

INSTITUT NATIONAL DES HYDROCARBURES ET DE LA CHIMIE

---

TRAVAUX DE LABORATOIRE SUR LA SYNTHÈSE  
PETROCHIMIQUE.  
I PARTIE

par : LYKAV O.  
REZOUNENKO E.

BOUMERDES 1973

## P R E F A C E

Ces travaux de laboratoire ont pour but de donner les connaissances pratiques aux étudiants, d'approfondir les connaissances théoriques reçues au cours des conférences.

Avant tout travail de laboratoire l'étudiant doit étudier à fond la théorie du procédé et l'ordre de réalisation du travail. Ce n'est qu'après l'entretien préalable que le professeur autorise aux étudiants la réalisation des travaux pratiques.

Chaque étudiant doit avoir le cahier où il inscrit le but de travail, l'esquisse et la description de l'installation, l'ordre de la réalisation du travail, les résultats de recherche et le traitement des résultats expérimentaux.

TABLE DE MATIERES

PREFACE

Préparation de l'isopropylbenzène par alkylation du benzène par le propylène. ✓

Préparation de l'alcool isopropylique par hydratation du propylène.

Oxydation des paraffines.

Production des plastifiants

Production des résines phénol-formol .

- TRAVAIL DE LABORATOIRE N°1

Préparation de l'isopropylbenzène par alkylation du benzène  
par le propylène

La réaction d'alkylation est utilisée pour la fabrication de l'isopropylbenzène. Le cumène fut pendant la guerre, un produit stratégique en raison de son emploi comme constituant aromatique des essences d'avion. A l'heure actuelle, le cumène a été abandonné pour cet usage au profit du toluène. Son nouveau et principal débouché est la production du phénol et de l'acétone. Un certain tonnage est aussi utilisé pour la fabrication d'1-méthylstyrène, qui est utilisé pour la fabrication de caoutchoucs et matières plastiques.

Les procédés industriels d'alkylation du benzène par le propylène opèrent en présence d'un catalyseur liquide ( $H_2SO_4$ ,  $H_3PO_4$ ) ou solide ( $AlCl_3$ ).

Au cours de la réaction d'alkylation du benzène par le propylène en présence du chlorure d'aluminium comme catalyseur, l'isopropylbenzène formé est ensuite condensé avec une molécule de propylène avec la formation du dipropylbenzène, qui à son tour est alkylé par une molécule de propylène en donnant le tripropylbenzène etc... c'est-à-dire la réaction d'alkylation est consécutive. Elle passe à travers la formation des produits: benzène \_\_\_\_ monoalkylbenzène \_\_\_\_ dialkylbenzène \_\_\_\_ trialkylbenzène \_\_\_\_ tétraalkylbenzène etc...

BUT ET TACHES DU TRAVAIL DE LABORATOIRE.

Connaissance avec la réaction d'alkylation réalisée à l'échelle du laboratoire.

Préparation du propylène à partir de l'alcool isopropylique.

Alkylation du benzène par le propylène.

Distillation des produits obtenus en fractions suivantes :

- |                                  |               |
|----------------------------------|---------------|
| 1.- fraction de benzène          | (P.I. - 85°C) |
| 2.- fraction de cumène           | (85 - 155°C)  |
| 3.- fraction de polyalkylbenzène | ( 155°C)      |

REACTIFS ET APPAREILLAGE

- 1 - Burette à alimentation
- 2 - Réacteur à  $Al_2O_3$  pour la déshydratation.
- 3 - Four électrique.
- 4 - Récipient
- 5 - Réfrigérants
- 6 - Compte-bulles
- 7 - Compteur à gaz
- 8 - Tube à  $CaCl_2$
- 9 - Robinet à trois voies
- 10 - Réacteur d'alkylation avec l'agitateur
- 11 - Gazomètre
- 12 - Autotransformateur
- 13 - Thermocouple avec le galvanomètre
- 14 - Alcool isopropylique, 60g ( 81 ml) 740,24 (41 ml)
- 15 - Benzène, 80g ( 96 ml) 833,33 5/8
- 16 -  $AlCl_3$  ( 5% par rapport au benzène)
- 17 -  $CaCl_2$  4g

x =  $\frac{w \cdot x_0}{96}$

MODE OPERATOIRE

Le propylène est obtenu par des hydratation de l'alcool isopropylique vers 350°-400°C sur l'oxyde d'aluminium. Pour commencer, on branche le four (3) et le réchauffeur du réacteur.

Quand la température du four atteint 350°C, on amène l'alcool isopropylique. La température du four ne doit pas dépasser 400°C. La vitesse d'alimentation en propylène est maintenue dans l'intervalle de 0,10 -0,50 l/min. Pendant le réglage du processus d'hydratation, on fait ressortir le propylène à l'atmosphère au moyen d'un robinet à trois voies.

La réaction d'alkylation se fait dans le réacteur dont la température est maintenue au moyen d'un réchauffeur. Le schéma de l'installation est présenté sur la fig. 1.

L'alkylation se passe à la température (de 25 à 50°C.) La quantité du catalyseur est de 2 à 15% par rapport à la quantité de benzène.

Acidité.

$$A = \frac{M_{\text{kon}} \cdot N_{\text{kon}} \cdot V_{\text{kon}} \cdot K}{g}$$

où  $M_{\text{kon}} = 56$

$N = 0,5$

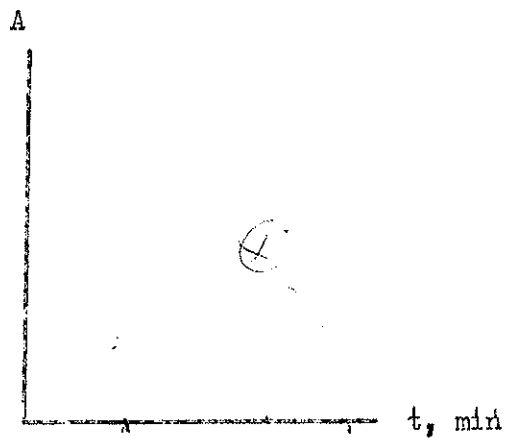
$V =$  volume de  $\text{KOH}$  pour le titrage, ml

$K =$  Correction de titrage

$$K = I$$

$g =$  masse d'échantillon, g.

D'après les données, de titrage, on dresse la courbe.



Le benzène est de 80 à 90 g. La durée d'alkylation est 1,5 à 2 heures.

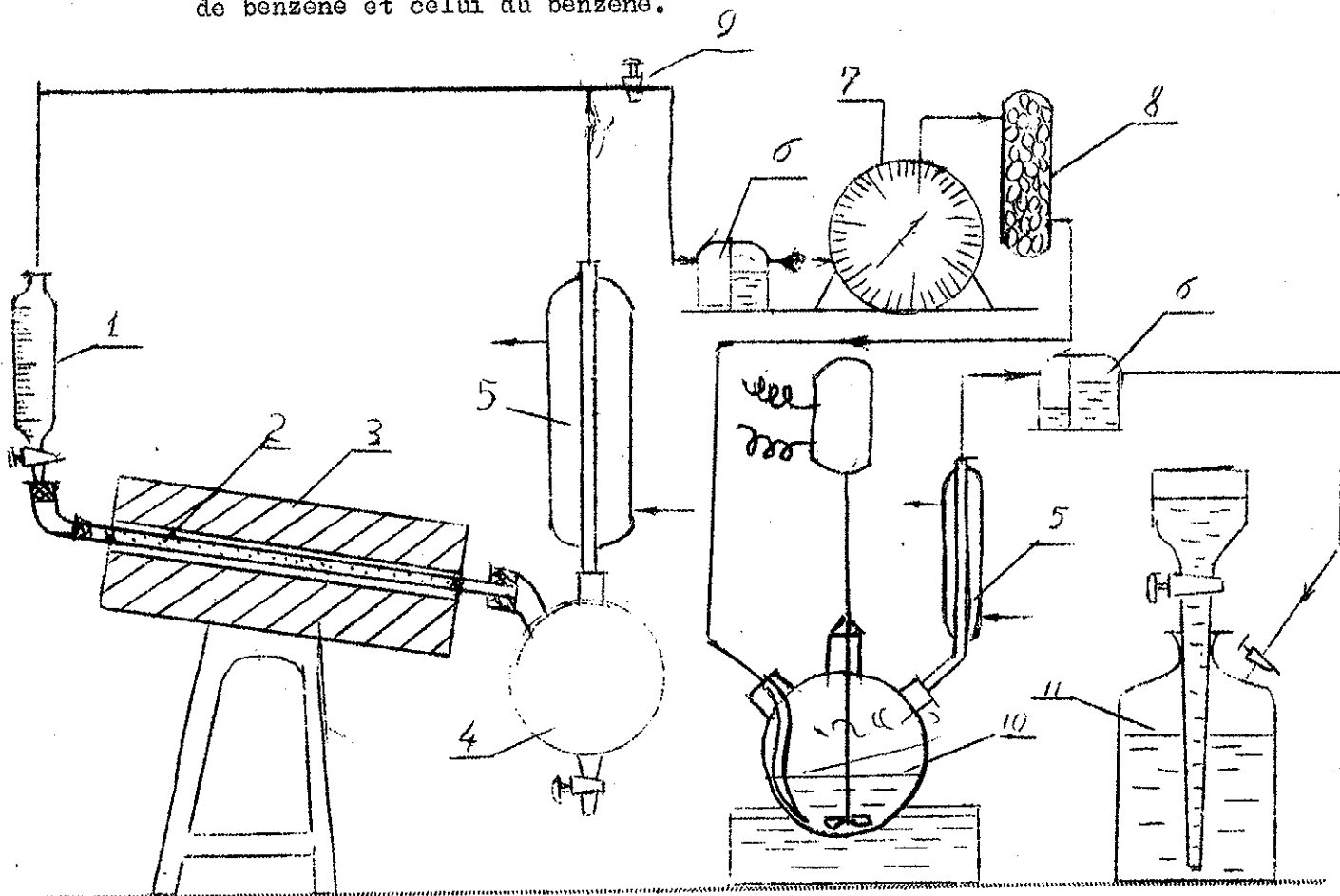
On charge le benzène dans le réacteur, on ajoute  $AlCl_3$  et on met en marche l'agitateur.

Le propylène non réagi est recueilli dans le gazomètre. Après avoir passé toute la quantité d'alcool, on fait cesser l'alimentation et on débranche le four.

Les produits obtenus sont lavés à l'eau acidifiée pour détruire le complexe réactionnel, neutralisés dans une faible solution alcaline (5 %) jusqu'à la réaction neutre, pesés et fractionnés.

Au cours du fractionnement, on détermine le contenu en poids. Les fractions de benzène (P.I -  $85^{\circ}C$ ), de cumène ( $85 - 155^{\circ}C$ ) et de polyalkylbenzène ( $155^{\circ}C$ ).

On vérifie la coïncidence entre l'indice de réfraction de la fraction de benzène et celui du benzène.



W  
1

EXEMPLE DU TRAITEMENT DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.

1. Conditions opératoires de l'expérience :

- Charge du benzène ,g..... 66
- Vitesse d'alimentation l/h..... 22,4
- Quantité de catalyseur (ALCL<sub>3</sub>) g/g C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>..... 0,1
- Température dans le réacteur, °C..... 30
- Température dans le four, °C..... 380
- Durée d'expérience, min..... 60
- Pression atmosphérique, mm Hg..... 750
- Propylène non réagi, l..... 1,4
- Température ambiante °C..... 17

2. On détermine la quantité de propylène transformé par l'équation :

$$G_p = n M_p$$

- où n - nombre de moles du propylène transformé
- M<sub>p</sub> - masse moléculaire de propylène

$$n = \frac{P.V}{R T}$$

- où p - pression atm
- T - température, °C
- V - volume de propylène transformé, l
- R - constante

$$R = 0,082 \quad \frac{l. atm}{mol. grad.}$$

$$M_p = 42$$

$$G_p = \frac{PV}{RT} \cdot M_p = \frac{0,985 \cdot 22,6}{0,082 \cdot 290} \cdot 42 = 39,3 \text{ g}$$

3. On dresse les bilans matières de l'expérience (tabl. I,II)



Tableau I. Bilan matière d'alkylation du benzène par le propylène

	g	%
Charge		
benzène	66,00	73,00
propylène	39,30	27,00
Total.....	105,30	100,00
Produits		
catalysat	97,00	92,15
pertes	8,30	7,85
Total.....	105,30	100,00

Tableau II. Bilan matière de la distillation.

	g	%	n <sub>d</sub> 20
Charge			
catalysat	97	100	-
Total.....	97	100	-
Produits			
- fraction de benzène	19,46	17,4	1,4998
- fraction de cumène	23,70	24,5	1,4911
- fraction de polyalkyl- benzène	50,44	52,6	1,4870
- pertes	3,40	3,5	
Total.....	97	100	

PREPARATION DE L'ALCOOL ISOPROPYLIQUE

PAR HYDRATATION DU PROPYLENE

La production des alcools est une des plus importantes branches de l'industrie pétrochimique.

Les alcools sont largement utilisés pour la fabrication des aldéhydes et des acides organiques, des cétones, des esters ainsi que comme solvant organique, etc...

Il est certain de noter que sa production atteint 20 % environ de la production totale des produits pétrochimiques.

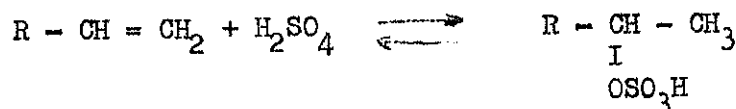
Aujourd'hui, on fabrique des alcools par des voies différentes :

- a) hydratation des oléfines
- b) synthèse à partir de CO et H<sub>2</sub>
- c) oxydation des paraffines liquides et solides
- d) à partir du bois et des produits organiques: (sucre, pompe de terre, cellulose, etc...)

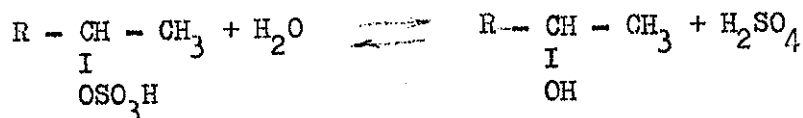
On prépare les alcools éthylique, isopropylique et butylique secondaire, par l'hydratation des oléfines correspondantes.

L'hydratation des oléfines en présence de l'acide sulfurique se base sur deux procédés principaux;

- 1) absorption d'oléfine par l'acide sulfurique avec la formation des alkylsulfates :

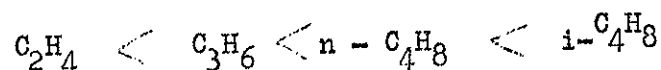


- 2) hydrolyse des alkylsulfates en alcools et en acide sulfurique :



La vitesse de l'absorption des oléfines par l'acide sulfurique dépend de la structure de l'oléfine ainsi que de la concentration de l'acide.

Les oléfines se rangent comme suit :



←  
vitesse de l'hydratation en présence de H<sub>2</sub>.SO<sub>4</sub>

Au cours des réactions parallèles, il se forme certaine quantité des esters et des aldéhydes

#### BUT ET TACHES DU TRAVAIL DE LABORATOIRE

- Connaissance de la réaction de l'hydratation des oléfines en présence de l'acide sulfurique.
- Préparation du propylène à partir de l'alcool propylique.
- Absorption du propylène par l'acide sulfurique.
- Hydrolyse des alkylsulfates formés en alcool et en  $H_2SO_4$

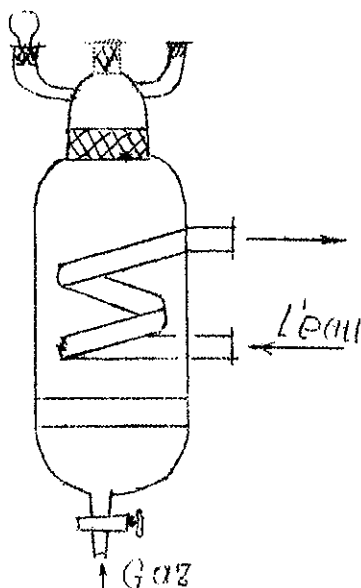
#### REACTIFS ET APPAREILLAGE.

1. Réacteur à absorption du propylène.
2. Compteur à gaz
3. Burette à  $CaCl_2$
4. Compte-bulles
5. Ballon à fond rond de 1 litre.
6. Réfrigérants.
7. Appareil de distillation.
8. Acide sulfurique à 87 %.
9. NaCl.

#### MODE OPERATOIRE

L'absorption du propylène par l'acide sulfurique est effectuée dans un réacteur cylindrique en verre ayant au fond une plaque poreuse pour la distribution du gaz.

Pour éliminer la chaleur de la réaction, le réacteur est muni par le serpentín de refroidissement. (fig.I).



Sous la faible courant de propylène, en verre 110 ml d'acide sulfurique concentré ( $\rho = 1,8$ ) et en commence à faire passer le gaz dont la vitesse assure son absorption complète. On obtient le propylène à partir de l'alcool propylique, qui était pris dans la quantité 60 g (81 ml). et qui en se décomposant donne 1 mole de propylène.

La durée de réaction est de 2 à 2,5 heures

La température dans le réacteur est maintenue de 15 à 20°C par l'arrivée d'eau dans le serpentín. A la sortie du réacteur, on pose un compte-bulles pour contrôler l'absorption du gaz. Le propylène non réagi est mesuré à l'aide du compteur à gaz et est accumulé dans le gazomètre.

Au cours de l'expérience, on fait le contrôle du fonctionnement de l'installation.

L'exemple de l'écriture des données expérimentales est présenté ci-dessous.

Tableau I.

Durée de l'expérience min.	Volume de l'alcool dans la burette, ml.	Indication du compteur à gaz, l.	Volume d'eau dans le récipient ml.	Remarques	Température, °C	
					de déshydratation.	d'absorption.
0						
60						
120						
à la fin de l'expérience						

Après avoir fait passer toute la quantité du propylène on termine l'expérience. On transvase le mélange réactionnel dans un ballon à fond rond pour hydrolyser. On y ajoute quatre volume d'eau et on chauffe ce mélange avec un réfrigérant à reflux jusqu'à la température d'ébullition. Après avoir fait bouillir ce mélange pendant 30 min. On distille 150 ml. Le mélange azéotrope d'alcool et d'eau.

En ajoutant, 54 g de NaCl dans ce mélange, on le redistille afin d'obtenir la fraction bouillant de 80 à 84 °C. Le ballon pour cette fraction est préalablement pesé.

On détermine l'indice de réfraction de l'alcool.

L'alcool isopropylique pur est un liquide incolore, à l'odeur forte d'alcool. Sa densité  $S_4^{20} = 0,7887$ . Il bout à 82,4°C. Son indice de réfraction  $n_D^{20} = 1,3775$ . L'alcool isopropylique forme avec l'eau le mélange azéotrope de 87,7% d'alcool et de 12,3 % d'eau. Ce mélange bout à 80,4°C. Sa densité  $S_4^{20} = 0,8157$ , son indice de réfraction  $n_D^{20} = 1,2765$ .

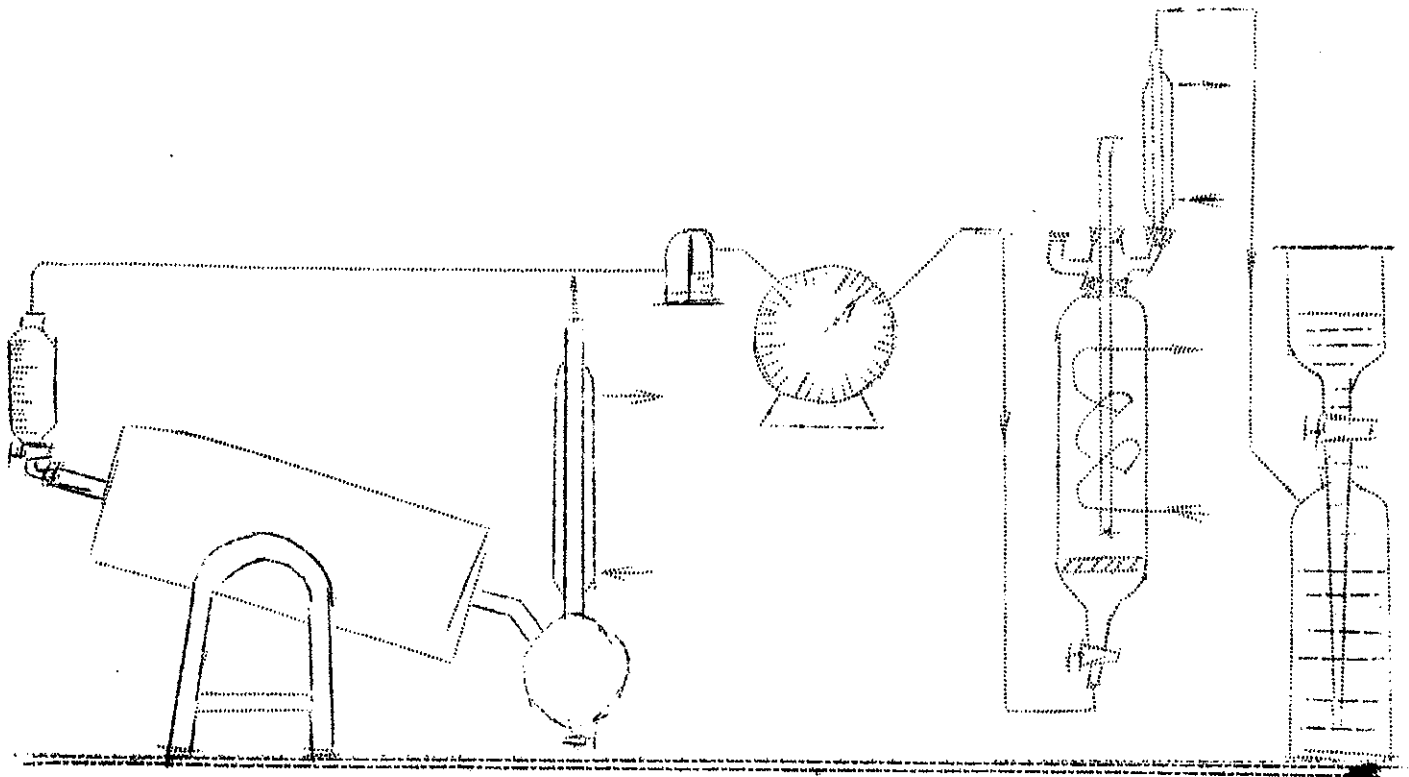


Fig. Schéma de l'installation de l'hydratation.

Exemple du traitement des résultats expérimentaux.

I. Conditions opératoires de l'expérience.

Température, °C :

de déshydratation ..... 380

d'absorption ..... 30

ambiante ..... 20

Pression atmosphérique, mmHg ..... 750

Quantité, l :

de propylène totale ..... 26

de propylène non réagi ..... 1

Alcool obtenu, g ..... 52

2. Dressons le bilan matière de déshydratation (tabl. II)

Le volume de propylène aux conditions standard :

$$V_0 = \frac{P_0 V_0 T_0}{P_0 T_0} = \frac{750 \cdot 26 \cdot 273}{293 \cdot 760} = 23,9 \text{ l}$$

ou  $\frac{23,9}{22,4} = 1,07 \text{ mole}$

ou  $1,07 \cdot 42 = 44,8 \text{ g.}$

Bilan matière de la déshydratation.

Tableau II

	ml	g	%
<b>Charge</b>			
alcool isopropylique.....	85	67,2	100
<b>Total.....</b>	<b>85</b>	<b>67,2</b>	<b>100</b>
<b>Produits</b>			
propylène.....	-	44,8	66,5
eau .....	-	20,4	30,5
pertes .....	-	2,0	3,0
<b>Total .....</b>	<b>-</b>	<b>67,2</b>	<b>100</b>

Le rendement théorique en propylène.

D'après l'équation de la réaction :



à partir de 67,2 g d'alcool (1,12 moles) on peut obtenir 47 g de propylène (1,12 moles). En fait, on a obtenu 44,8 g qui est égal à :

$$\frac{44,8 \cdot 100}{47} = 95,4 \%$$

3. Le rendement en alcool.

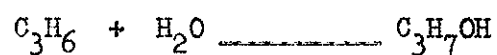
Le volume de gaz aux conditions standard :

$$V_0 = \frac{P, V, T_0}{P_0 T_0} = \frac{750 \cdot 25 \cdot 273}{760 \cdot 293} = 23,3 \text{ l}$$

$$\text{ou } \frac{23,3}{22,4} = 1,04 \text{ moles.}$$

$$\text{ou } 1,04 \cdot 42 = 43,7 \text{ g}$$

D'après l'équation :



à partir de 43,7 g de propylène, on peut obtenir :

$$\frac{43,7 \cdot 60}{42} = 62,5 \text{ g d'alcool isopropylique.}$$

En fait, le rendement réel d'alcool est égal à 52 g

$$\text{ou } \frac{52}{62,5} \cdot 100 = 83,3 \% \text{ de théorie.}$$

L'indice de réfraction d'alcool obtenu  $n_D^{20} = 1,3770$ .

TRAVAIL DE LABORATOIRE N° 3

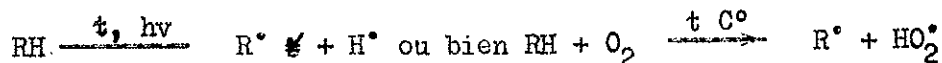
Oxydation des Paraffines.

L'oxydation des paraffines solides ayant un nombre d'atomes de carbone de 20 à 40, est réalisée industriellement pour la fabrication des acides gras.

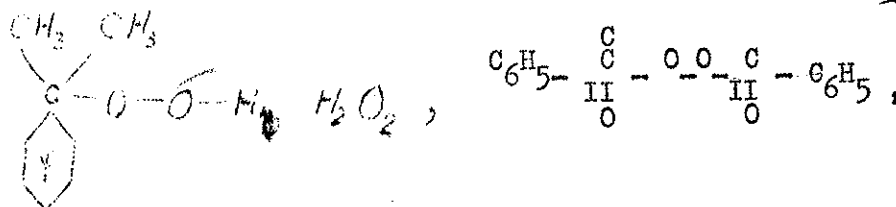
Ces derniers servent à fabriquer des savons, des graisses lubrifiantes, des alcools primaires, des esters.

L'oxydation des hydrocarbures ( y compris des paraffines ) est une réaction radicalaire en chaîne comportant trois stades.

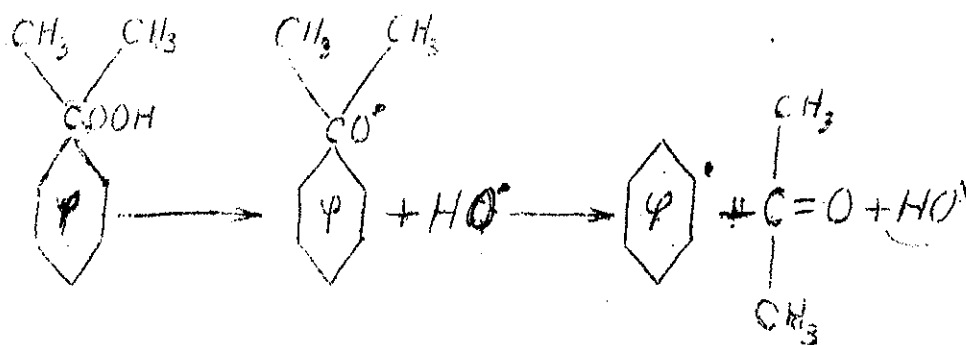
I - Le stade d'amorçage : c'est un stade pendant lequel, on obtient dans le système réactionnelle des radicaux libres à la suite de l'influence extérieure : chaleur, lumière ultraviolette, initiateurs chimiques.



• Souvent, on emploie comme initiateurs des peroxydes tels que :  $K_2S_2O_8$ ,



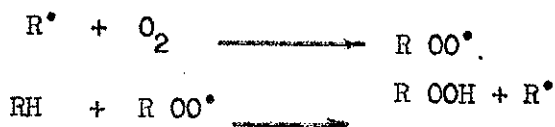
Par exemple :





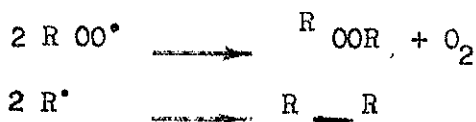


2 - C'est le stade de croissance de la chaîne, caractérisé par la formation des radicaux libres peroxydiques et ensuite des hydroperoxydes.



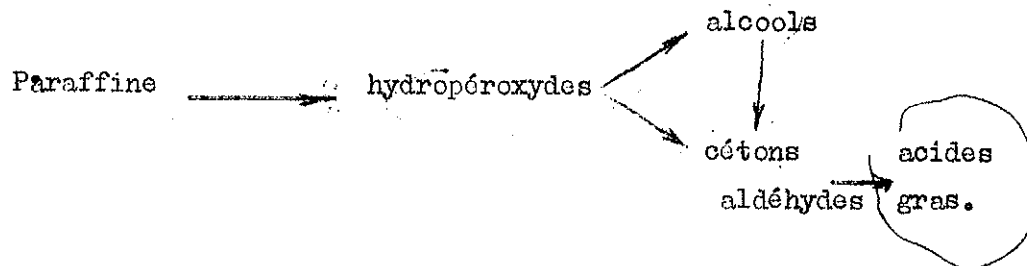
Des hydroperoxydes se décomposent facilement tout en donnant les produits finaux tels que : alcool, aldéhydes, acides.

/ 3 - C'est le stade d'interruption caractérisé par la désactivation des radicaux libres :



Pour accélérer les réactions d'oxydation, on utilise des catalyseurs différents.

Schéma de principe de la transformation des paraffines solides en acides gras :



### But et tâches du travail de Laboratoire

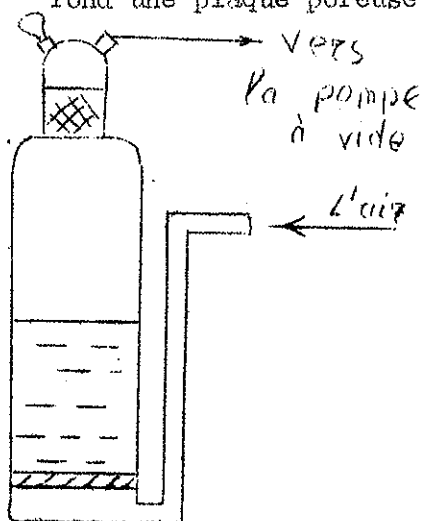
- Connaissance de la réaction de l'oxydation des paraffines.

### Réactifs et Appareillage.

- 1 - Réacteur d'oxydation.
- 2 - Réchaud électrique.
- 3 - Transformateur de laboratoire.
- 4 - Solution  $\text{KMnO}_4$  7 %.
- / 5 - KOH , 0,1 N
- 6 - Phénolphthaleïne.
- 7 - Acéton .

### Mode opératoire

L'oxydation se passe dans un réacteur cylindrique en verre ayant au fond une plaque poreuse pour la distribution de l'air. (Fig. 1 )



On met 50 g de paraffine dans le réacteur d'oxydation. On ajoute 0,5 ml de solution  $\text{KMnO}_4$  7 % , comme catalyseur. On branche la pompe à vide pour faire barboter l'air à travers la couche de paraffine. La température de réaction est  $180^\circ\text{C}$ .

Pendant le travail, on prend trois échantillons pour déterminer l'indice d'acidité. La masse d'échantillon de 1 à 2 g environ.

/ On prend l'échantillon pesé. On le jette ( avec le verre ) dans une fiole conique. On y ajoute 25 ml de mélange alcool-benzène et on fait le titrage par KOH 0,5N.

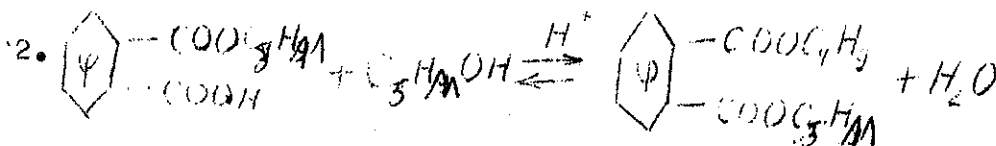
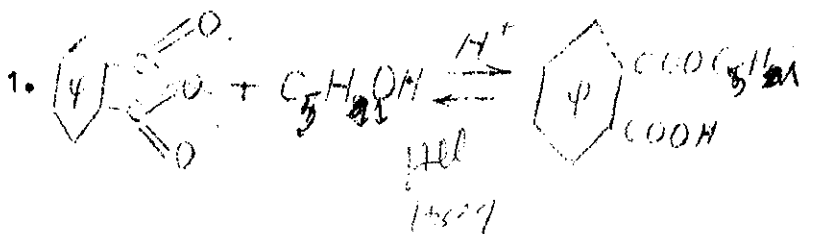
## TRAVAIL DE LABORATOIRE N° 4

### Production des Plastifiants.

On prépare des plastifiants d'après la réaction d'esterification. Cette réaction s'accélère en présence des acides forts. On utilise comme catalyseur les acides sulfurique, chlorhydrique.

En présence des catalyseurs, d'esterification se passe aux températures assez basses, habituellement en phase liquide.

En cas d'utilisation des anhydrides au lieu des acides, d'esterification se fait en deux étapes :



Pour déplacer l'équilibre de gauche à droite, on élimine l'eau de la zone réactionnelle.

### But et tâches du travail de Laboratoire

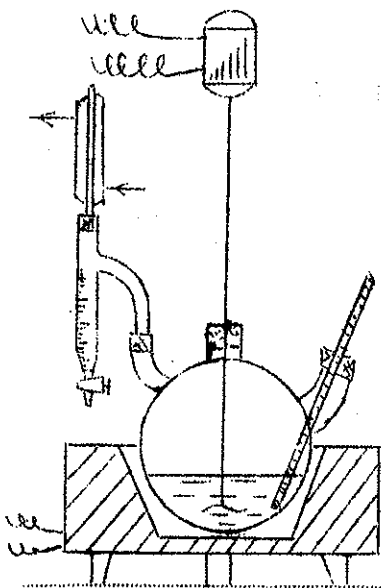
- Connaissance de la réaction d'esterification.

### Réactifs et appareillage.

- 1. Réacteur.
- 2. Anhydride phtalique.
- 3. Iso-amylalcool.
- 4. HCl concentré;
- 5. Mélange alcool-benzène 1 : 3.
- 6. KOH 0,1 N
- 7. KOH 0,5 N
- 8. HCl 0,5 N.

MODE OPERATOIRE

Le réacteur est présenté sur la figure 1.



On met 30 g d'anhydride phtalique dans le ballon à fond rond.

On ajoute 39,5 g d'alcool isoamylique et 1 ml  $H_2SO_4$  concentré.

Le temps de la réaction est 2 heures.

La température  $t = 132^\circ C$ .

1 heure après le commencement de la réaction, on prend un échantillon dont la quantité  $1 \div 2$  g sur les balances analytiques.

On dilue l'échantillon dans la fiole conique par 25 g de mélange alcool-benzène 1 : 3.

On neutralise l'acide libre par 0,1 N KOH avec le phénolphtaleïne comme indicateur.  $\rightarrow$

Ajoutons 25 ml de KOH 0,5 N. On chauffe le contenu de la fiole dans un bain-marie pendant 2 heures. Après avoir chauffé, on le refroidit et on fait le titrage par Hcl 0,5 N.

Parallèlement, on fait l'essai de contrôle.

On calcule le nombre d'ester d'après la formule suivante :

$$N.E. = \frac{28,055 (a - b) k}{g}$$

où a - ml Hcl dans l'essai de contrôle.

b - ml Hcl dans l'essai réel.

g - masse d'échantillon, g

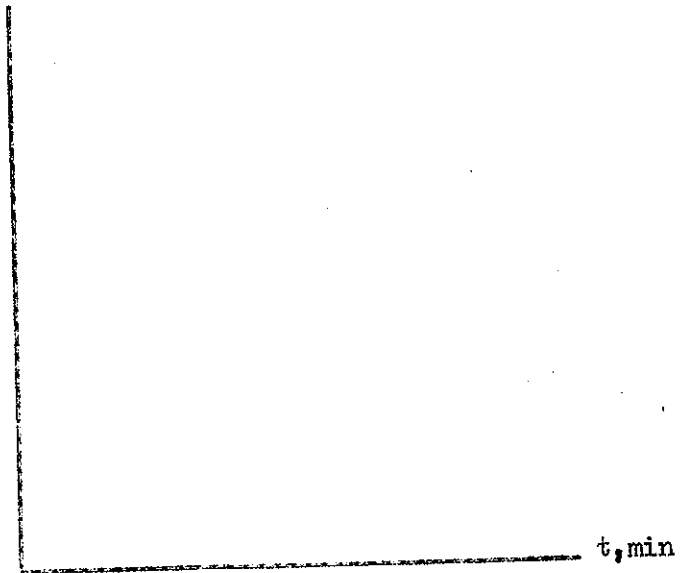
K - correction de titrage.

$$K = 1$$

On fait l'analyse de trois échantillons.

D'après les données de titrage, on dresse la courbe :

N.E.



Fabrication de Résines phénol - formol

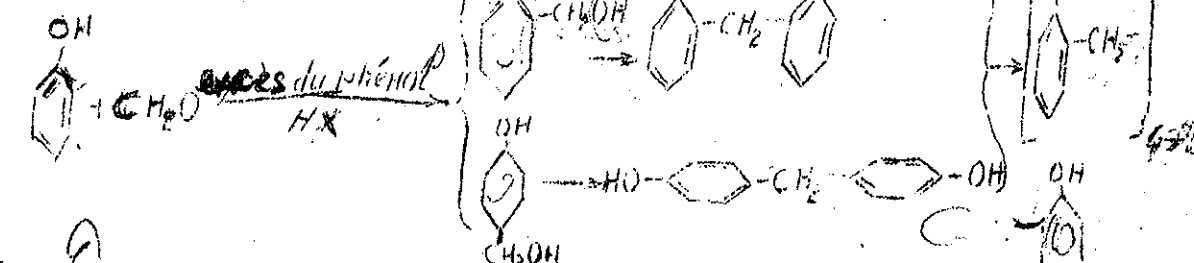
Les résines phénol-formol sont un premier type des résines synthétiques. Elles sont largement utilisées pour la fabrication des matières plastiques stratifiées, des matières thermoisolants, des vernis, des pièces des appareils électrotechniques, de radio, etc...

Les produits de la condensation du phénol et du formol portent un nom général : Les phénoplastes.

La condensation du phénol avec le formol peut aboutir aux résultats très différents selon la manière dont elle est effectuée. La réaction entre le phénol et le formol est catalysée à chaud par des composés acides et alcalins.

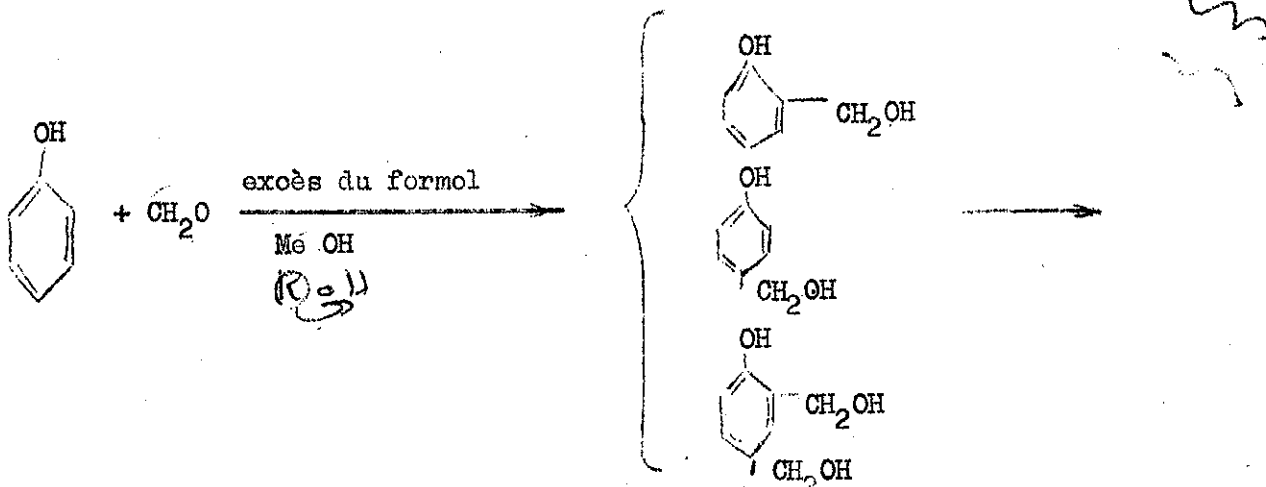
En milieu acide (HCl, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, etc...) on obtient des novolaques; ~~ces~~ ~~ces~~ ~~produits~~ fusibles, solubles et plastiques, même à froid, sortant de chaînes de diphenylométhanes, les proportions moléculaires formol/phénol étant

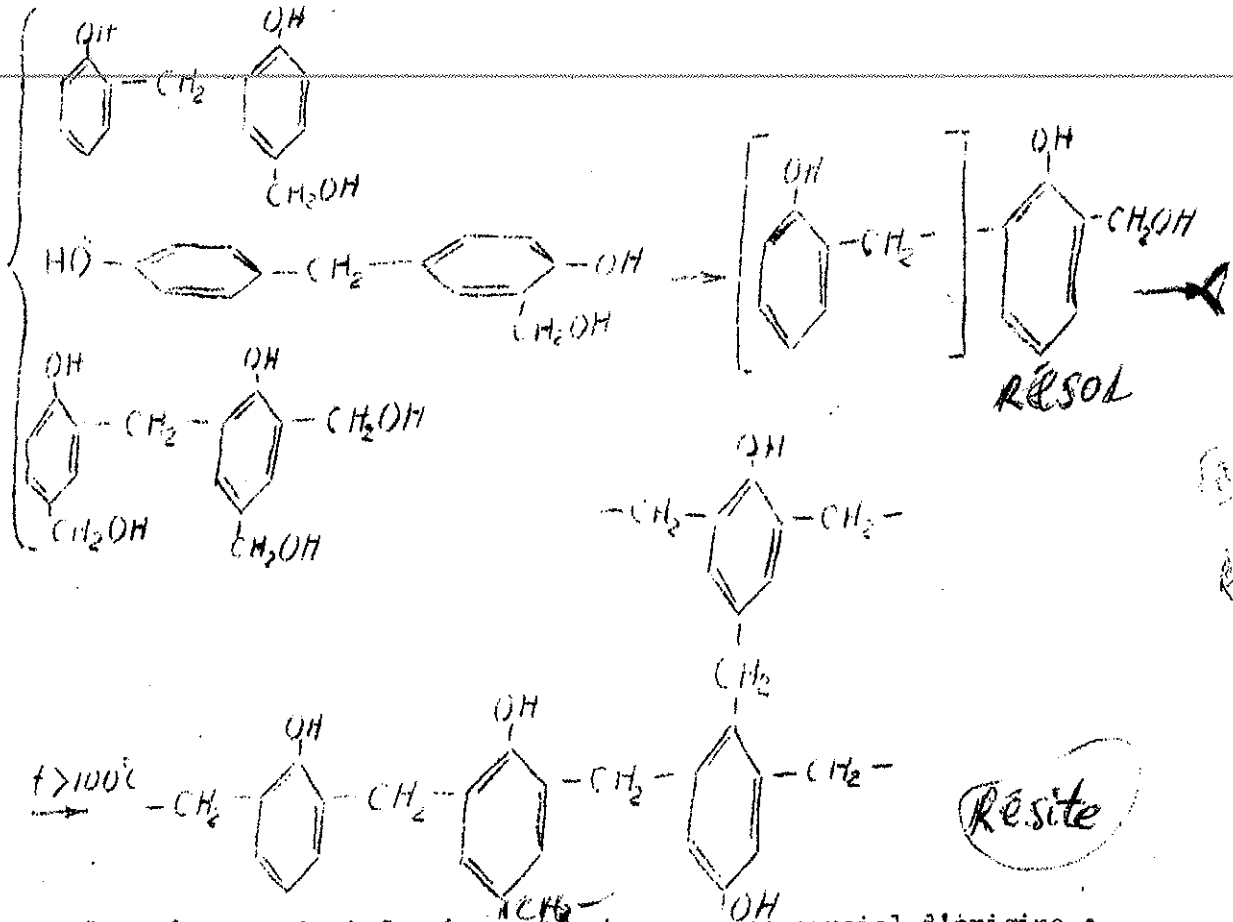
< I



Ces produits sont employés pour la fabrication des vernis.

En milieu basique (NH<sub>3</sub>, etc.), on obtient avec des proportions moléculaires formol/phénol <sup>3 fois</sup> I des résines à taux de condensation variables au fur et à mesure que la température augmente :





Les résines ainsi formées portent un nom commercial d'origine :

Les bakélites.

Les résites ont une structure macromoléculaire en réseau spatial.

Les novolacs ont une masse moléculaire généralement inférieure à 1000.

Traitées par un composé alcalin comme l'héxaméthylènetétramine  $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ , produit en poudre; la réticulation se produit et provoque le durcissement, c'est-à-dire, les novolacs se transforment en résol.

But et Taches du travail de Laboratoire .

- Connaissance de la réaction de polycondensation.
- Préparation des novolacs et des résols.
- Transformation du résol en résite.
- Détermination de la présence du formol dans les produits de décomposition du résite.

*détermination de la présence du formol dans le résite*

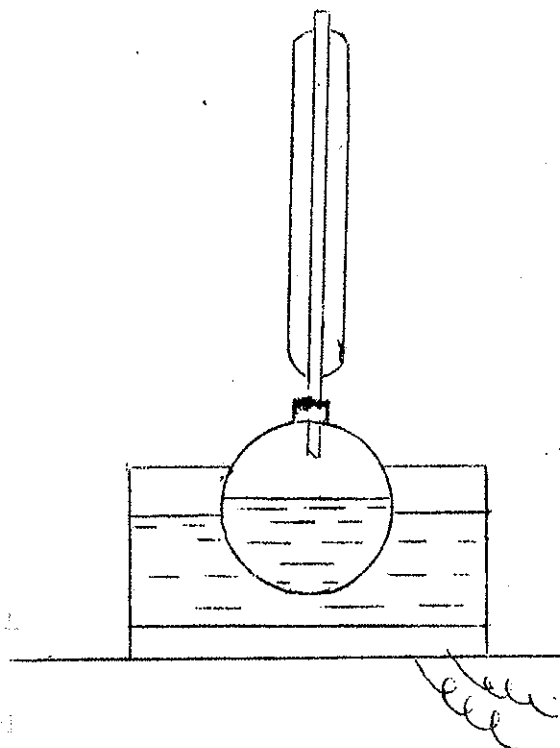
Réactifs et Appareillage.

1. Ballon à fond rond à 150 cm<sup>3</sup>.
2. Réfrigérant à boules.
3. Bain-marie.
4. Cuve en porcelaine.
5. Thermomètre à 250°C.
6. Phénol, 38 g.
7. Formol 40 % solution, 26 g.
8. Acide chlorhydrique concentré, 0,5 g
9. Solution aqueuse de l'ammoniaque à 25 %
10. Acide sulfurique à 50 %
11. Pyrogallol à 1 %

A - Préparation des résines phénol-formol (novolaques) en milieu acide.

Mode opératoire

On met dans un ballon à fond rond (fig. I), 38 g de phénol cristallin, 26 g d'une solution de formol à 40 % 0,5 g d'acide chlorhydrique concentré en quantité de catalyseur. On joint le ballon avec le réfrigérant. On chauffe le ballon avec le contenu dans le bain-marie jusqu'à la température 90°C. Dans 20 - 40 min., la réaction est assez violente. On arrête le chauffage et la réaction se poursuit sans chauffage. Après avoir terminé la période violente de la réaction, on continue à chauffer jusqu'à la séparation du mélange en deux couches : une couche supérieure aqueuse et une couche inférieure dense.





On verse le contenu du ballon dans une cuve en porcelaine. Après avoir refroidi la masse réactionnelle, on jette la couche supérieure aqueuse. On lave la résine à l'eau chaude et on la chauffe en élevant doucement la température vers 200°C.

Le rendement des novolaques est de 105 - 110 % par rapport au phénol.

#### B. Préparation des résines phénol-formol (résol) en milieu basique

Le procédé s'opère en deux stades; on obtient tout d'abord les polymères linéaires et ensuite, on les soumet au durcissement.

On met dans un ballon fond rond 17,5 g de phénol - 17,7 g d'une solution de formol et 1,5 g d'une solution aqueuse de l'ammoniaque à 25 %. On joint le ballon avec le réfrigérant à reflux et on le chauffe dans le bain-marie jusqu'à 90°C.

30-40 min après le mélange devient trouble et se sépare en deux couches : - couche supérieure aqueuse et  
- couche inférieure organique.

On maintient le mélange à 90°C pendant 1 heure et ensuite, on verse le contenu du ballon dans une cuve en porcelaine.

Après avoir refroidi la masse réactionnelle, on jette la couche supérieure aqueuse. La couche organique (le polyméthylolphénylène linéaire). Est lavée à l'eau. On ajoute ensuite 3-5 ml d'alcool et on sèche la couche à 50-60°C dans l'éprouvette reliée à la pompe à jet d'eau.

On maintient la température à l'aide de bain-marie. Le sirop visqueux (résol) se dissout bien à l'alcool et à l'acétone.

Pour transformer le résol en résite, on chauffe le premier dans l'éprouvette à l'aide de bain à la glycérine en augmentant la température progressivement de 60°C à 120°C. Le polymère se transforme à l'état solide. Après le durcissement, une partie de résine est chauffée dans l'éprouvette à 300°C.

On voit qu'elle est infusible, mais elle se décompose.