
- 4.- Tanque receptor de condensador.
- 5.- Termógrafo.
- 6.- Charola de descarga.



EQUIPO INDUSTRIAL PARA LA PRODUCCION DE RESINAS P-TERBUTILFENOL-FORMAL -- DEHIDO Y FENILFENOL-FORMALDEHIDO.

TEMA IV.--

RESINAS DE P-TERBUTILFENOL Y FENILFENOL-FORMALDEHIDO.

En esta sección experimental, daremos la explicación de como se fué desarrollando la resina de P-Terbutil Formaldehido hasta su obtención, además de resultados y conclusiones.

Posteriormente explicaremos el proceso empleado para la preparación de la resina de Fenilfenol-Formaldehido, incluyendo también sus resultados y conclusiones.

Conforme a la bibliografía consultada, la resina que nosotros debíamos preparar correspondía a un producto sólido, pero fusible y soluble, (para la elaboración de pinturas y adhesivos) pertenece al grupo I y compuesto inicial "A" (ver hoja No. 7); por lo que procedimos a encontrar sus condiciones de operación de la siguiente manera:

Al efectuar las pruebas en el laboratorio se buscaban los valores óptimos de las variables como son: La relación molar de P-terbutilfenol (que se empleo de diferentes marcas, nacionales y extranjeras) y formaldehido. Los dife-

rentes catalizadores (ácidos y alcalinos), la temperatura y el tiempo de reacción.

Hicimos pruebas con diferentes catalizadores; en la catálisis ácida empleamos ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido fosfórico; con los alcalinos, usamos hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de amonio. En esta primera fase hicimos aproximadamente unas treinta pruebas con los catalizadores ácidos, y encontramos que producen reacciones muy exotérmicas lo que hacía difícil el control de la reacción; en lo que se refiere a los catalizadores alcalinos, realizamos unas cien pruebas, estos también presentan reacciones exotérmicas pero en mucho menor grado que los ácidos, aunque en los dos casos de catálisis ácida y alcalina obteníamos resinas, por la violencia de las reacciones decidimos enfocarnos a los catalizadores alcalinos.

Dentro de estos notamos que con el hidróxido de amonio no se efectuaban completas las reacciones de polimerización en un tiempo razonable por lo que las descartamos; en cambio, con el hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio, obteníamos las resinas en menos tiempo y de muy buen aspecto físico. Para poder explicar satisfactoriamente el porqué mencionamos, lo de tiempo razonable con los cataliza-

dores de hidróxido de amonio, con respecto a los hidróxidos de sodio y potasio, es debido a que efectuamos el siguiente procedimiento para conocer el grado de polimerización en las reacciones:

Pesamos 5.215 g. de la mezcla de reacción, la pusimos en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. que contenga 75 ml. de una solución preparada por disolución de 34.7 g. de clorhidrato de hidroxilamina en 160 ml. de agua y agregamos esta solución a un litro de etanol.

Después se deja reposar 10 minutos, añadimos un ml. de solución de azul de bromotimol al 0.05% y titulamos hasta una coloración verde con solución de hidróxido de sodio al 0.1 N. Esta misma operación la repetimos cada 20 minutos de esta forma al determinar la cantidad de metiloleslibres durante el transcurso de toda la reacción, sabremos que al disminuir estos y cuando los dos últimos valores de las titulaciones coincidan, en ese instante se da por terminada la reacción; de esta manera conocemos el tiempo de duración de las reacciones con los diferentes catalizadores (aspecto químico).

Por ser el hidróxido de sodio de un costo más bajo así como de una mayor producción, que el hidróxido de pota -

sio decidimos que es mejor trabajar con el primero, haciendo la aclaración que se puede preparar la resina con cualquiera de los dos.

Como último punto en lo que respecta al catalizador es importante mencionar que los lotes de resina preparada en el laboratorio son pequeñas cantidades, por lo tanto la cantidad del catalizador es también muy baja, pero ya para emplearse a nivel industrial, si es muy importante calcular la concentración del catalizador, para que la reacción de P-terbutilfenol-formaldehído sea lo más completa posible, lo que se llama el buen curado de la resina.

Es de recordar que en la hoja # 5 se hace mención de como es la concentración de los reactivos, o sea que primero lo efectuamos con una mol de P-terbutilfenol y 1.1 moles de formaldehído; posteriormente también lo hicimos con una mol de P-terbutilfenol y 1.5 moles de formaldehído, llegamos a la conclusión de que es más conveniente utilizar la reacción 1 mol/1.1 moles. Para poder obtener esta conclusión tomamos una muestra del agua de el primer lavado, le agregamos 2,4 dinitrofenilhidrazina ésta reacciona con el formaldehído que se encuentra en exceso, dando una coloración anaranjada, esta es una prueba cualitativa; a continua-

ción hicimos la valoración del formaldehído, utilizando la -
técnica que se indica en la hoja # 25 y dando los siguientes
resultados:

DATOS : Relación 1 mol/1.1 moles :

21.7 ml obtenidos de ácido sulfurico(no es exceso)

Conociendo: por cada ml de titulante gastado equivale a

0.03003 g de formaldehído entonces

$$21.7\text{ml} \times 0.03 \text{ g} = 0.651\text{g/mol}$$

0.651 g/mol de formaldehído es el exceso en esta pri-
mera relación 1 mol/1.1 Moles.

Relación 1 mol/1.5 moles.

Al efectuar esta prueba tuvimos que diluir la solución
del primer lavado en una proporción de 1/10 debido a que
se saturaba el análisis descrito en la hoja 25 por lo tan-
to al hacer la dilución pudimos realizar esta tecnica,
dando el siguiente valor:

Se obtuvieron 24.8 ml de ácido sulfurico (no es
el exceso) este valor se multiplica por el factor 0.03003g
dando como resultado 0.744g/mol . Pero por la dilución es-
te resultado lo multiplicamos por 10, quedando para esta
relación un exceso de 7.44g/mol de formaldehído.

Como se puede apreciar el análisis demuestra un exceso

de Formaldehído a 7.44 g/mol para la relación 1mol/1.5 mol por lo que consideramos inútil e innecesaria esta relación para nuestra técnica.

Por todo lo antes mencionado a continuación daremos la técnica ya desarrollada en todos sus aspectos de como obtuvimos la resina:

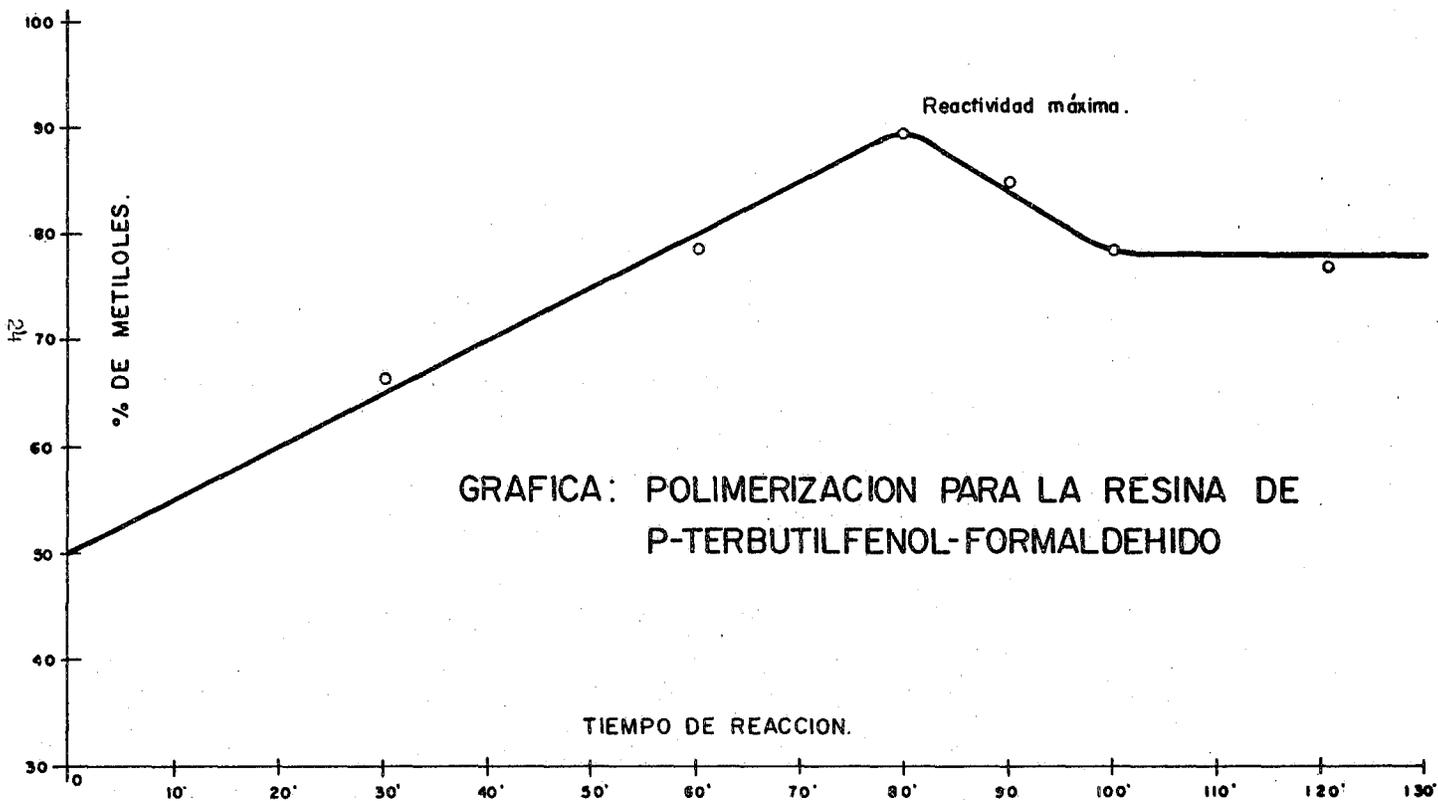
En un matraz bola de tres bocas pusimos 56.2 ml de formaldehído al 37% despues agregamos 55.5 de p-ter-butilfenol (relación 1/1.1 moles) posteriormente cerramos perfectamente las bocas del matraz para evitar el escape de vapores del formaldehído. En una de las bocas extremas tenemos insertado un termómetro en donde la temperatura no exceda de 45°C al momento que le agregamos un ml de hidróxido de sodio al 50%, en la boca central instalamos un agitador mecánico y en la tercera boca le colocamos un embudo de adición; mantenemos la reacción en agitación continua y poco a poco le vamos incrementando la temperatura en una proporción de 10°C, en un lapso de 5 minutos hasta que obtenemos una temperatura de 90°C.

Esta la mantenemos un tiempo de dos horas; posteriormente le añadimos 60ml de agua destilada, con esto detenemos la reacción y se neutraliza el exceso de sosa con ácido clorhídrico o con ácido oxálico, hasta que-----

obtenemos un Ph de 6, despues decantamos el agua y le damos otros dos lavados con 60 ml de agua cada uno.

Por último procedimos al secado de la resina y en el momento de que adquiere consistencia chiclosa sacamos una muestra y le tomamos su punto de fusión como indicio de que la resina ya esta seca; éste punto debe ser alto, (aproximadamente 92°C) en éste momento depositamos la resina en una charola para su enfriado.

Una vez que preparamos la resina procedemos a obtener su control de calidad tanto en los reactivos como en el producto terminado, o sea saber cual es la pureza del P-terbutilfenol, la del Formaldehído, de la resina y además para determinar cual es el rendimiento de ésta resina fenólica.



Para determinar la concentración del Formaldehído -
recurrirnos a la siguiente técnica.*

Se miden 50 ml. de solución de hidróxido de sodio 1N y se colocan en un matraz Erlenmeyer de 500 ml., se añaden 50 ml. de agua oxigenada; se agrega una muestra pesada de aproximadamente 3 g. de formaldehído, dejando que la pipeta que lo contiene esté lo más cerca posible del líquido del matraz. Coloque un embudo en el cuello del matraz y caliéntese durante 5 minutos, agitando de vez en cuando. Retírese del baño maría, lávese el embudo con agua destilada, enfríese a temperatura ambiente y titúlese el exceso de hidróxido de sodio con solución 1N. de ácido sulfúrico utilizando azul de bromotimol como indicador.

Un mililitro de solución 1N. de ácido sulfúrico es igual a 0.03003 g. de formaldehído. Si la solución de formaldehído contiene cantidades apreciables de ácido libre titúlese una porción por separado y cálculese la acidez como por ciento de ácido fórmico.

Hágase la corrección para esta acidez en los cálculos de por ciento de formaldehído.

El resultado del proceso anterior muestra la concentración del formaldehído que es de 36- 38 % **.

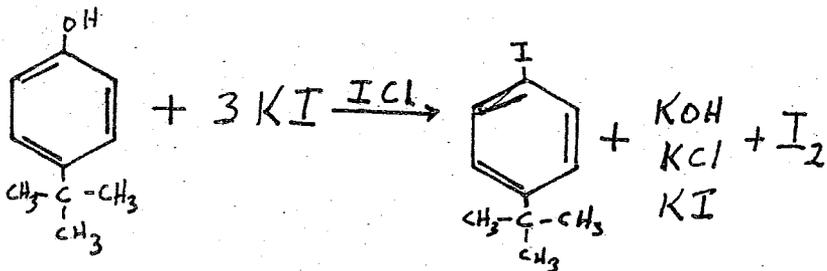
* Esta técnica esta descrita por la Secretaría de --
Industria y Comercio para la concentración y pureza del Formaldehído a nivel Industrial.

** Para preparar todas estas resinas utilizamos ---
formaldehído como reactivo analítico.

DETERMINACION DE PUREZA DEL P-TERBUTILFENOL

Para encontrar la pureza del P-terbutilfenol que es la parte básica en la elaboración de ésta resina Fenólica, adaptamos un método yodoclorométrico para la determinación cuantitativa de P-terbutilfenol. Disolvimos un gramo de ésta sustancia mencionada en 50-ml. de etanol; tomamos una alícuota de 5 ml., le agregamos 50 ml. de etanol y 40 ml. de agua destilada, después 25 ml. de una solución al 20 % de yoduro de potasio y 100 ml. de agua, titulamos con una solución 0.1 N. de tiosulfato de sodio, usando como indicador almidón al 3 % en glicerina al 50 %.

ECUACIONES



C A L C U L O S

DATOS:

PESO MOLECULAR

P-TERBUTILFENOL - - - - = 150 g

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ - - - - - 248.18 g x 2 = 496.36 g

I_2 126.9 x 2 - - - - - 253.8 g

Se hizo la recristalización del P-Terbutilfenol y -
posteriormente la titulación de éste mismo, sin recrista-
lizar dando las siguientes titulaciones:

VALORES DE LA TITULACION CON TIOSULFATO DE SODIO 0.1 N.

MUESTRAS	RECRISTALIZADO	SIN RECRISTALIZAR
I	11.6 ml.	12.9 ml.
II	11.6 ml.	14.7 ml.
III	11.6 ml.	13.9 ml.

Conforme a las ecuaciones químicas antes descritas y-
conociendo que se empleó 1 g de P-Terbutilfenol entonces:

$$\begin{array}{r}
 \text{P-TERBUTILFENOL} \qquad \qquad \qquad \text{I}_2 \\
 150 \text{ g} \text{ -----} 253.8 \text{ g} \\
 1 \text{ g} \text{ -----} \quad \quad \quad x \\
 \text{-----}
 \end{array}$$

X= 1.69 g de I_2 que se libera de la reacción.

Este yodo liberado es el que titulamos con tiosulfato de sodio al 0.1 N.

$$\begin{array}{r}
 \text{I}_2 \qquad \qquad \text{TIOSULFATO DE SODIO} \\
 253.8 \text{ g} \text{ ----- } 496.36 \text{ g} \\
 1.69 \text{ g} \text{ ----- } \quad \quad \quad \text{X} \\
 \text{-----}
 \end{array}$$

X = 3.3 g de tiosulfato gastado.

Conocemos los ml. de titulante gastados de esta forma sabremos cuanto g se emplearon. Para el recristalizado corresponde: (P-Terbutilfenol)

$$\begin{array}{r}
 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \quad 0.1 \text{ N} \\
 24.81 \text{ g} \text{ ----- } 1000 \text{ ml.} \\
 \quad \quad \quad \text{X} \text{ ----- } 11.6 \text{ ml} \\
 \text{-----} \\
 \text{X} = 0.287 \text{ g}
 \end{array}$$

Calculamos la relación:

$$\begin{array}{r}
 \text{I}_2 \qquad \qquad 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \\
 1.69 \text{ g} \text{ ----- } 3.3 \text{ g} \\
 \quad \quad \quad \text{X} \text{ ----- } 0.287 \text{ g} \\
 \text{-----}
 \end{array}$$

X = 0.485 g Este es el contenido de yodo que se libera y que corresponde al P-Terbutilfenol, pero como están reaccionando 2 moles de tiosulfato, entonces éste valor se interpreta a la mitad quedando X = 0.2425 g.

Sabemos que se empleó 1 g de P-Terbutilfenol para hacer el análisis: por lo tanto

$1.0000 \text{ g} - 0.2425 \text{ g} = 0.7575 \text{ g}$ Este valor lo podemos consi-
 derar el 100 %, ya que se hizo la recristalización, los de-
 más valores obtenidos serán impurezas del p-Terbutilfenol.
 Ejemplo con la muestra II :

$$\begin{array}{r}
 24.81 \text{ g} \text{ ----- } 1000 \text{ ml.} \\
 X \text{ ----- } 14.7 \text{ ml.} \\
 \hline
 \end{array}$$

$X = 0.3647 \text{ g}$ Como son dos moles las que em-
 pleamos del titulante se divide ésta cifra a la mitad, se-
 obtiene el siguiente valor : 0.1827 g.

Empleamos un gramo del compuesto le restamos el valor an-
 tes obtenido, dando un valor de 0.3173 g.

$$\begin{array}{r}
 0.7575 \text{ ----- } 100 \% \\
 0.3173 \text{ ----- } X \\
 \hline
 \end{array}$$

$X = 107.89 \%$ Este exceso corresponde a las -
 impurezas.

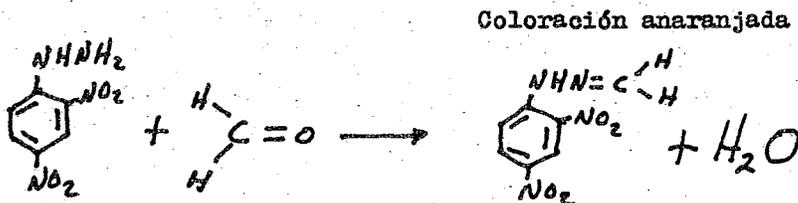
Por lo tanto la pureza del p-Terbutilfenol de la mues-
 tra II es 92.11 %.

Para conocer la pureza de la Resina de P-terbutil- -
 fenol-formaldehído, adaptamos y desarrollamos un proceso-
 cualitativo y posteriormente un análisis cuantitativo con
 sistente en lo siguiente:

PROCESO CUALITATIVO

Disolvimos un gramo de ésta resina en 10 ml. de to-
 lueno, después le agregamos 3 ml. de 2, 4 dinitrofenilhi-
 drazina. Este reactivo reacciona con el formaldehído que
 no reaccionó, dando una coloración ligeramente anaranjada.

Reacción de 2, 4 Dinitrofenilhidrazina



2, 4 Dinitrofenilhidrazona

ANALISIS CUANTITATIVO

Procedimos a cuantificar el formaldehído que no reaccionó ; dando un valor de 0.63 g., este resultado, sumándosele el valor obtenido, en el análisis del primer lavado con agua, en el término de la reacción de la polimerización.(ver hoja 20) . Nos dió el valor total, del formaldehído en exceso, nosotros conocemos la cantidad empleada para la preparación de la resina.(ver hoja 21).-- además, sabemos que la relación de los reactivos es de 1 mol/1.1 moles. Entonces por diferencia de peso, encontramos que el P-terbutilfenol reaccionó 19.22 g. de formaldehído, entonces, la pureza de la resina es de :

CALCULOS:

DATOS 21.35 g.cantidad total de formaldehído 1.1 mol

0.63 g. resultado del formaldehído en exceso de la resina.

0.651 g. cantidad de formaldehído en el primer lavado de agua .Sumando las dos cantidades de formal

dehído es igual a 1.38 g.

19.22 g. corresponde a la cantidad en g empleada -

OPERACIONES:

en la técnica.

$$\begin{array}{r} 21.35 \text{ g.} \\ - 1.38 \text{ g.} \\ \hline 19.97 \text{ g.} \end{array}$$

19.22 g. ——— 100%

19.97 g. ——— X

X=103.89% Este exceso corresponde a impurezas

$$\begin{array}{r} -100.00\% \\ - 3.89\% \\ \hline 96.11\% \end{array}$$

X=96.11% Es la pureza de la -

resina que nosotros preparamos en el laboratorio .

TECNICA PARA LA DETERMINACION EN PORCENTAJE DE SOLIDOS

TOTALES DE LA RESINA

Para cuantificar el porcentaje de sólidos totales de la resina, se adapta la siguiente técnica: pesamos 10 g. de resina, los cuáles se disolvieron en 30 g. de tolueno, a continuación se le agrega 1 g. de óxido de magnesio y 0.1 de agua destilada. Todo lo anterior se mantiene en agitación durante dos horas.

Después de las dos horas de agitación, se filtra para eliminar el exceso de óxido de magnesio que no reaccionó. El filtrado se evapora hasta sequedad, quedando un producto cristalino amarillo parecido a la resina inicial. De éste producto cristalino se pesó 1 g. y se colocó en un crisol previamente tarado.

Para su calcinación lo pusimos en una mufla a una temperatura de 600° C durante 20 minutos, una vez hecho esto, se vuelve a pesar el crisol y por diferencia de peso se obtiene el % de sólidos totales de la resina.

Peso del crisol tarado - - - - - 11.336 g.

Peso del crisol después de la

calcinación - - - - - 11.545 g.

Diferencia - - - 0.179 g.

1 g. - - - 100 %

0.179 g. - - - X $X = \frac{0.179 \times 100}{1} = 17.9 \%$ de sólidos.

CALCULOS PARA DETERMINAR EL RENDIMIENTO DE LA RESINA

DATOS:

55.5 g. de P-terbutilfenol.

21.35g. de Formaldehído.

OPERACIONES:

$$\begin{array}{r} + 55.5 \text{ g} \\ 21.35 \text{ g.} \\ \hline 76.85 \text{ g.} \end{array}$$

Pesamos la resina ya seca y se obtuvieron 67 g.

$$\begin{array}{r} 76.85 \text{ g.} \text{ --- } 100\% \\ \\ \underline{67.00 \text{ g.} \text{ --- } X} \end{array}$$

X= 87.1 % Es el rendimiento que obtuvimos para

la resina preparada en el laborstorio.

La última parte de este tema es en relación a un --
breve estudio comparativo con los productos del mercado,--
y para el efecto tenemos, que para la obtención de una --
buena resina fenólica, son muy importantes las materias--
primas, por lo que efectuamos diferentes pruebas con el--
P-terbutilfenol * que se fabrica en México y con el impor-
tado, además, analizamos y comparamos tres resinas del --
mercado con las que obtuvimos en el laboratorio.

Para facilidad de redacción, emplearemos los números
romanos I y II para los productos de fabricación nacional
y el número III romano para el producto de importación.

CUADRO # 2	MUESTRAS	PUREZA	COLOR	PUNTO DE FUSION
	I	88.1 %	Pardo	93 ° C
	II	92.11 %	Blanco	101 ° C
	III	90.77 %	Blanco	100 ° C

* Es muy importante mencionar que, únicamente hicimos -
cambios en el reactivo de P-terbutilfenol, no así, con
el formaldehído en el que sólo empleamos reactivo ---
analítico.

Siguiendo nuestras técnicas antes descritas, procedimos a preparar las resinas con las tres muestras de P-terbutilfenol, obteniendo el siguiente cuadro de propiedades:

CUADRO # 3

MUESTRA	PUREZA	SOLIDOS TOTALES	TIEMPO DE REACCION	COLOR	RENDIMIENTO	P.F.
I	94.85%	14.7 %	2 horas	guinda	80%	91°C
II	96.11%	17.9 %	2 horas	amarillo	87%	91°C
III	94.5%	19 %	2 horas	amarillo	85%	89°C

Estas tres resinas preparadas en el laboratorio a su vez las comparamos, con las tres resinas del mercado Nacional e Internacional (les daremos como - nomenclatura muestra Nacional A muestras extranjeras B y C).

CUADRO # 4

MUESTRA	PUREZA	AFROX. EN %	SOLIDOS TOTALES	COLOR	PUNTO DE FUSION
I	94.85%		14.7%	guinda	91°C
II	96.11%		17.9%	amarillo	91°C
III	94.5 %		19.0%	amarillo	89°C
A	98.2 %		11.0%	Paja	96°C
B	95.1 %		15.7%	amarillo	92°C
C	95.8 %		17.8%	amarillo	92°C

CUADRO # 5 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD

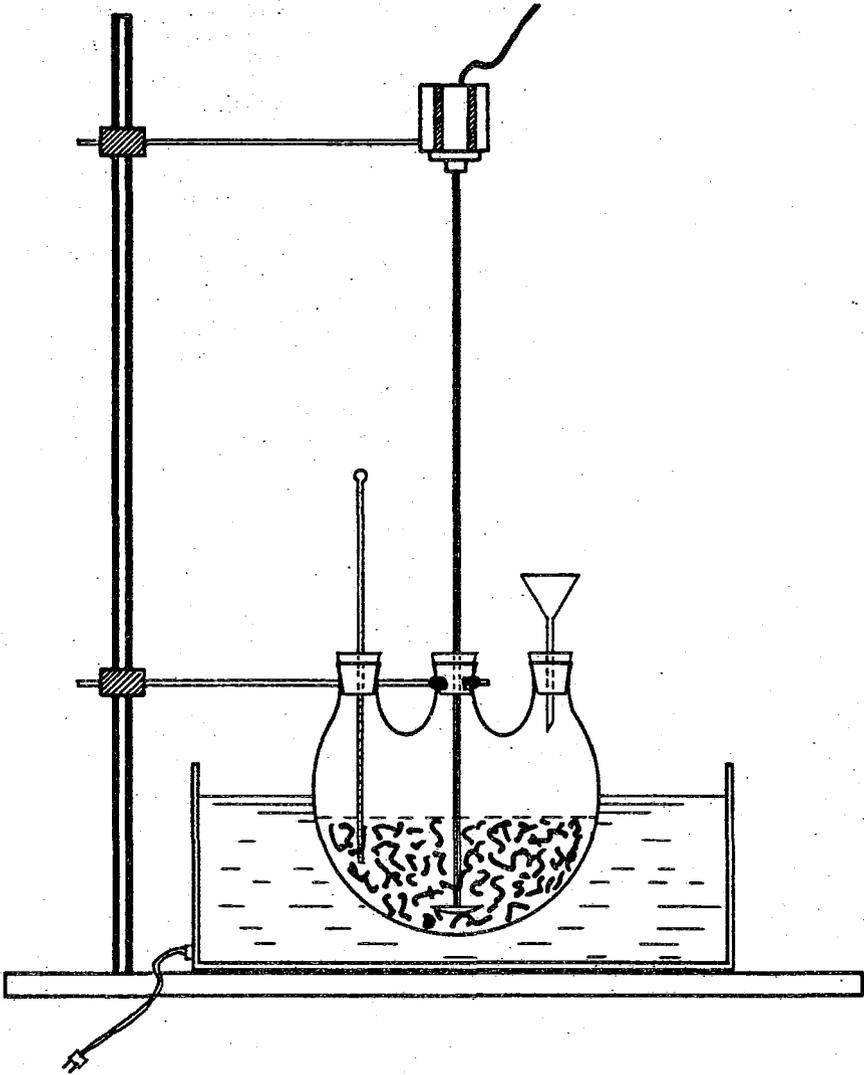
MUESTRAS	ACETONA	ACEITES VEGETALES	ESTERES	AROMATICOS	ALCOHOLES	ALIFATICOS
1	S	S	S	S	S	S
11	S	S	S	S	S	S
111	S	S	S	S	S	S
A	S	S	S	S	S	S
B	S	S	S	S	S	S
C	S	S	S	S	I	S

S= SOLUBLE

P= PARCIALMENTE SOLUBLE

I= INSOLUBLE

OH



EQUIPO EXPERIMENTAL
REACTOR PILOTO.

PROPIEDADES DE LOS RESINOS DE P-TERBUTILFENOL - FORMALDEHIDO Y
 PENILFENOL - FORMALDEHIDO.

Clasi- fica- ción - Por el secado	Disuelve tes o agentes- de dis- persión.	Clasificación de la resistencia						Adecuado para uso de revestimientos									
		ACIDOS	ALCALIS	AGUA	DISOLV.	FRIC	HONGOS	NETAL	PAPIL	TEJIDOS	PLASTICOS	MADERA	CUERO	CERAMICA	VIERIO	HORMIGON	ALAMBRE
*	**						***										
A,C,F	A,E,H,I,C	E	E	E	B	B	R	E	B	B	E	E	B	E	E	E	E

USOS TÍPICOS

Revestimientos interiores de latas y tambores,
 barniz de bobinas, esmaltes de muebles e inte-
 riores, barnices aislantes, pisos, hormigón ----
 acabados exteriores, cierre de maderas.

Latas de cerveza, revestimientos inte-
 riores de tambores, latas de alimentos,
 equipo de desecación de alimentos, --
 muebles, revestimientos para equipo de
 proceso químico, revestimiento de tube-
 rías, piezas estructurales rígidas, -
 revestimientos de carros tanques.

* A, secado al aire; C, cocción al horno; F, secado forzado a 49-85° C.

** A, alcoholes; E, esterres; H, hidrocarburos aromáticos; I, hidrocarburos alifáticos; C, cetonas

*** E, excelente; B, buena; R, regular; M, mala.

MATERIAL QUE EMPLEAMOS PARA LA ELABORACION DE

ESTAS RESINAS:

Matraz de bola con tres bocas

reóstato

Agitador mecánico

Baño María

Estufa y mechero

Balanzas de dos platos y Analítica

Tapones de hule y papel pH

Tripie de fierro

Tela de alambre con asbesto

Pinzas de tres dedos con nuez

Pinzas para bureta

Soporte de fierro

Pinzas para tubo de ensaye

Gradillas

Vasos de precipitado

Matraces Erlenmeyer

Bureta

Pipetas

Termómetro de -10°C a 250°C

Tubos de ensaye

Agitadores de vidrio

Matraces aforados

Probetas

Embudos de vidrio de talle largo

Papel filtro

RESINA

FENILFENOL - FORMALDEHIDO

CONDICIONES DE OPERACION EN LA ELABORACION DE LA
RESINA DE FENILFENOL-FORMALDEHIDO.

Siguiendo las mismas secuencias descritas en las --
hojas 17 y 18 llegamos a la conclusión de que para prepara
rar esta resina son necesarias las siguientes condicio -
nes de operación:

En lo que respecta al catalizador es conveniente --
usar el hidróxido de sodio; aunque como en el caso ante-
rior, también es factible prepararla con hidróxido de -
potasio.

La concentración de los reactivos quedan: Para 1 --
mol de fenilfenol, 1.1 moles de formaldehído.

En lo que respecta al tiempo de reacción modifica -
mos el metodo de metiloles quedando de la siguiente mane
ra.

Pesamos 5.215 g. de la mezcla de reacción, la pu-
simos en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. que contenga 75
ml. de una solución preparada por disolución de 34.7 g.-

de clorhidrato de hidroxilamina en 160 ml. de agua y -
aforamos esta solución a un litro con etanol.

Despues se deja reposar 10 minutos,añadimos un ml.
de solución de azul de bromotimol al 0.05% y titulamos-
hasta un precipitado blanco con solución de hidroxido de
sodio al 0.1 N.Esta misma operación la repetimos cada 20
minutos, de esta forma al determinar la cantidad de meti-
loles libres durante el transcurso de toda la reacción,-
sabremos que al disminuir estos y cuando los dos últimos
valores de las titulaciones coincidan, en ese instante -
se da por terminada la reacción; de esta manera conoce -
mos el tiempo de duración de las reacciones con los dife-
rentes catalizadores (aspecto químico).

Determinamos que era necesarias cuatro horas para -
el buen curado de la resina.

Como siguiente aspecto,daremos todo el proceso en -
todas sus etapas para elaborar esta resina de fenilfenol

formaldehído:

En un matraz bola de tres bocas pusimos 57.6 ml. - de formaldehído al 37%. A continuación agregamos 57 g.- de fenilfenol, después cerramos perfectamente las bocas del matraz, para evitar el escape de vapores del formaldehído. En una de las bocas tuvimos insertado un termómetro, en donde la temperatura no excedía de 45°C al -- momento que le agregamos 1 ml. de hidróxido de sodio al 50%, en la boca central instalamos un agitador mecánico y en la tercera boca le colocamos un embudo de adición. Mantuvimos dicha reacción en agitación continua y poco a poco le fuimos incrementando la temperatura, en una - proporción de 10°C, en un lapso de 5 minutos, hasta que obtenemos una temperatura de 90°C. Esta la mantuvimos -- durante cuatro horas.

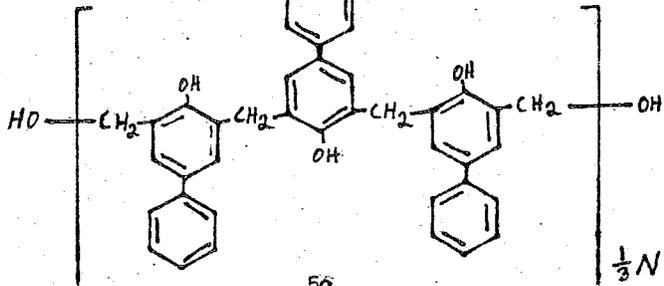
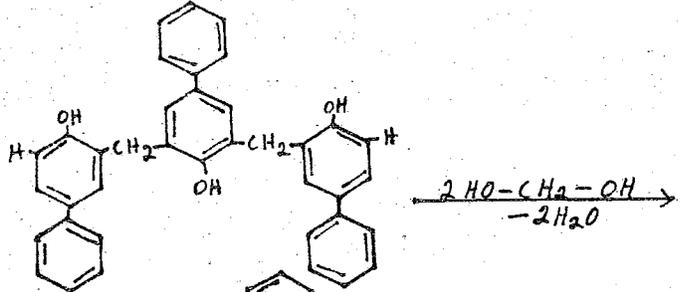
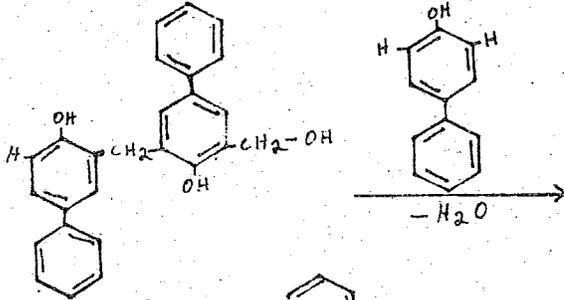
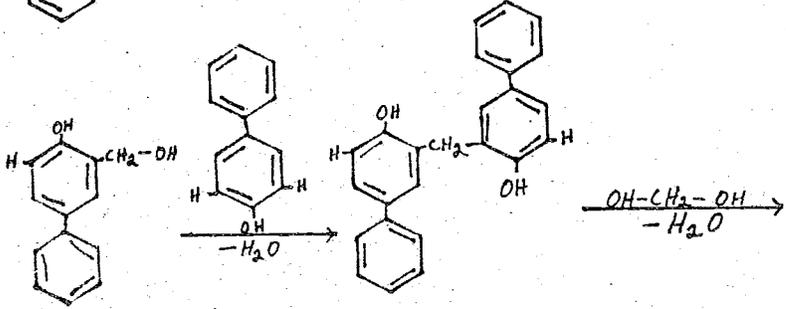
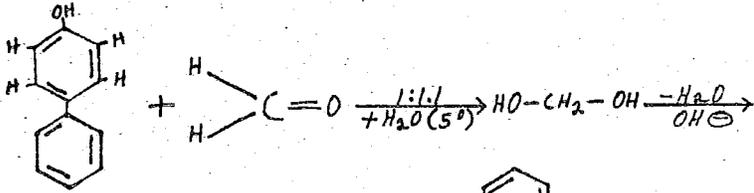
Posteriormente, le añadimos 60 ml. de agua destilada. Con esto se detuvo la reacción y neutralizamos el -- exceso de sosa con ácido clorídrico concentrado, o con-

ácido oxálico hasta que obtuvimos un pH. de 6.

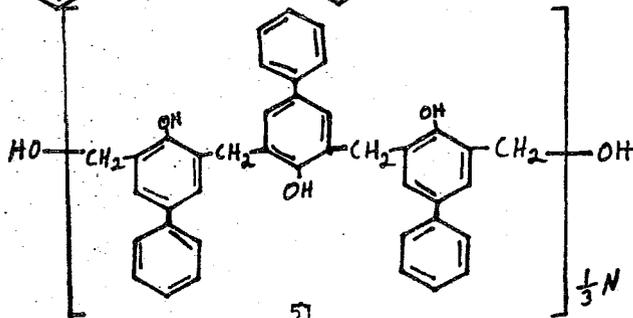
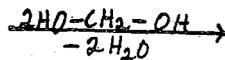
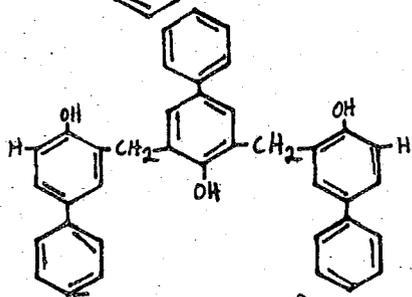
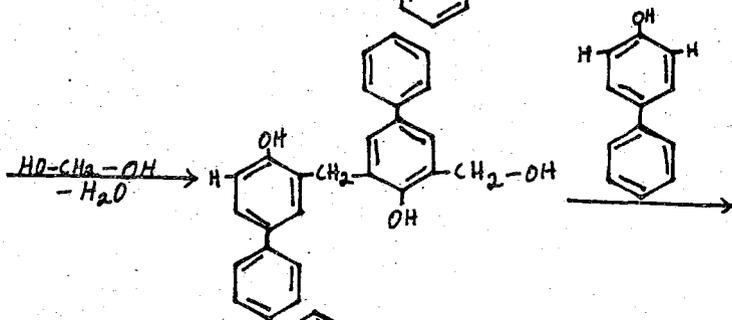
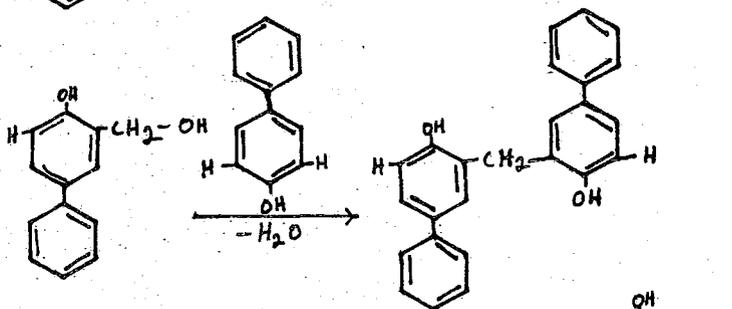
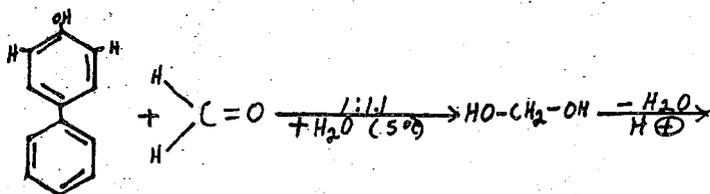
Después decantamos el agua y le dimos otros dos - lavados con 60 ml de agua cada uno. Por último, procedi mos al secado de la resina y al momento de que adquirió consistencia chiclosa, sacamos una muestra y le tomamos su punto de fusión, como indicio de que la resina ya -- estaba seca. Este punto debe ser alto, (aproximadamente- 94°C). En este momento depositamos la resina en una cha- rola para su enfriado.

Al tener preparada la resina procedimos a obtener su control de calidad tanto en los reactivos como en el producto terminado ó sea saber cual es la pureza del - fenilfenol, la del formaldehido, de la resina termina- da y además para determinar cual es su rendimiento; -- hicimos lo siguiente.

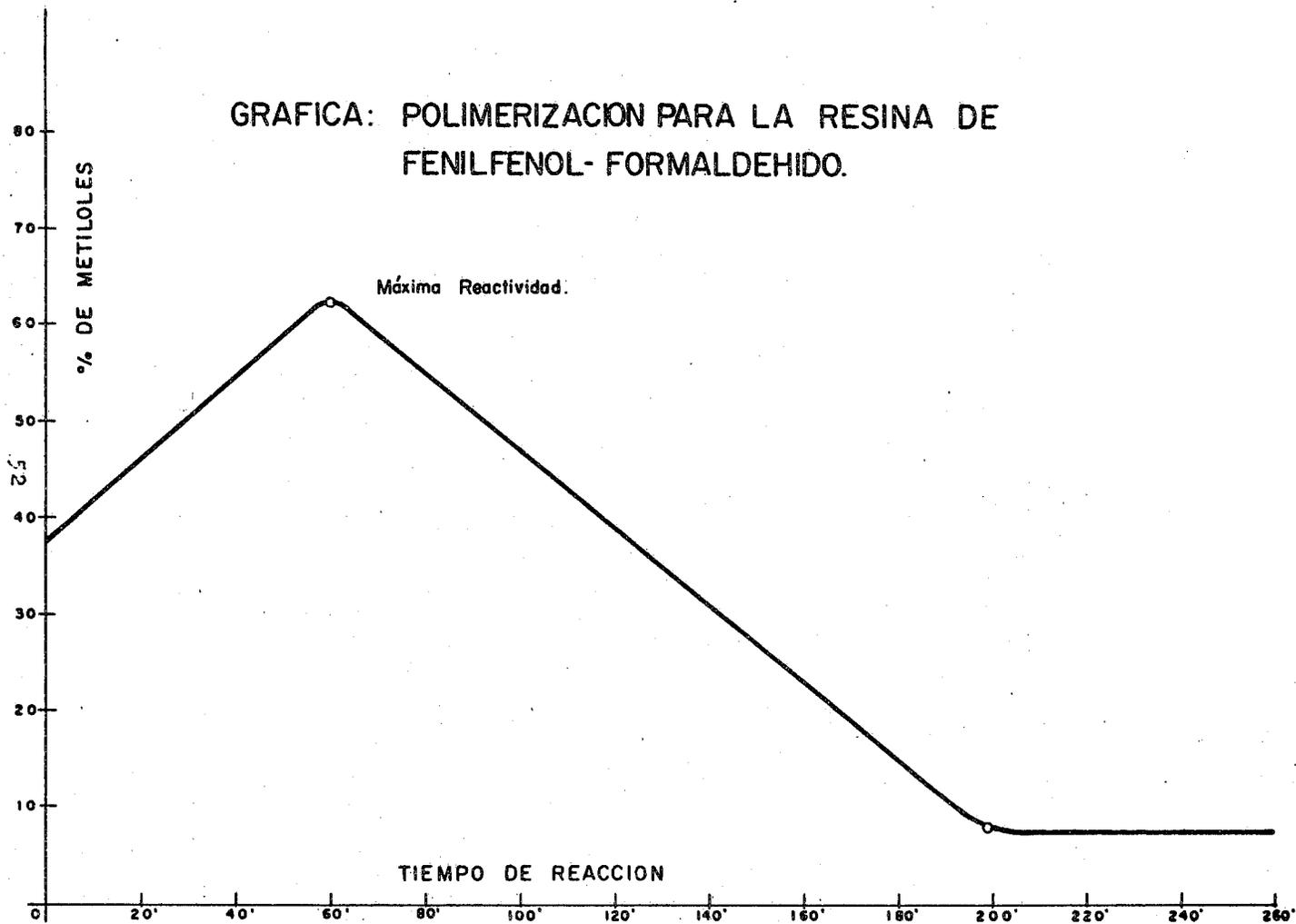
REACCION ALCALINA



REACCION ACIDA



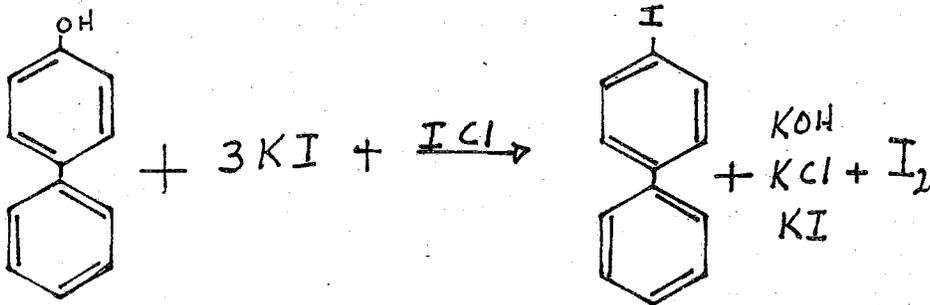
GRAFICA: POLIMERIZACION PARA LA RESINA DE FENILFENOL- FORMALDEHIDO.



DETERMINACION DE PUREZA DEL FENILFENOL

Adaptamos un método yodoclorimétrico para la determinación cuantitativa de Fenilfenol. Disolvimos un gramo de esta sustancia mencionada en 50 ml. de etanol; tomamos una alícuota de 5 ml., le agregamos 50 ml. de etanol y 40 ml. de agua destilada, después 25 ml. de una solución 0.1 N. de cloruro de yodo, calentamos durante 20 minutos. Agregamos 5 ml. de una solución al 20 % de yoduro de potasio y 100 ml. de agua, titulamos con una solución 0.1 N de Tiosulfato de sodio, usando como indicador almidón al 3 % en glicerina al 50 %.

REACCIONES



CALCULOS

DATOS:

PESO MOLECULAR

FENILFENOL - - - - - 170 g/mol
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ - - - 248.18 g x 2 = 496.36 g/mol
 I_2 126.9 x 2 - - - - - 253.8 g/mol

Hicimos la recristalización del Fenilfenol y posteriormente la titulación de este mismo, sin recristalizar dió los siguientes valores:

VALORES DE LA TITULACION CON TIOSULFATO DE SODIO 0.1 N.

MUESTRAS	RECRISTALIZADO	SIN RECRISTALIZAR
	9.8 ml.	11 ml.

Conforme a las ecuaciones químicas antes descritas y conociendo que se empleó 1 g de Fenilfenol entonces:

FENILFENOL	I_2
170 g -----	253.8 g
1 g -----	X

$X = 1.49 \text{ g de } \text{I}_2 \text{ que se libera de la reacción.}$

Este yodo liberado es el que titulamos con tiosulfato de sodio al 0.1 N.

I_2	TIOSULFATO DE SODIO
253.8 g -----	496.36 g
1.49g -----	X

X= 2.91 g de tiosulfato gastado.	

Conocemos los ml. de titulante gastados, de esta forma sabremos cuantos g se emplearon. Para el recristalizado correspondiente: (Fenilfenol)

$Na_2S_2O_3$	0.1 N
24.81 g -----	1000 ml.
X -----	9.8 ml.

X= 0.243 g.	

Calculamos la relación:

I_2	$2Na_2S_2O_3$
1.49 g -----	0.291 g
X -----	0.243 g

X = 0.124 g Este es el contenido de yodo	

que se libera y que corresponde al Fenilfenol, pero como es
 tán reaccionando 2 moles de Tiosulfato, entonces este valor
 se interpreta a la mitad quedando $X = 0.062 \text{ g}$.

Sabemos que se empleó 1 g. de Fenilfenol para hacer el
 análisis, por lo tanto $1.0000 \text{ g} - 0.0620 \text{ g} = 0.938 \text{ g}$.

Este valor lo podemos considerar el 100 %, ya que se hizo -
 la recristalización.

La muestra que empleamos en el laboratorio da la siguiente-
 pureza:

TIOSULFATO DE SODIO	0.1 N
24.81 g -----	1000 ml.
X -----	11 ml.

$X = 0.272 \text{ g}$ como son 2 moles las que
 empleamos del titulante, se divide esta cifra a la mitad se
 obtiene el siguiente valor: $X = 0.136 \text{ g}$.

Empleamos 1 g del compuesto le restamos el valor antes
 obtenido y queda un valor de 0.864 g .

0.938 g -----	100 %
0.864 g -----	X

$X = 92.1 \%$ es la pureza del Fenilfenol.

PARA DETERMINAR LA CONCENTRACION DEL FORMALDEHIDO

Empleamos la técnica descrita por la Secretaría de Industria y Comercio para la concentración y pureza del Formaldehído a nivel industrial.

Para preparar éstas resinas utilizamos Formaldehído como reactivo analítico. (36-38 %). ver hoja No. 25.

Para conocer la pureza de la resina de fenilfenol-formaldehído, adaptamos y desarrollamos un proceso cualitativo y posteriormente un análisis cuantitativo consistentes en lo siguiente:

PROCESO CUALITATIVO

Disolvimos un gramo de ésta resina de 10 ml. de tolueno, - después le agregamos 3 ml. de 2, 4 dinitrofenilhidrazina.- Este reactivo reacciona con el Formaldehído que no reaccionó, dando una coloración ligeramente anaranjada. ver hoja No. 26.

ANALISIS CUANTITATIVO

Procedimos a cuantificar el Formaldehído que no reaccionó dando un valor de 0.68 g., éste resultado sumándosele el valor obtenido en el análisis del primer lavado con agua, en el término de la reacción de la polimerización.

Nos dió el valor total del Formaldehído en exceso, nosotros conocemos la cantidad empleada para la preparación de la resina. Además sabemos que la relación de los reactivos es de 1 mol/1.1 moles. Entonces por diferencia de peso, encontramos que el Fenilfenol reaccionó 19.7 g. de Formaldehído, entonces la pureza de la resina es:

D A T O S

21.88 g. cantidad total de Formaldehído 1.1 mol.

0.696g. resultado del Formaldehído en exceso de la resina.

0.68 g. cantidad del Formaldehído en el primer lavado de agua. Sumando las dos cantidades de Formaldehído es igual a 1.376 g.

19.7 g. corresponden a un mol de Formaldehído

O P E R A C I O N E S

21.88 g.
- 1.37 g.
20.51 g.

19.7 g.----- 100 %

20.51g.----- X

X=104.1 % Este exceso corresponde a -
impurezas.

100.00 %
- 4.1 %
95.9 %

X= 95.9 % Es la pureza de la resina que-
nosotros preparamos en el labo
ratorio.

Para la determinación del porcentaje de sólidos totales.

Como prueba adicional hicimos la cuantificación del porcentaje de sólidos totales adaptando la siguiente técnica.

Se pesan 10 g de resina, los cuales disolvimos en 30 g de tolueno, a continuación le agregamos 1g de óxido de magnesio y 0.1 ml de agua destilada, todo lo anterior se mantiene en agitación durante dos horas.

Pasado este tiempo de agitación, se filtra para eliminar el exceso de óxido de magnesio que no reacciona. El filtrado se evapora hasta sequedad, quedando un producto cristalino amarillo parecido a la resina inicial de este producto cristalino se pesó 1 g y se colocó en un crisol previamente tarado.

Posteriormente lo pusimos en calcinación dentro de una mufla a una temperatura de 600°C durante 20 minutos, una vez hecho esto, se vuelve a pesar el crisol y por diferencia de peso obtendremos el % de sólidos totales de la resina.

Peso del crisol tarado - - - - - 11.330 g.

Peso del crisol después de la

calcinación - - - - - 11.478 g.

Diferencia - - - - - 0.148 g.

1 g. - - - 100 %

0.148 g. - - - X

$X = \frac{0.148 \times 100}{1} = 14.8 \%$ de sólidos totales.

CALCULOS PARA DETERMINAR EL RENDIMIENTO DE LA RESINA .

DATOS:

57 g. de fenilfenol	Cantidad en g utilizados
21.8 g. de formaldehído	en la preparación de la resina

OPERACIONES :

$$\begin{array}{r} 57.0 \text{ g.} \\ + \underline{21.8 \text{ g.}} \\ \hline 78.8 \text{ g.} \end{array}$$

Pesamos la resina ya seca y obtuvimos 64 g .

$$\begin{array}{r} 78.8 \text{ —————} 100\% \\ 64.0 \text{ —————} X \\ \hline \end{array}$$

X= 81 % es el rendimiento que obtuvimos para la
resina preparada en el laboratorio.

La última parte de este tema es en relación a un -
breve estudio comparativo con los productos del mercado.

Para esta resina solo se pudo conseguir una muestra
de fabricación nacional (pero con patente extranjera) --
por lo tanto y para facilidad de redacción emplearemos -
los números romanos I para la resina preparada por noso-
tros en el laboratorio .y II para la resina del mercado.
Siguiendo nuestras técnicas antes descritas anotamos los
valores obtenidos en el siguiente cuadro.

MUESTRA	PUREZA APROX. EN%	%DE SÓLIDOS TOTALES	COLOR	PUNTO DE FUSION
I	95.9	14.8	Amarillo opaco	95°C
II	96.12	15.2	Amarillo opaco	95°C

PRUEBAS DE SOLUBILIDAD DEL
FENILFENOL - FORMALDEHIDO.

MUESTRAS	ACETONA	ACEITES VEGETALES	ESTERES	AROMATICOS	ALCOHOLES	ALIFATICOS
I	S	S	S	S	I	I
II	S	S	S	S	I	I

S= SOLUBLE

P= PARCIALMENTE SOLUBLE

I= INSOLUBLE

DISCUSION DE LOS RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Según los valores obtenidos para cada una de las resinas preparadas en el laboratorio de P-terbutilfenol-Formaldehído. Analizamos como primer aspecto el P-terbutilfenol por ser parte básica de la resina, es de notar en los productos nacionales (I y II), con el que se tiene en el Mercado Internacional (III) tienen la secuencia de que uno de los Nacionales es de una pureza muy baja y un punto de fusión inferior al estipulado en la bibliografía para éste compuesto químico, sin embargo hay otro Nacional que si compete satisfactoriamente con el Extranjero, lo cual es un buen principio en la fabricación de ésta resina fenólica.

Como siguiente aspecto las tres resinas preparadas en el laboratorio una de éstas se puede apreciar la diferencia en el color (por la presencia de fierro en exceso), lo cual ocasionaría una contraposición cuando se usara para preparar algún pegamento y sobre todo en las pinturas, además su rendimiento es menor, ésto también es sinónimo de impurezas.

Se puede observar en la otra resina nacional compete hasta con mejores resultados que la extranjera lo cual es una buena ventaja por que al compararlas con resinas elaboradas en el Mercado Nacional e Internacional (A, B, C) nos dá buenos resultados.

Hacemos mención de las resinas preparadas en el laboratorio a excepción de la (I), que pueden competir satisfactoriamente con los del mercado, (A, B, C).

Con respecto al producto nacional (A) es el mejor en todos los aspectos analizados en forma experimental.

El proceso se puede proyectar y realizar, es conveniente por encontrarnos en México que sea empleada la mano de obra, a efectuarlo en forma automatizada ésto implicaría elevación en los gastos por maquinaria y mantenimiento.

Con referencia a la resina de Fenilfenol ---
Formaldehído , solo se pudo conseguir una muestra de
fenilfenol como base principal de ésta resina, por lo
tanto para los análisis realizados no hubo forma de
comparación.

En el producto elaborado hicimos la compara-
ción con una resina del mercado nacional y patente ex--
tranjera. se puede apreciar en los resultados una gran
semejanza, por lo que podemos concluir que ésta resina
preparada en el laboratorio, tiene las mismas propieda-
des y por esto mismo tambien puede ser aplicada.

Hacemos las mismas recomendaciones en su fabri-
cación a nivel industrial del empleo de la mano de obra
considerandolo más barato, a sí lo efectuamos automati-
zado porqué tambien se tendría que emplear un servicio
constante para las partes mecánicas y además se esta
prohibiendo la importación de maquinaria.

B I B L I O G R A F I A

- I.- AYRES, G., ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO, EDITORIAL HARPER AND ROW PUBEJS HERS. INC. 1970.
- II.- BOLETIN QUE PUBLICA LA SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO PARA LA FABRICACION DE FORMALDEHIDO, 1976.
- III.- CHEMICAL ABSTRACTS. REVISION DE 1908-1977.
- IV.- FLASCHKA, H.A., BARNARD, A.S., QUIMICA ANALITICA CUANTITATIVA, EDITORIAL CONTINENTAL, S.A. 1973.
- V.- KARPOV, O.N., DETERMINACION IODOCLOROMETRICA DE ALQUILFENOLES CON UNA RAMIFICACION DE CADENA ALQUILO 23: 9, 1423-5, 1968.
- VI.- KIRK-OTMER; ENCICLOPEDIA DE TECNOLOGIA INDUSTRIAL 13: 887-918, 1973.
- VII.- KIRK-OTMER; ENCICLOPEDIA DE TECNOLOGIA INDUSTRIAL 14: 1-26, 1973.

- VIII.- MODERN PLASTICS ENCYCLOPEDIA AND ENGINEER'S HAND -
BOOK PLASTICS CATALOGUE CORP., N.Y., 1952.
- IX.- MONDRAGON, R.L., CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LAS -
RESINAS FENOL-FORMALDEHIDO MODIFICADAS CON ACEITE -
DE LA NUEZ DE ANACARDO, TESIS., 1968.
- X.- OROZCO, F., ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO
EDITORIAL PORRUA, S.A., MEXICO 1962.
- XI.- PEREA, R.A., SINTESIS DE P-TERBUTILFENOL, TESIS., -
1973.
- XII.- SHIRNER-FUSON-CURTIN., IDENTIFICACION SISTEMATICA -
DE COMPUESTOS ORGANICOS. EDITORIAL LIMUSA, 1974.
- XIII.- SKEITS, I., MANUAL DE ADHESIVOS
EDITORIAL CONTINENTAL, S.A., MEXICO.
- XIV.- SKOOG, D.A., WEST, D.M., FUNDAMENTALS OF ANALYTICAL-
CHEMISTRY, SEGUNDA EDICION., 1969.

XV.- TERAN, Z.J., APUNTES DEL CURSO PLASTICOS Y SILICONES
FACULTAD DE QUIMICA, U.N.A.M., 1974.