



MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la patente de introducción que se solicita en España a favor de la casa H. Roemmler, Aktiengesellschaft, domiciliada en Berlin, por : "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION Y PRENSADO DE MASAS PRENSABLES".

El invento se refiere á un procedimiento para la fabricación de masas prensables de productos de condensación de formaldehído-uréa y fibras (con adición ó sin ella de medios de relleno), que consiste esencialmente en que se emplean como
5 aglutinante resinas de mezcla como las que se forman por condensación de uréa con formaldehído en solución fuertemente ácida, con producción simultánea o consecutiva de un producto de condensación formaldehído-tiouréa. El procedimiento conduce á masas prensables, que prensadas convenientemente á elevada
10 presión durante muy poco tiempo se obtienen objetos prensados blancos o translúcidos, resistentes á la luz y que satisfacen, por lo demás, á amplias exigencias, sin que sea necesario enfriar el molde (masas de rápido prensado). Este resultado se obtiene principalmente porque la condensación de la uréa y formaldehído
15 do en enérgica solución ácida con simultánea o consecutiva formación de un producto de condensación formaldehído-tiouréa, ofrece la posibilidad de informar la reacción entre la uréa y formaldehído de tal modo que la condensación se desarrolla de manera completa y da productos altamente polimerizados, originándose también al mismo tiempo productos de condensación de
20 formaldehído-tiouréa altamente polimerizados, de manera que el proceso (químico) de polimerización se ha llevado a cabo muy ampliamente en los grados de preparación, sirviendo el prensado en caliente en esencia solo para dar mecánicamente la forma.
25 Con esto se fomenta y acelera también la terminación de la polimerización durante el proceso del prensado, hasta donde

deba verificarse aun ésta, por la presencia del medio ácido de condensación. Otro resultado del invento es la obtención de mezclas de prensado de esta clase por un procedimiento sencillo, 30 lográndose este fin por la introducción de fibras en la solución ácida de resinas y secando inmediatamente la mezcla hasta que se pueda moler. El polvo, así obtenido, se desecará finalmente hasta obtener aquel pequeño contenido de agua que asegure en la prensa precisamente aun la fluidez de las mezclas que contienen 35 productos de condensación tan altamente polimerizados. Este procedimiento de trabajo no solo conduce á la obtención de materias prensadas de estructura de clase absolutamente igual, sino que, al mismo tiempo, refuerza la tendencia á ejecutar el proceso químico lo más ampliamente posible en los grados de preparación 40 avanzando considerablemente durante el secado la polimerización de las resinas condensadas en la fuerte reacción ácida.

La simplificación máxima del método de trabajo puede lograrse por esta vía haciendo que en las mismas fibras se desarrolle la formación de las resinas de mezcla que se producen 45 en solución ácida, de modo que la mezcla de rápido prensado se produzca en un solo proceso de trabajo.

Un procedimiento adecuado para la fabricación de las resinas de mezcla que, según el invento, sirven de aglutinante, consiste esencialmente en hacer que actúen menos de dos mols (pre- 50 ferible 1 1/2 mols) de formaldehído sobre 1 mol de uréa en una concentración de hidrogeniones más elevada que lo que corresponde á un valor 5 del p_H , con formación simultánea o consecutiva de un producto de condensación de formaldehído-tiouréa.

Se halló que la reacción entre la uréa y el formaldehído 55 se desarrollaba tanto más energicamente cuanto menor es el contenido de formaldehído y cuanto mayor es la concentración de los hidrogeniones de la mezcla de reacción. La reacción se desarrolla con mayor actividad cuando los componentes se encuentran en la proporción de 1 1/2 mols de formaldehído por 1 mol de 60 uréa y se elige una concentración de hidrogeniones mayor que lo que corresponde á un valor 5 del p_H . Pero en tales concentra-



ciones de hidrogeniones y con una proporción semejante de mols de los componentes de la reacción se forman, ya después de una breve cocción, mezclas de reacción que se gelatinizarían en una
65 masa blanca que ya no se puede trabajar más. Ahora bien, sorprendentemente pueden condensarse en resina liquidas la uréa y formaldehído en tal medio ácido (y hasta en concentraciones aun más elevadas de hidrogeniones), al darse una proporción de 1 1/2 mols de formaldehído por 1 mol de uréa, las que unidas a fibras
70 pueden convertirse en polvo excelente para ser prensado, cuando se hace desarrollar al mismo tiempo ó después de la condensación formaldehído-uréa también una condensación de formaldehído tiouréa. Se llega á los mejores resultados cuando el producto de condensación formaldehído-tiouréa se obtiene con adición de
75 las sustancias iniciales en la proporción de 1 1/2 mols de formaldehído por un mol de tiouréa.



Si se trabaja con estas condiciones de procedimiento y se compone la resina de mezcla de 1 mol de tiouréa por cada 1 mol de uréa, entonces se puede llegar por dos vias distintas ó bien
80 á sustancias prensadas opacas o translúcidas.

Una resina blanca o fuertemente enturbiada no conocida hasta ahora, que se puede trabajar para obtener objetos prensados intensamente cubiertos nos da el siguiente método de trabajo: A la solución de resina blanca obtenida por breve cocción
85 de una disolución de uréa y formaldehído en la proporción de 1 1/2 mols de formaldehído por 1 mol de uréa, en una concentración de hidrogeniones mayor que la que corresponde al valor 5 del p_H , se le añade una disolución de tiouréa y formaldehído en la proporción de 1 1/2 mols de formaldehído por 1 mol de tiouréa. Se calienta después la mezcla blanca o fuertemente cubier-
90 ta que no sea ya miscible con agua, pero que quede en disolución en el calor.

Por el contrario, para llegar á un aglutinante que nos dé objetos prensados translúcidos, se procede de modo que la tiouréa y formaldehído se disuelven al calor en la proporción de
95 ~~3 mols de formaldehído por 1 mol de tiouréa~~

3 mols de formaldehído por 1 mol de tiouréa, despues de lo cual se añade, en una concentración de hidrogeniones mayor de lo que corresponde al valor de 5 del p_H , 1 mol de uréa á la mezcla de reacción en cocción. Esta mezcla, que queda sorprendentemente clara como el agua, se hace hervir en el refrigerador de reflujo durante el tiempo necesario para que se haya formado una resina de mezcla clara como el agua, que ya no es miscible más con agua, pero que queda en disolución en calor.

La disolución de resina, bien blanca o clara, fabricada de una o de otra manera, se mezcla después íntimamente con fibras en un mecanismo amasador eficaz, sin cambiar la concentración de hidrogeniones y sin adición de medios aglutinantes de formaldehído.




Una vez que la mezcla se ha hecho de aire seco, se seca, preferentemente á una temperatura 90-100° C, empleando medios auxiliares mecánicos (tambor giratorio, cilindros recalentados ó cosa análoga) o sin emplearlos, en caso dado en el vacío, se muele y finalmente se seca en definitivo hasta que una prueba tomada de la prensa muestre aun la fluidez necesaria para que pueda salir de la prensa, despues de breve tiempo de prensado, libre de burbujas sin refrigerar. Se ha visto que se logra este estado cuando el contenido de agua se ha reducido tanto que una prueba del polvo que se continúe secando á una temperatura aproximada de 100 ° solo experimente una pérdida de peso del 5% aprox.

Para hacer que se desarolle la formación de los productos de condensación resinosos en la fibra misma se empapan las materias fibrosas convenientemente en una disolución debidamente acidulada de un mol de uréa y otro de tiouréa en 3 mols de formaldehído y despues se calienta en una vasija cerrada bajo la acción de un fuerte movimiento hasta que se produzca la resina de mezcla. El resto del procedimiento sigue la marcha antes descrita. Esta forma de ejecución tiene prácticamente una importancia grandísima porque mediante ella se logra fabricar material prensado en la forma técnica más sencilla, evitando la construcción de un aparato propio para la condensación. Al mismo tiempo

se garantiza mejor mezcla é infiltración de los productos re-
sinosos de condensación con la sustancia fibrosa por formarse
estos productos en la misma fibra. Como sustancias fibrosas
pueden ser empleadas celulosas de todas clases, además algodón,
135 seda artificial viscosa, asbesto, etc. La adición de asbesto e-
leva considerablemente la resistencia al calor y la seguridad
de la incandescencia.

Los polvos para el prensado pueden teñirse en cualquier
lugar de la fabricación con colorantes minerales o vegetales,
140 o pueden ser rellenados o cubiertos.

También pueden añadirse á las mezclas pequeñas cantida-
des de sustancias grasas.



Los polvos fabricados según las formas especiales de
ejecución descritas del procedimiento inventado, exigen una
145 duración de presión casi igual como las conocidas mezclas de
rápida presión de formaldehido-fenol. Se logra obtener á una
presión específica de 150-300 kg/cm² y una duración de pren-
sado de aproximadamente un minuto, piezas de 3 mm de espesor en
la prensa caliente, que satisfacen completamente las prescrip-
150 ciones exigidas al material aislante por las B.D.E. Es conve-
niente someter las piezas prensadas á un secamiento ulterior
de 12 á 20 horas, y á ser posible en aire con debil movimiento
ó en un vacío suave, a una temperatura de 80-100° C. La tempera-
tura de presión es aproximadamente de 140 hasta 180 grados C
155 en la superficie de la matriz.

Como no solamente la duración del prensado, sino también
la temperatura del mismo, es semejante a las condiciones de
trabajo en el prensado de las mezclas de rápido prensado for-
maldehido-fenol, se puede prensar juntamente con las mezclas
160 de formaldehido-fenol el material que se acaba de describir.
Este prensado común se ejecutará sobre todo cuando se trate
de obtener efectos de varios colores, mixtos.

Los materiales de prensado así fabricados pueden emple-
arse para todos los fines de la técnica de prensado. No sola-
165 mente sobrepujan en el aspecto á los productos de condensa-

ción de formaldehido-fenol, sino que poseen una resistencia á los álcalis mucho mayor que éstos. Así, por ejemplo, mientras que en un mango de interruptor de material prensado de formaldehido-fenol el valor de megomios de 160.000 desciende á 1.200 cuando se le somete á la acción de los vapores de una disolución amoniacal concentrada durante 24 horas, este valor no se altera después de las 24 horas tratándose de los cuerpos prensados fabricados por el procedimiento antes descrito y solo después de una acción durante 5 dias de los vapores amoniacaes el valor de 160.000 baja á 2.300, dentro de cuyo tiempo el valor ha bajado á 50 megomios tratándose de una masa de formaldehido-fenol. Esta superioridad tiene una grandísima importancia por la aplicación cada vez más extendida del material prensado de aislamiento en electrotécnica con el fin de lograr una protección lo mayor posible contra contacto.

La capacidad aisladora de estas piezas prensadas fabricadas del modo indicado es tan buena que aún después de estar sumergidas durante 24 horas en agua presenta una capacidad aisladora de 175.000 megomios.

185

Ejemplos de ejecución.

1) 60 partes en peso de uréa (un mol) se disuelven en 125 partes de peso de una disolución acuosa de formaldehido, la que contiene 36 por ciento de peso de formaldehido (1 1/2 mols), después de lo cual se añaden 0.3 g de ácido óxálico. Después de un breve calentamiento el contenido del matraz se pone blanco, añadiéndosele á continuación una disolución de 76 partes en peso de tiouréa (1 mol) en 125 partes en peso de una disolución acuosa de formaldehido al 36% (1 1/2 mols). El contenido del matraz que tiende ya a la gelatinización se hace de nuevo liquido por la adición de la solución de formaldehido-tiouréa. Después de esto la mezcla de la reacción se pone en ebullición aproximadamente durante 15 á 30 minutos en el refrigerador de reflujo. Al enfriarse resultaria una resina blanca hidrófoba. La solución caliente, una vez diluida, se mezcla con 130 partes en peso



200 de celulosa y se amasa perfectamente en una mezcladora y amasadora. A continuación se deja reposar la mezcla durante 24 horas á la temperatura ordinaria y después se se seca en un secador de palas á 90-100° C. Pasadas varias horas se muele el producto y se continua secando hasta que haya alcanzado la capacidad de prensabilidad requerida.



El prensado se hace á una temperatura de 140° hasta 180° C. en la superficie de la matriz y á una presión específica de unos 200 kg/cm², no solamente en las formas de relleno, sino también en las de vaciado por presión. Se recomienda el secar las 210 mercancías después de prensadas aun durante 12 á 20 horas en un local á una temperatura de 80 á 100 ° C. con suave movimiento de aire ó en un vacío suave.

Según este ejemplo se pueden fabricar piezas prensadas bien cubiertas, ó con la adición de pequeñas cantidades de colores 215 terrosos blancos (por ej. óxido de cinc), piezas blancas.

2) 76 partes en peso de tiouréa (1 mol) se disuelve en 250 partes en peso de una disolución acuosa de formaldehido que contiene 36% de peso de formaldehido (3 mols). En la disolución en ebullición se echan 1 á 2 g de ácido oxálico, con lo cual la 220 concentración de hidrogeniones queda graduada á un valor 3 del ph, y después se echan 60 partes en peso (1 mol) de uréa. (en lugar de la cantidad de indicada de ácido oxálico se puede emplear la correspondiente cantidad de sulfato de aluminio ó de una otra sustancia que desprenda, en la mezcla de reacción en cuestión, la 225 misma cantidad de hidrogeniones ó una análoga).

Pasado poco tiempo, de la disolución que habia quedado clara como el cristal se forma un producto viscoso, que se mezcla con 136 partes en peso de celulosa. Una vez hecha la mezcla íntima en un aparato amasador se seca la masa primeramente á la temperatura corriente y después á una temperatura de 90-100°C. hasta 230 que el polvo para el prensado muestre la capacidad necesaria de prensabilidad.

El producto así fabricado puede prensarse á una presión específica de unos 200 kg/cm² y á una temperatura

especifica de unos 200 kg/cm² y á una temperatura de presión
235 de unos 140 - 180° C en la superficie de la matriz en piezas
muy translúcidas de todas clases. Es conveniente secar luego los
cuerpos prensados, particularmente para aumentar su resistencia
al calor, en una cámara secadero á una temperatura de 80-100° C
baja la acción de una suave corriente de aire ó en vacío debil
240 Los cuerpos prensados satisfacen por completo las prescrip-
ciones exigidas á los materiales aisladores por las B.D.E. y
alcanzan resistencias á la rotura de 1.000 kg/cm² y aun más.



En lugar de 136 partes en peso de celulosa puede emplearse
la misma cantidad de asbesto en los dos ejemplos de ejecución
245 precedentes. La elaboración se hace de igual manera. Los cuerpos
prensados fabricados de esta manera se caracterizan por una
resistencia aun mayor al calor, ó por la seguridad contra la
incandescencia. Igualmente puede incorporarse á las resinas de
mezcla como materia fibrosa algodón en rama ó, para lograr
250 efectos especiales, seda artificial viscosa ó seda artificial
de cobre.


3) 76 partes en peso de tiouréa (1 mol) se disuelven en 250
partes en peso de una solución acuosa de formaldehído al 36%
(3 mol). A la disolución se le añade de 1 á 2 gramos de ácido
255 oxálico y después 60 partes en peso de uréa (1 mol). Con esta
solución se amasan íntimamente durante media á una hora en una
mezcladora y amasadora cerrada 136 partes en peso de una sus-
tancia fibrosa, calentándose al mismo tiempo, después de lo cual
se sigue trabajando la masa tal como se ha descrito en los
260 ejemplos 1 y 2.

El secamiento de las mezclas de productos de condensación
y sustancias fibrosas puede ejecutarse también de modo que las
mezclas húmedas una vez que salen de la mezcladora y amasadora
pasen directamente á cilindros calentados y se queden en estos
265 hasta alcanzar el necesario grado de sequedad á una temperatu-
ra de 90-100° C. Las planchas así obtenidas se muelen después
y se prensan.

Para obtener efectos múltiples de color pueden elaborarse

juntamente una mezcla de prensado rapido de formaldehido-fenol
270 con polvos obtenidos como se ha descrito en el precedente ejem-
plo. Para este objeto se prensan juntamente trozos macizos de
ambas masas primero en frio, los que después se meten en las
matrices empleadas para el prensado en caliente. De esta manera
se obtienen piezas maravillosamente abigarradas, que presentan
275 el aspecto del mármol y de otras piedras de adorno de todas
clases.

REIVINDICACION .

- 
- 1) Procedimiento para la fabricación de masas prensables de
280 productos de condensación de formaldehido-uréea y fibras con
medios de relleno adicionales ó sin ellos, caracterizado por-
que se usan como aglutinantes resinas de mezcla, como las que
se forman por condensación de uréea con formaldehido en solu-
ción ácida fuerte, con formación simultánea ó consecutiva de
un producto de condensación de formaldehido-tiouréea.
 - 285 2) Procedimiento para la fabricación de mezclas prensables
según el número 1, caracterizado porque se mezclan las fibras
con soluciones de resina de mezcla y después se seca y muele
la masa.
 - 3) Forma de ejecución del procedimiento según el número 2,
290 caracterizado porque se desarrolla la formación de productos
resinosos de condensación en las mismas fibras.
 - 4) Forma de ejecución del procedimiento según los números 1
al 3, caracterizada porque para la fabricación de resinas de
mezcla se hacen actuar menos de 2 mol, convenientemente 1 1/2
295 mol de formaldehido sobre 1 mol de uréea con formación simul-
tanea ó consecutiva de un producto de condensación de formal-
dehido-tiouréea con una concentración de hidrogeniones más ele-
vada que lo que corresponde al valor 5 de un ph.
 - 5) Forma de ejecución del procedimiento según el número 4, ca-
300 racterizado porque á la disolución blanca de resina producida
por breve cocción de una disolución de uréea y formaldehido en
la proporción de 1 1/2 mols de formaldehido por 1 mol de uréea



- en una concentración de hidrogeniones mayor que la correspondiente al valor 5 de un p_h , se añade una disolución de tiouréa y formaldehido en la proporción de 1 1/2 formaldehido por 1 mol de tiouréa y se sigue calentando la mezcla de reacción hasta llegar á la formación de una resina de mezcla blanca ó fuertemente cubierta, no miscible ya más en el agua, pero que permanece en disolución en el calor.
- 305
- 6) Forma de ejecución del procedimiento según el número 4, caracterizado porque se añade 1 mol de uréa á una disolución en ebullición de tiouréa y formaldehido en una proporción de 3 mols de formaldehido por 1 mol de tiouréa en una concentración de hidrogeniones mayor que la que corresponde al valor⁵ de un p_h , y se calienta la mezcla de reacción hasta que se haya formado una resina de mezcla, clara como el agua, que no es miscible con el agua, pero que se mantiene como disolución en el calor.
- 315
- 7) Forma de ejecución del procedimiento según los números 1 al 6, caracterizada porque la mezcla de aglutinantes y fibras secada de antemano a temperaturas de 90-100°, se seca finalmente á una temperatura aproximada de 100° hasta que el contenido de humedad haya disminuido tanto que una prueba tomada, continuando su secamiento á esta temperatura, solo experimenta una
- 325
- 8) Procedimiento para la fabricación de piezas prensadas de material prensable ó de polvos prensables según los números 1 al 7, caracterizado porque se lleva al cabo el prensado en caliente con una presión específica de 150 hasta 300 kg/cm^2 en moldes no refrigerados, después de lo cual son sometidos los objetos prensados convenientemente á un secamiento ulterior bajo corriente de aire ó en el vacío.
- 330
- 9) Forma de ejecución del procedimiento según el número 8, caracterizada porque las masas prensables son prensadas en piezas de moldeo juntamente con mezclas prensables de formaldehido-fenol.
- 335
- 10) Los productos fabricados según los números 1 al 9.



La presente patente debe recaer sobre : "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION Y PENSADO DE MASAS PRENSABLES", tal y como aparece descrito en la presente Memoria.

Consta esta Memoria de once hojas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid, a 23 Abril 1920

H. R o e m m l e r
Aktiengesellschaft.

Juan José Romero
OH
[Signature]