

ESTUDIO DE LA OBTENCION DE LA RESINA FURFURAL ACETONA OXIDADA (FAOX)

V.J. Rodríguez, B.L. Betancourt y P.F. Pérez

Dpto. de Cinética Química, Centro Nacional de Investigaciones Científicas, Ciudad de La Habana, Cuba

Recibido: 2 de abril de 1984

ABSTRACT. By oxidation of furfural acetone resin (FA) with molecular oxygen, a new resin was obtained. The product shows good properties for its use as binder or cover protector. The reaction was carried out in a stainless steel reactor. The effects of pressures, temperature and time of reaction on the process was studied. The conditions of synthesis to obtain proper viscosity were determined.

RESUMEN. Se obtuvo una nueva resina por oxidación con oxígeno molecular de la resina furfural acetona (FA). La resina FA oxidada (FAOX) presenta muy buenas propiedades para ser utilizada como aglutinante o recubrimiento protector. La reacción se realizó en un reactor de acero inoxidable. Mediante un diseño de experimento se estudió cómo influyen en el proceso los parámetros: temperatura, presión y tiempo de reacción. Se determinó cuáles son las condiciones de síntesis para obtener la resina con la viscosidad deseada.

INTRODUCCION

El furfural puede ser obtenido por hidrólisis ácida de los pentosanos del bagazo de la caña de azúcar¹, el cual contiene de 25 a 27 % con relación a la materia prima seca. Con él se pueden obtener distintas resinas, entre ellas la resina furfural acetona (FA)^{2,3} la cual se obtiene por reacción del furfural con la acetona, catalizada por hidróxido de sodio, en la que se produce una mezcla compleja que contiene fundamentalmente furfuralidén acetona, difurfuralidén acetona y polímeros de bajo peso molecular. Las cantidades relativas de productos de la reacción varían dependiendo de las condiciones en que transcurre la misma⁴.

La estabilidad a la intemperie de los polímeros obtenidos de esta resina por catálisis ácida ha sido estudiada por Rodríguez y Gandini^{5,6}, concluyendo que el factor determinante en el deterioro de éstos es el efecto de la luz ultravioleta del sol.

La resina FA se ha utilizado como aglutinante en la producción de artículos moldeados⁷, así como, en la fabricación de cementos de gran dureza^{8,9} y ésta presenta gran resistencia a la acción de los agentes químicos, aunque es poco reactiva y debe añadirsele cantidades considerables de catalizador para lograr su reticulación.

Por otra parte la resina FA no presenta buena adhesividad para ser utilizada en la elaboración de pinturas por lo que no ha podido ser empleada como recubrimiento. En los casos en que se ha utilizado con estos fines ha sido mezclada con otras resinas que sí poseen buena adhesividad como son las resinas epoxi¹⁰.

En un trabajo anterior, se ha informado la obtención de una resina por oxidación de la resina FA¹¹, con oxígeno molecular, la cual es mucho más reactiva que ésta, por lo que cuando se utiliza como aglutinante, requiere cantidades muy pequeñas de catalizador. Esta resina presenta además muy buenas propiedades para ser utilizada como recubrimiento protector.

En el presente trabajo se exponen las condiciones empleadas para lograr la síntesis de la resina furfural-acetona-oxidada (FAOX).

MATERIALES Y METODOS

La síntesis de resina FAOX se realizó en una instalación como la que se muestra en la figura 1.

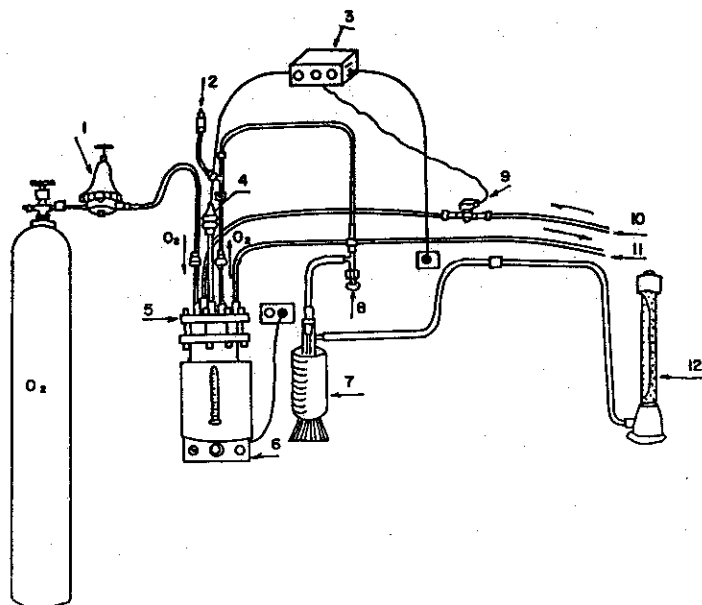


Figura 1. Instalación utilizada en la síntesis de la resina. 1. reductor de presión; 2. válvula de protección; 3. relé; 4. termómetro de contacto; 5. reactor de acero inoxidable; 6. baño de calentamiento; 7. trampa; 8. llave de aguja; 9. válvula solenoide; 10. entrada de agua de refrigeración; 11. salida de agua de refrigeración; 12. rotámetro.

El balón de oxígeno con reductor de presión (1) permite el suministro y ajuste de la presión de oxígeno que pasa a través del reactor (5).

El reactor (5) es un recipiente cilíndrico de acero inoxidable. En la tapa tiene un tubo metálico conectado a la salida del manómetro el cual penetra hasta el fondo del reactor con el objetivo de permitir el burbujeo de oxígeno en el líquido de reacción. Además dispone de otro tubo para la salida del gas. Conectado a la tapa superior posee un serpentín para la circulación de agua de enfriamiento así como una hendidura para colocar el termómetro de contacto.

El sistema de control de temperatura está formado por un termómetro de contacto (4), un relé (3) y una válvula solenoide (9).

En el baño de calentamiento (6) que contiene glicerina se coloca el reactor, el cual suministra el calor necesario para alcanzar la temperatura prefijada para la reacción. El flujo de gas que pasa por el reactor, se controla mediante una llave de aguja (8). Este flujo se mide mediante un rotámetro (12) de fabricación comercial.

Una trampa fría (7) se coloca a la salida del gas del reactor con el objetivo de condensar posibles productos volátiles que se formen durante la reacción.

Utilizando este reactor se estudió la influencia de los parámetros: temperatura, presión y tiempo de reacción en la síntesis de la resina furfural acetona oxidada.

Para ello, se adoptó un modelo lineal y se determinaron las variables significativas por medio de un plan factorial 2^3 , tomando como criterio de eficiencia la viscosidad de la resina una vez oxidada, la cual se midió en un equipo RHEOTEST-2 a 30 °C.

La matriz experimental (D) fue la siguiente:

	X_1	X_2	X_3
1	-1 (80 °C)	-1	-1
2	1 (100 °C)	-1 (0,5 MPa)	-1
3	-1	1 (0,1 MPa)	-1
4	1	1	-1 (6 h)
5	-1	-1	1 (10 h)
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1

X_1 representa la temperatura, X_2 la presión y X_3 el tiempo de reacción, a los cuales se realizó cada experimento de acuerdo al plan 2^3 . Se hizo además una réplica en los extremos del plan factorial 2^3 y en el centro del mismo o sea a 90 °C con una presión de 0,75 MPa y 8 h de reacción.

Estas réplicas se utilizaron para calcular el error.

Con los resultados de la viscosidad se procedió a calcular los coeficientes del polinomio que relacionan la viscosidad con los parámetros X_1 , X_2 y X_3 mediante la matriz de regresión¹².

$$B = (b_0, b_1, b_2, b_3, \dots, b_{123}) = |X'X|^{-1} X'Y$$

donde:

b_0, b_1, b_2, \dots son los coeficientes de cada variable

X matriz de las variables independientes

Y vector de los 8 resultados experimentales para el rendimiento (viscosidad)

RESULTADOS Y DISCUSION

En la Tabla I se muestran los resultados de las determinaciones de las viscosidades de las resinas obtenidas de acuerdo al plan factorial 2^3 .

TABLA I
Resultados de la matriz experimental

Experimento	Viscosidad (Pa · s)	Experimento	Viscosidad (Pa · s)
1	0,560	5	1,670
2	0,620	6	1,800
3	0,490	7	1,440
4	1,080	8	4,585

Con los valores encontrados para la viscosidad (Tabla I) se determinaron los coeficientes del polinomio que la relacionan con las variables estudiadas. Estos coeficientes se presentan en la Tabla II.

TABLA II
Coeficientes del polinomio

b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{123}
1,530	0,490	0,368	0,843	0,443	0,328	0,270	0,310

En la Tabla III se presentan los valores de las viscosidades (Pa · s) de las repeticiones, en los extremos y en el centro del plan factorial.

TABLA III
Resultados de las repeticiones

	1	(Pa ² · s)	promedio
Extremo inferior	0,430	0,690	0,560
Punto (0,0,0)	0,910	1,150	1,039
Extremo superior	5,150	4,020	4,585

De acuerdo a los datos mostrados en la Tabla III la desviación estándar para cada coeficiente del polinomio del plan 2^3 es 0,171 y tomando el criterio que los coeficientes que sean menores que 2 veces la desviación estándar se deben eliminar del modelo, quedarían entonces fuera los coeficientes b_{13} , b_{23} y b_{123} . Por tanto, la ecuación que representa el modelo será dada por:

$$Y = 1,530 + 0,490 X_1 + 0,368 X_2 + 0,843 X_3 + 0,443 X_1 X_2$$

Para probar si el modelo es adecuado se utilizó la relación:

$$F_c = \frac{S_A^2}{S_{pe}^2}$$

donde:

S_A^2 es la varianza debido al modelo

S_{pe}^2 es la varianza del error puro

además,

$$S_A^2 = \frac{1}{n-L} \sum_{i=1}^n J (\bar{Y}_i - \hat{Y}_i)^2$$

donde:

- n coeficiente del polinomio
- L número de coeficientes adaptados = 5
- J número de repeticiones del plan factorial = 1
- \bar{Y} , promedio experimental
- \hat{Y}_i valor determinado por el modelo

$$F_0 = \frac{739,712}{233,683} = 3,16$$

En este caso la F de Fisher para 5 grados de libertad del numerador, 3 grados de libertad del denominador y 95 % de confianza tiene un valor de 9,01, por tanto, este criterio indica que el modelo es adecuado ya que $F_0 = F$ de Fisher.

El análisis de la ecuación que representa al modelo mostró que la presión influye poco, lo que indica que se trabajó en el rango cinético. sin embargo, tiene mayor influencia el término de la interacción con la temperatura. Esto es lógico ya que al aumentar la temperatura disminuye la solubilidad del gas en la resina y un aumento de la presión favorece la solubilidad del oxígeno.

De acuerdo al modelo adaptado el parametro que más influye en el aumento de la viscosidad es el tiempo y después la temperatura.

Como todos los coeficientes del polinomio son positivos, si se quiere obtener viscosidades más altas, se debe continuar aumentando el valor de los parámetros del modelo. No obstante, la viscosidad adecuada se alcanza con las condiciones superiores del diseño.

CONCLUSIONES

Se obtuvo una nueva resina por oxidación con oxígeno molecular de la resina furfural-acetona en la síntesis de la resina para las condiciones empleadas, el que más influye es el tiempo.

BIBLIOGRAFIA

1. Los derivados de la Caña de Azúcar. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar. 245 Editorial Científico-Técnica, Cuba, 1980.
2. Kamenskii I. V. y Ungurean N. V. *Plasticheski Massy*. No. 8, 17, 1960.
3. Isacescu D. A., Gabat I., Stoicescu C., Vass C. y Petrus I. *Revue Roumaine Chimie* 10, 219, 1965.
4. Isacescu D. A. y Avramescu F. *Revue Roumaine de Chimie* 23, 661, 1978.
5. Rodríguez V. J. y Gandini A. *Revista CENIC Ciencias Físicas*, 5, 29, 1974.
6. Rodríguez V. J. y Gandini A. *Revista CENIC Ciencias Físicas*, 6, 155, 1975.
7. Irtuganova S. Kh., Galaktionov A. I., Pshenitsyna V. P. *Plastmass Sint. Smol* 6, 10, 1979.
8. Kharcheunikov V. I. *Beton Zhelezobeton* 16, 16, (URSS) 1970.
9. Teodorescu D. y Herdlicka A. *Mater Plast. (Bucharest)* 7, 344, 1970.
10. Safronchik V. I. y Golubeva N. N. *Zashch. Podzemn. Met. Sooruzh. Korroz.* 23, 1974, Russ. C.A. 83, 165 882, 1975.
11. Betancourt B. L. Tesis de Diploma, ISPJAE-CENIC, Ciudad de La Habana, Cuba, 1982.
12. López Planes R. Notas estadísticas y diseño estadístico, CENIC, 1 Ciudad de La Habana, Cuba, 1975.

Revista periódica trimestral editada por el Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia, adscrita al Ministerio de la Industria Alimenticia. Publica trabajos de investigación originales, notas cortas y reseñas en idioma español, dentro del campo de la ciencia y la tecnología de alimentos, abarcando las temáticas siguientes:

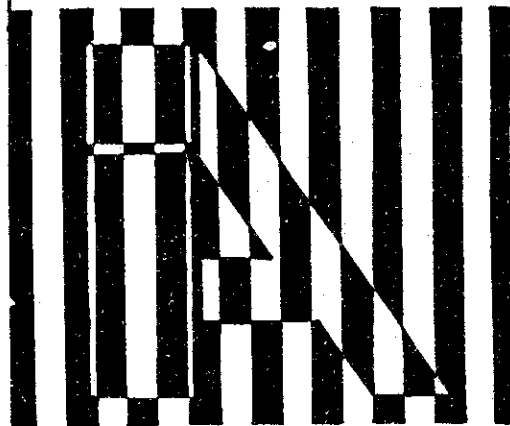
Microbiología; Tecnología Química; Análisis Químico y Bioquímico; Nutrición y Toxicología; Evaluaciones Sensoriales y Reológicas; Leche y Productos Lácteos; Carne y Productos Cárnicos; Procesamiento de Frutas y Vegetales; Bebidas; Cereales; Aceites y Grasas y Tratamiento de Residuales.

PARA COLABORACIONES Y SUSCRIPCIONES DIRIGIRSE A:

Centro de Información y Documentación del Ministerio de la Industria Alimenticia.

Calle F No. 303, Vedado, Ciudad de La Habana, Cuba. Estamos interesados en establecer intercambio con instituciones similares.

CIENCIA y
TECNOLOGIA
DE ALIMENTOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES PARA LA INDUSTRIA ALIMENTICIA