

222507

78



PATENTE DE INVENCION

222507

Monsanto. Ref. C-871b.  
Your Case 22903.

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de obtención de resinas perfeccionadas para la fabricación de objetos laminados".

=====

Solicitantes : MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, residente en 1700 South Second Street, St. Louis, Missouri, EE. UU. de A.

===

Este invento se refiere a resinas para laminación, y, mas especialmente, a resinas para laminación, dotadas de una mayor fluidez y de un reducido porcentaje de volátiles.

5. En la preparación de laminados, especialmente de papel, constituidos por una serie de láminas u hojas, el contenido de productos volátiles o humedad de éstas, antes de la compresión, plantea un serio problema. Los productos volátiles, especialmente agua, y algunas
10. veces disolventes orgánicos, han de eliminarse del lami-



nado final, y si constituyen un porcentaje demasiado elevado del peso del papel impregnado, dan lugar a una adherencia defectuosa, a burbujas, a un brillo reducido, a una elevada absorción de humedad y a otros defectos serios. Sin embargo, si antes de la laminación los productos volátiles se reducen a un nivel en el que estas propiedades alcancen su grado óptimo, las resinas no fluyen uniformemente en el proceso de laminación.

Uno de los mayores adelantos en este campo, ha sido la introducción de resinas de laminación, preparadas partiendo de melamina, aril y aralkil guanaminas, tal como benzoguanamina y fenil acetoguanaminas y formaldehido. Estas resinas tienen una fluidez o fluencia suficiente y un porcentaje de volátiles próximo al óptimo para proporcionar buenos laminados durante la mayor parte del tiempo. Sin embargo, es frecuente la imposibilidad de producir buenos laminados con estas resinas, incluso en condiciones cuidadosamente controladas.

Un objeto de este invento es proporcionar nuevas resinas para laminación.

Otro objeto es proporcionar resinas para laminación, dotadas de una mayor fluidez con el contenido óptimo de productos volátiles

Otro objeto es proporcionar laminados cuyas capas superiores, por lo menos, estén impregnadas y trabadas al resto del laminado, con una resina modificada de melamina-aril o aralkil guanamina-formaldehido.

Estos y otros objetos se consiguen modificando las resinas de melamina-aril o aralkil guanamina-formal-



dehido con de 0,0006 a 0,006 mol de amelina, amelida, ácido cianúrico o mezclas de estos cuerpos, por mol de melamina.

- Los ejemplos siguientes se facilitan como aclaración y no se destinan a limitar el alcance de este invento. Cuando se mencionan partes, son ponderales.
- 45.

EJEMPLO 1.

50. Dispersar 126 partes (una mol) de melamina, 202 partes (unas 2,5 mols) de formalina (37% de formaldehido) y 0,5 parte (0,004 mol aproximadamente) de amelina, en 60 partes de agua, y ajustar el pH de la dispersión a 8,5 aproximadamente, con hidróxido sódico. Calentar la dispersión, con agitación constante, a la temperatura de reflujo y a la presión atmosférica
55. unos 30 minutos. Añadir al medio de reacción 25 partes (1/8 mol) de fenil acetoguanamina y continuar calentando la mezcla de reacción a la temperatura de reflujo y a la presión atmosférica, hasta alcanzar un punto de solubilidad, en agua, del 25%. Enfriar y filtrar.

60. El producto es una solución acuosa de un producto de co-condensación de melamina, amelina, fenil acetoguanamina y formaldehido. El producto de condensación puede recuperarse de la solución por métodos de
65. secado corrientes, tales como el secado por pulverización, en estufa u horno, etc. La resina desecada, puede usarse como polvo de moldeo de fluidez o corriente suave, pero sus propiedades de fluencia son especialmente adecuadas para preparar laminados de papel, madera, tela, etc.

70. Para preparar laminados, las resinas se



disuelven corrientemente en agua o en una mezcla de agua y de un alcohol alifático, tal como metanol, etanol, propanol, isopropanol, los distintos butanoles, etc. El contenido de resina de la solución ha de oscilar entre 75. 40 y 60% en peso.

Un método para preparar laminados, especialmente para fines de ensayo, es como sigue:

EJEMPLO 2.

Impregnar papel de 0,1 mm. de desperdicios de rayon, con una solución al 60% de co-condensación del ejemplo 1, en una solución disolvente agua-etanol (100-20), sumergiendo el papel en la solución y retirándolo lentamente de ella por encima de una lámina o rasqueta o bien a través de rodillos de calibrado, para 80. eliminar el exceso de solución. Cortar el papel 85. impregnado, en húmedo, en una serie de pedazos circulares de 4-3 mm. de diámetro. Dividir los círculos en 5 series de 12 círculos cada una. Secar cada serie, durante 90. un periodo de tiempo distinto, en una estufa de aire en movimiento a 120°C.

Para laminar los círculos y comprobar las propiedades de fluencia o fluidez de la resina, superponer los 12 círculos de cada serie en un montón y 95. pesarlo. Laminarlo luego a una presión de 70 kg/cm<sup>2</sup> durante 3 minutos a 150°C. Retirarlo de la prensa, cortar las barbas, o sea la resina que ha rebosado a la periferia del laminado, y pesar éste después de recortado. La fluidez de la resina se calcula dividiendo el peso de 100. las barbas por el peso total del montón de partida que se comprimió.



La tabla I muestra los resultados obtenidos con el producto de reacción del ejemplo 1, comparado con un producto de reacción de melamina, aril y aralkil guanaminas, y formaldehido sin adición de amelina.

TABLA I

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>A</u>	<u>B</u>
Tiempo de secado Minuto a 120°C	5	5	10	10	15	15	20	20	25	25
Fluidéz %	42	36	30	25	20	14	14	10	8	3,5
Volátiles	6,5	6,6	5,0	5,2	4,6	4,4	3,8	4,0	3,3	3,3

A es el co-condensado de melamina, fenil acetoguanamina, amelina y formaldehido

B es el co-condensado de melamina, fenil acetoguanamina y formaldehido.

Los datos de la Tabla I muestran que la inclusión de amelina en el producto de co-condensación de melamina, aril y aralkil guanaminas y formaldehido, proporciona un producto dotado de una mayor fluidéz, para un porcentaje elevado de volátiles, y que la diferencia de fluidéz se hace mayor al disminuir los productos volátiles.

120. EJEMPLO 3.

Preparar una serie de resinas, como se indica en el ejemplo 1, pero substituyendo la amelina por amelida o ácido cianúrico. Disponer y ensayar los laminados como se indica en el ejemplo 2, Los resultados obtenidos figuran en la Tabla II.



T A B L A II

	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
Volátiles %	3,3	3,3	3,3
Fluidez %	8	10,0	3,5

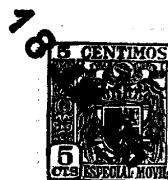
- C - Contiene 0,006 mol de amelida
- 130. D - Contiene 0,002 mol de ácido cianúrico
- E - No contiene aditivo

Las resinas de este invento son productos de co-condensación de formaldehido, melamina, aril y aralkil guanaminas tales como benzoguanamina y fenil acetoguanamina, y amelina, amelida, ácido cianúrico o mezclas de los mismos. Sobre la base de una molde melamina, el formaldehido ha de limitarse 2 y 5 mols; la aril guanamina, entre 0,05 y 0,3 mol y la amelina, amelida, ácido cianúrico o mezclas de los mismos, entre /y 0,0006

240. 0,006 mol, respectivamente.

El formaldehido se usa, muy convenientemente, en forma de formalina que es una solución acuosa de formaldehido al 37%. Pueden usarse el formaldehido puro o sus polímeros, el paraformaldehido y trioximetileno.

- 145. La reacción ha de llevarse a cabo haciendo reaccionar entre sí la melamina, amelina, amelida, ácido cianúrico o mezclas de estos productos y el formaldehido, a un pH de 8 a 10, hasta que se haya realizado la condensación parcial, y añadiendo luego la aril o aralkil guanamina, y haciendo reaccionar hasta el punto final, que es normalmente la solubilidad del 25% en agua, por lo cual se indica el grado de condensación que permite la dilución del medio de reacción hasta el 25% de sólidos,



155. sin precipitar la resina. La temperatura de la reacción es, con preferencia, la de reflujo a la presión atmosférica, pero si se desea pueden usarse temperaturas inferiores hasta en 50°C a la de reflujo.

160. La reacción ha de realizarse en un medio acuoso, empleando agua suficiente para hacer que el medio de reacción sea fluido. Puede emplearse un exceso de agua, y retirarlo al final de la reacción.

165. Para preparar laminados, el jarabe o solución espesa obtenido al final de la reacción puede utilizarse directamente, pero puede añadirse alcohol a fin de mejorar la resistencia en húmedo del papel tratado o reducir la viscosidad de la solución espesa. El contenido de sólidos de los jarabes o soluciones espesas para laminación, debe variar de 40 a 60% en peso.

170. La cantidad de resina usada en laminados de papel, variará según las propiedades deseadas. Para muchos fines es suficiente un depósito de 35 a 70% en peso de resina en y sobre el papel. Al preparar los laminados para los ensayos de fluidez antes descritos, se precisa una captación de resina de 60 a 65%.

175. Las resinas de este invento pueden curarse o vulcanizarse hasta un estado insoluble e infusible, mediante calor a temperaturas comprendidas entre 120 y 160°C. con preferencia sometidas a presión apreciable. Las propiedades físicas y químicas de la resina curada  
180. son equivalentes a las que poseen las resinas de melamina-aril y aralkil guanaminas-formaldehído, no modificadas por amelina, en todos los aspectos, excepto en la fluidez altamente aumentada.



- A causa del color claro de estas resinas, tienen
185. un valor especial para usarse al preparar laminados decorativos en los que una hoja superficial decorativa se lamina a un núcleo macizo o laminado. Con gran frecuencia, el núcleo está constituido por un laminado formado por una serie de hojas <sup>de</sup> papel unidas por una
190. resina termoestable, tal como por ejemplo una resina fenólica o alkídica en algunos casos, el núcleo es un bloque macizo de madera y en otros está constituido por el llamado "hardboard" compuesto de desperdicios de madera trabados con una resina termoestable, a
195. presión elevada. La hoja decorativa puede ser de papel o de distintos materiales tejidos, tales como algodón, fibra de vidrio, nylon, resina vinílica,

Por ejemplo, un laminado decorativo puede prepararse como sigue:

200. Impregnar ocho hojas de papel kraft con un barniz fenólico normal para laminación. Impregnar una hoja de papel kraft blanqueado, con un dibujo en ella, con el jarabe o solución espesa del ejemplo 1. Impregnar una segunda hoja de papel kraft blanqueado sin dibujo,
205. con la solución espesa del ejemplo 1. Secar las hojas impregnadas para eliminar el exceso de productos volátiles, Superponer entre si las ocho hojas, para formar un conjunto inicial. Colocar sobre éste la hoja con el dibujo, y la hoja sin dibujo encima de todas
210. las demás. Laminar el conjunto a la presión de  $70 \text{ kg/cm}^2$  a  $150^\circ\text{C}$ . durante 30 minutos. El producto es un laminado de buen aspecto, cuya capa superior permite ver el dibujo decorativo sin manchar por el color de la resina de



laminación y que tiene un brillo muy elevado y una  
215. gran resistencia al roce.

En los laminados decorativos de este tipo  
la capa superior es suficientemente delgada para tener una  
gran transparencia despues de la laminación, y sirve  
especialmente como ulterior protección para la superficie  
220. que contiene el dibujo.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del  
invento, así como la manera de realizarlo en la prác-  
tica, debe hacerse constar que las disposiciones  
225. anteriormente indicadas son susceptibles de modifica-  
ciones de detalleen cuanto no alteren su principio  
fundamental. También se hace constar que el invento  
corresponde a una Patente presentada en Norteamérica  
con fecha 6 de julio de 1954, nº 441,674 acogiendose  
230. por tanto a los beneficios que conceden los Convenios  
Internacionales en vigor, siendo lo que constituye  
la esencia del referido invento y por lo que se soli-  
cita Patente de Invención por 20 años en España: "Proce-  
de obtención  
dimiento/de resinas perfeccionadas para la fabricación  
235. de objetos laminados"; caracterizándose por lo  
siguiente:

1º.- Procedimiento de obtención de resinas  
perfeccionadas para la fabricación de objetos lami-  
nados, caracterizado porque se utiliza un producto  
240. de co-condensación de una mol de melamina, de  
2 a 5 mols de formaldehido, de 0,05 a 0,3 molde un  
compuesto elegido del grupo formado por aril y aralkil  
guanamina y de 0,0006 a 0,006 mol de un material



escogido del grupo constituido por amelina, amelida  
245. ácido cianúrico, y mezclas de estos cuerpos.

2º.- Procedimiento según reivindicación 1ª,  
caracterizado porque comprende el hacer reaccionar una  
mol de melamina con 2 a 5 mols de formaldehido y de  
0,001 a 0,006 mol de un material elegido del grupo  
250. constituido por amelina, amelida, ácido cianúrico y

mezclas de estos cuerpos, a un pH de 8 a 10 y a una  
temperatura que varía desde la de reflujo a la de  
50°C por debajo de ésta, a la presión atmosférica, el  
añadir al producto de reacción de 0,05 a 0,3 mol de  
255. un compuesto escogido del grupo constituido por aril  
y aralkil guanaminas y el continuar la reacción entre la  
temperatura de reflujo y la de 50°C por debajo de ésta,  
a la presión atmosférica.

3º.- Procedimiento de obtención de resinas  
260. perfeccionadas para la fabricación de objetos laminados,  
caracterizado porque comprende una serie de láminas u  
hojas impregnadas y trabadas con un producto de co-conden-  
sación de una mol de melamina, de 2 a 5 mols de for-  
maldehido, de 0,05 a 0,3 mol de un compuesto elegido  
265. del grupo constituido por aril y aralkil guanaminas,  
y de 0,0006 a 0,006 mol de un material escogido del  
grupo constituido por amelina, amelida, ácido cianúrico  
y mezclas de estos productos; el producto de co-condensa-  
ción se ha curado o vulcanizado a un estado insoluble  
270. e infusible, sometido a calor y a presión, durante el  
procedimiento de preparación del laminado.

4º.- Procedimiento de obtención de resinas  
perfeccionadas para la fabricación de objetos laminados,



caracterizado porque comprende una serie de láminas  
275. u hojas, y las capas superiores del cual, por lo menos  
están impregnadas y trabadas con un producto de  
co-condensación de una mol de melamina, de 2 a 5 mols de  
formaldehído y de 0,0006 a 0,006 mol de un material  
elegido del grupo constituido por amelina, amelida,  
280. ácido cianúrico y mezclas de estos cuerpos; el producto  
de co-condensación se ha curado o vulcanizado "in situ"  
en el laminado hasta un estado insoluble e infusible,  
sometido a calor y a presión.

5º.- Procedimiento de obtención de resinas  
285. perfeccionadas para la fabricación de objetos laminados;  
tal y como queda substancialmente descrito en la  
presente memoria que consta de once hojas escritas a  
máquina por una sola cara.

Madrid,

18 JUN. 1955

MONSANTO CHEMICAL COMPANY.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
P.P.