



293695

# MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "PROCEDIMIENTO DE  
OBTENCION DE UNA RESINA CON CONTENIDO DE TRIACINA".

a favor de

SÜDDEUTSCHE KALKSTICKSTOFF-WERKE AG.

domiciliado en Trostberg/Obb., Alemania.

PRIORIDAD : de la solicitud de patente alemana nº  
S 82.985 IVc/22h del 20 de diciembre  
de 1962.

INVENTORES: Franz Kaess, Horst Michaud, y Josef -  
Seeholzer, todos de nacionalidad ale-  
mana.



293695

5 La técnica del afinado de la superficie de papeles duros, placas de fibras duras, placas de virutas y similares, con ayuda de papeles nobles de pasta de celulosa impregnados en resina de melamina, coloreados e impresos en el propio material, ha sido mejorada constantemente en el último tiempo. Los métodos de trabajo han sido mejorados y diferenciados cada vez más. Esto, y la aspiración de aumentar la producción sin necesidad de grandes desembolsos a efectos de satisfacer la demanda, constantemente en aumento, han tenido como consecuencia, - que cada vez sean mayores las exigencias puestas a las resinas utilizadas.

10

Así, por ejemplo, se pide que la resina se endurezca lo antes posible y a temperaturas no demasiado elevadas, con el fin de aumentar el rendimiento de las prensas. Por otra parte es necesario, por ejemplo, que el afinado de las placas hechas de virutas, pueda realizarse a la presión más baja posible, no debiendo esta presión ser superior a la presión aplicada para la fabricación de las placas en sí.

15

Ello significa, que las resinas deben poseer propiedades de plasticidad tan favorables, que pueda conseguirse con ellas una superficie totalmente compacta. Por otra parte, en cambio, no debe la plasticidad de la resina ser tan grande, que durante el prensado penetre resina en la placa de virutas, produciéndose una superficie que no sea suficientemente resistente, como consecuencia de falta de resina.

20

Otro problema estriba en que los papeles impregnados que, por ejemplo, hayan de ser tratados ulteriormente en zonas tropicales, deben, por una parte, endurecerse con la suficiente rapidez, mientras que, por otra parte, no deben durante el transporte perder prematuramente su plasticidad como consecuencia de temperaturas elevadas.

25

En diversos casos ofrece dificultades la impregnación y el prensado de dibujos especiales, sobre todo cuando se trata de papeles muy pigmentados, en los que la resina se distribuye malamente, produciendo

30



293695

se defectos en la superficie.

5 Se ha descubierto ahora que pueden conseguirse mejoras sustan-  
ciales en los problemas citados y en otros, si el afinado o la decora-  
ción de las superficies, eventualmente también de masas prensadas, se  
realiza con ayuda de una resina mixta, consistente en una mezcla de --  
una resina de melamina y 1 - 30% en peso, con relación a la resina de  
melamina, de una resina de formaldehído y otra de 2,4-diamino-triacina,  
que posea 0 - 4 átomos de carbono en la cadena lateral.

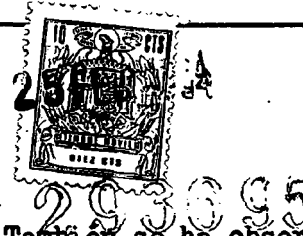
10 Convenientemente se prepara esta resina mixta, agregando a --  
una resina de melamina, obtenida de la manera en sí conocida, 1 - 30%  
en peso de una resina de diaminotriacina, obtenida a partir de diamino-  
triacina y formaldehído en la proporción molar de 1 : 1,5 a 5, y a un  
pH de 3,0 - 7,0.

15 Ahora bien, se puede proceder también de modo que primeramente  
se condense previamente la resina de diaminotriacina - tal como ha si-  
do descrito anteriormente o en presencia de todo el formaldehído - pa-  
ra a continuación incorporar melamina en el mismo recipiente, eventual-  
mente después de agregar formaldehído, ajustándose un pH de 7,5 - 10 y  
terminando de condensar de la manera conocida.

20 Si la condensación de la resina de diaminotriacina se lleva a  
cabo con poco formaldehído, entonces es aconsejable que, después de --  
terminada la condensación, se agreguen 0,5 - 3 moles de formaldehído,-  
con relación a la diaminotriacina.

25 La cadena lateral en la diaminotriacina puede ser, por ejem-  
plo: H - formoguanamina, CH<sub>3</sub> - acetoguanamina, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> - propioguanamina,  
C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> - butiro o isobutiroguanamina, etc.

30 Aparte de ésto, las resinas están dotadas de buena elasticidad,  
que se pone de manifiesto en una mayor facilidad de estampación y una  
menor tendencia a la formación de grietas cuando se exponen a un calor  
seco. Asimismo resulta posible fabricar, con ayuda de estas resinas,-



un material en placas, ulteriormente deformable. También se ha observado, que la penetración de resina fenólica que en ocasiones se produce (amarillamiento o formación de copos sobre la superficie), resulta totalmente imposible utilizando la resina de acuerdo con el invento. -  
5 Mención especial merece la insensibilidad de la resina, incluso cuando en la impregnación y el prensado se produzcan oscilaciones importantes en cuanto a las condiciones de trabajo.

Ensayo A

Obtención de una resina de formoguanamina:

10 154 ml de formalina al 37% en peso, se vierten en un reactor equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo y, sin previa neutralización, se calientan a 70°C. Seguidamente se agregan 55,5 g. de formoguanamina y se calienta a 90°C. El valor pH queda así en -  
15 5,5. Al cabo de 45 minutos se enfría, y la resina se sigue tratando - del modo descrito en el Ejemplo 1°. El valor pH es de 6,0.

Ensayo B

Obtención de una resina de acetoguanamina:

20 309 ml de formalina al 37% (4,2 moles) se vierten en un reactor equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo y, sin previa neutralización, se calientan a 70°C. Seguidamente se agregan -  
25 125 g. (1 mol) de acetoguanamina, y se calienta a 90°C. El valor pH - es entonces de 5,8. Al cabo de 45 minutos se enfría, y la resina se - sigue tratando de la manera descrita en el Ejemplo 1°. El valor pH de la resina es de 6,2 a 20°C.

Ensayo C

Obtención de una resina de butiroguanamina:

30 125 ml de formalina al 37% en peso se vierten en un reactor - equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo y, sin previa neutralización, se calienta a 70°C. Seguidamente se agregan 61,2 g. de butiroguanamina, y se calienta a 90°C. El valor pH es entonces



104  
93895

de 5,8. Al cabo de 45 minutos se enfría, y la resina se sigue tratando de la manera descrita en el Ejemplo 1º. El valor pH de la resina es de 6,3 (20°C).

Ensayo D

5 Obtención de una resina de melamina con la proporción molar -  
1 : 2,7 (melamina : formaldehído):

1400 ml de formalina al 30% en peso, se vierten en un reactor  
equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo, ajustándose  
se el valor pH a 8,3 con ayuda de lejía de sosa. Se calienta entonces  
10 y, a 70°C, se agregan 700 g. de melamina. Se sigue calentando hasta 90  
grados centígrados, manteniéndose esta temperatura durante 120 minutos,  
mientras se cuida de que el valor pH no descienda hasta menos de 8,2.  
Eventualmente se agrega, de tiempo en tiempo, algo de lejía de sosa, a  
saber, en una cantidad tal, que el valor pH se mantenga entre 8,2 y -  
15 8,4. Una vez terminada la condensación, la solución de resina muestra  
un enturbiamiento al ser mezclada a 20°C con agua en la proporción de  
1 volumen de solución por 1 volumen de agua. La solución de resina se  
ajusta a un valor pH de 9,5 a 70°C, y después se enfría.

Ensayo E

20 Obtención de una resina modificada, en una fase de trabajo:

555 ml de formalina al 30% en peso, se vierten en un reactor  
equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo, y, sin pre  
via neutralización, se calientan a 70°C. Seguidamente se agregan 28,4  
g. de formoguanamina, con lo que se establece un valor pH de 4,5, que  
25 lentamente va ascendiendo algo. Se condensa durante 30 minutos a 70°C  
y después se ajusta el valor pH a 8,2. A continuación se agregan 256  
g. de melamina y se sigue condensando a 90°C, mientras se mantiene el  
mismo valor pH, hasta que 1 parte de la solución de resina, mezclada -  
con 1 parte de agua, proporcione precisamente un enturbiamiento a 20°C.  
30 La solución de resina se ajusta a un valor pH de 9,5 a 70°C, y segui-



293695

damente se deja enfriar.

Ensayo F

Se repite el ensayo E, pero con la diferencia de condensarse previamente la formoguanamina durante 60 minutos a un valor pH de 6,3.

Ensayo G

Obtención de una resina de melamina con una proporción molar de 1 : 2,0 (melamina : formaldehído).

573 ml de formalina al 30% en peso, se vierten en un reactor equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo, ajustándose el valor pH a 8,3 con ayuda de lejía de sosa. Se agregan entonces 400 g. de melamina y la mezcla se calienta en el curso de aproximadamente 25 minutos y agitando, hasta 95°C. Después de disuelta la melamina, se ajusta el valor pH a 9,4. A 95°C y manteniendo un valor pH de 9,2 - 9,4 (medido a 20°C), se condensa ahora hasta que 1 volumen de la solución de resina, mezclado con 1 volumen de agua, muestre precisamente un enturbiamiento a 20°C. Tal es el caso, generalmente, al cabo de 150 minutos después de comenzar a calentar. Después de enfriar hasta 20°C, se ajusta un valor pH de 9,5.

Ensayo H

En un reactor equipado con agitador, termómetro y refrigerador a reflujo, se vierten 518 partes volúmetricas de formalina al 30%, y se ajusta el valor pH a 8,4, con ayuda de lejía de sosa. A esta solución se le agregan 57 partes en peso de sorbita, así como 400 partes en peso de melamina, y se calienta a 95°C. Se condensa entonces a esta temperatura, manteniéndose el valor pH a 9,5, hasta que una gota de la solución de resina vertida en un exceso de agua a 20°C, genere precisamente un enturbiamiento. Seguidamente se agregan 160 partes en peso de una solución de resina obtenida de acuerdo con el ensayo B y se sigue condensando al valor pH ajustado, hasta que la resina, al ser mezclada con agua de 20°C en la proporción de 1 volumen de resina por



293695

1 volúmen de agua, proporcione precisamente un enturbiamiento.

Ensayo I

5 En 700 partes en volúmen de formalina al 30%, se ajusta un valor pH de 8,3, con ayuda de lejía de sosa. Seguidamente se calienta y, a 70°C, se agregan 350 partes en peso de melamina. Se sigue calentando hasta 90°C y se mantiene el valor pH, durante la condensación siguiente, entre 8,2 y 8,4. Cuando una gota de la solución de resina, -  
10 vertida en un exceso de agua a 20°C, genera precisamente un enturbiamiento, se agregan 30 partes en peso de  $\alpha$ -metilglucósido y se sigue condensando, hasta que la resina al ser mezclada con agua en la proporción de 1 volúmen de resina por 1 volúmen de agua de 20°C, genera precisamente un enturbiamiento.

Ensayo K

15 Se vierten en el reactor 700 partes volumétricas de formalina al 30% y 30 partes en peso de flicerina, ajustándose el valor pH a 8,3 con ayuda de lejía de sosa. Seguidamente se agregan 350 partes en peso de melamina, y se calienta a 90°C. A esta temperatura y a un valor pH de entre 8,2 y 8,4, se condensa hasta que un volúmen de la solución de resina, mezclado con un volúmen de agua de 20°C, genere precisamente un enturbiamiento.

Ejemplo 1º

20 Papeles decorativos y papeles de cubrir (Overlay), se impregnan con las soluciones de resina siguientes:

- 25 a) Una solución acuosa de una resina de melamina sin modificar, de las corrientes en el mercado;
- b) Una solución acuosa de una resina de melamina no modificada con resina de diaminotriacina, de las corrientes en el mercado;
- c) Una solución de resina obtenida de acuerdo con el ensayo D;
- 30 d) Una mezcla compuesta por la solución a) y 3% de una resina obtenida según el ensayo A;



e) Una mezcla compuesta por la solución a) y 3% de una resina obtenida según el ensayo B;

f) Una mezcla compuesta por la solución a) y 10% de una resina obtenida según el ensayo C;

g) Una solución de resina obtenida según el ensayo F;

A partir de 6 capas de papel Kraft impregnado con resina fenólica, se fabrican ahora materias recubiertas con una capa decorativa, empleando para ello los papeles decorativos y de cubrir impregnados y secados en las mismas condiciones, para lo cual se prensan durante 15, 20 y 25 minutos a una presión específica de 80 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de 135°C, dejándose seguidamente enfriar bajo presión. Las placas obtenidas se ensayan, después de una aclimatación de 24 horas, a 20°C y a una humedad relativa del aire de 65%, comprobándose su resistencia a los ácidos, para lo cual se deja caer sobre ellas una gota de ácido clorhídrico al 3% y determinándose el tiempo al cabo del cual se puede observar todavía una destrucción de la superficie a una distancia de aproximadamente 25 cm. y bajo un ángulo visual de aproximadamente 45°, con una iluminación de una lámpara de vidrio opalino de 100 wattios. Se obtuvieron de este modo los resultados siguientes:

Tipo de resina	15° de endurecimiento.	20° de endurecimiento.	25° de endurecimiento.
a)	2 - 3'	5'	15'
b)	5'	5'	30'
c)	3'	5'	-
d)	40'	60'	-
e)	35'	35'	35'
f)	35'	35'	-
g)	20'	20'	30'

Con ayuda de un aparato para medir el brillo (sistema Lange), que determina la luz reflejada bajo un ángulo de incidencia de 45°, se obtienen los valores de brillo siguientes:



3695

Tipo de resina	15° de endurecimiento.	20° de endurecimiento.	25° de endurecimiento.
a)	124,3	124,3	126,6
b)	126,0	128,3	125,6
c)	126,0	128,0	-
d)	133,0	130,0	-
e)	129,6	135,0	131,0
f)	131,0	130,0	-
g)	135,3	135,0	131,0

Ejemplo 2º

Papeles decorativos y de cubrir (Overlay) se impregnan con - las soluciones de resinas siguientes:

a) Una solución acuosa de una resina de melamina sin modificar, de las corrientes en el mercado;

h) Una mezcla de la solución a) con 10% de una resina de acuerdo con el ensayo A;

i) Una mezcla de la solución a) con 10% de una resina de acuerdo con el ensayo B;

k) Una mezcla de la solución a) con 10% de una resina de acuerdo con el ensayo C.

Después de impregnados y secados, se meten los papeles en una bolsa de polietileno y se dejan reposar durante 7 ó 14 días a 40°C. A continuación se fabrica un material recubierto a partir de estos papeles, de la manera descrita en el Ejemplo 1º.

El ensayo de medición del brillo da los valores siguientes:

<u>Tipo de resina</u>	<u>7 días de reposo</u>	<u>14 días de reposo</u>
a)	118,0	superficie porosa
h)	126,6	124,3
i)	125,3	123,0
k)	121,0	121,0



Ejemplo 3º

Papeles decorativos y de cubrir (Overlay) se impregnan con -

las soluciones de resinas siguientes:

l) Una solución de resina obtenida según el ensayo D;

m) Una solución de resina obtenida según el ensayo E.

A partir de estos papeles se fabrican materiales recubiertos, de la manera descrita en el Ejemplo 1º, mediante prensado durante un tiempo de 20 minutos y a una temperatura de 135°C. Después de una aclimatación a 20°C y una humedad relativa del aire de 65% se deforman las muestras sobre un tubo de 3 cm., caldeado a 180°C, de modo que la capa decorativa venga a caer hacia afuera.

Después de la deformación se observa, que en el lugar en que ha sido doblada la muestra l), ha desaparecido casi el brillo, mientras que en la muestra m) únicamente se puede reconocer una insignificante disminución del brillo.

Ejemplo 4º

Un papel decorativo impreso se impregna con las soluciones de resina siguientes, cuyo valor pH se ha ajustado uniformemente a 8,8 (20°C), de modo que la capa de resina sea de 120%:

n) Una solución de resina de acuerdo con el ensayo G;

o) Una solución de resina de acuerdo con el ensayo G, con 5% de una solución de resina según el ensayo B.

Con este papel decorativo se recubren placas de virutas, intercalando entre la capa decorativa y la placa de virutas un papel Balance de 160 gramos, impregnado con resina fenólica, y prensando durante 13 minutos a 140°C y bajo una presión de 18 kg/cm<sup>2</sup>. Seguidamente se deja enfriar bajo presión.

La calidad de la superficie se dictamina por el ensayo del lápiz (la superficie decorativa se emborriona primero fuertemente con un lápiz semiblando y después se limpia frotándola con un trapo de li



no):

n) fuerte coloreado por el grafito después de frotada, debido a puntos porosos y mates en la superficie;

o) ninguna coloración por el grafito después de frotada, debido a que la superficie es compacta y brillante.

Ejemplo 5º

Papeles decorativos se impregnan con las soluciones de resinas siguientes, cuyo valor pH se ajusta uniformemente a 9,0, de modo que la capa de resina sea de 120%:

p) Una solución de resina según el ensayo G;

q) Una capa de resina según el ensayo H.

Con estos papeles decorativos se recubren placas de virutas, de modo que entre la capa decorativa y la placa de virutas se intercala un papel Balance de 160 gramos, impregnado con resina fenólica, y prensado durante 13 minutos a 140°C y bajo una presión de 18 kg/cm<sup>2</sup>. Seguidamente se deja enfriar bajo presión.

Para el ensayo de resistencia al agrietamiento, se depositan durante 15 horas trozos de estas placas de virutas recubiertas, de un tamaño de 12 x 12 cm., en un armario secador con circulación de aire, caldeado a 70°C. Después de sacadas y enfriadas las muestras, se examinan en cuanto a la formación de grietas:

p) formación de pequeñas grietas;

q) no hay ninguna formación de grietas.

Ejemplo 6º

Papeles decorativos blancos, sin imprimir (materia de carga: TiO<sub>2</sub>) y papeles Barriere (cargados asimismo con TiO<sub>2</sub>) se impregnan con las soluciones de resinas siguientes, cuyo pH se ha ajustado uniformemente a 9,1, de modo que la capa de resina sea de 105% en el primer caso, y de 100% en el caso segundo:

r) Una solución de resina según el ensayo G;

s) Una solución de resina según el ensayo G + 10% de una so-



lución de resina según el ensayo B.

Los papeles impregnados se dejan secar durante 15 minutos a 120°C. De la manera normal, se confeccionan materiales recubiertos con ellos. Estos materiales se estructuran de tal modo, que sobre varios papeles kraft a la sosa, impregnados con resina fenólica, se coloca primeramente un papel Barriere resinoso y después un papel decorativo. Se prensa durante 20 minutos bajo una presión específica de 100 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de 140°C. Seguidamente se deja enfriar bajo presión.

Aspecto de las superficies:

r) manchas amarillas, provocadas por resina fenólica que ha atravesado el núcleo;

s) irreprochable, uniformemente blanca.

Ejemplo 7º

Con la solución de resina H se impregnan papeles decorativos, de modo que se consiga una capa de resina de 115 - 120% del peso del papel.

Con este papel se recubren placas de fibras duras, intercalando entre la capa decorativa y la placa de fibras duras un papel Balance de 140 gramos, impregnado en resina fenólica, y prensando durante 13 minutos bajo una presión de 45 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de 145°C. De este modo se obtiene una capa superficial especialmente elástica.

Ejemplo 8º

Papeles decorativos y de cubrir (Overlay) se impregnan con las soluciones de resinas siguientes, cuyo valor pH se ha ajustado uniformemente a 9,5 (20°C):

t) Una solución de resina obtenida según el ensayo D;

u) Una mezcla de una resina según el ensayo I y 5% de una resina según el ensayo B.

La capa de resina es de 100% en los papeles decorativos, y de



293695

250% en los papeles Overlay. Los papeles impregnados se dejan secar durante 10 minutos a 120°C. A continuación se forma un cuerpo de capas, en el que debajo de la capa de papel Overlay y de la capa decorativa, se encuentran varias capas de papel kraft a la sosa impregnado con resina fenólica, apropiado para un material que haya de ser deformado ulteriormente. Estos cuerpos de capas se prensan durante 20 minutos bajo una presión de 80 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de 135°C. Seguidamente se dejan enfriar bajo presión. Después de una aclimatación a 20°C y una humedad relativa del aire de 65%, se confeccionan muestras de acuerdo con la norma NEMA LP 2-2.11, que, una vez calentadas en el centro a 140°C bajo la acción de un radiador infrarrojo, se deforman de la manera prescrita. Después de la deformación se observa que en lugar de doblez de la muestra

t) se han formado varias grietas pasantes, mientras que en la muestra

u) no se aprecia deterioro alguno.

Ejemplo 9º

Papeles decorativos y Overlay se impregnan con las soluciones de resinas siguientes, cuyo valor pH se ha ajustado uniformemente a 9,5:

v) Una solución de resina obtenida según el ensayo D;

w) Una mezcla de una resina según el ensayo K, con 5% de una resina según el ensayo B.

La capa de resina en los papeles decorativos es de 100%, mientras que en los papeles Overlay es de 250%. Los papeles impregnados se dejan secar durante 10 minutos a 120°C. Con estos papeles se recubre un cuerpo de capas normal, constituido por papel Overlay, papel decorativo y varios papeles kraft a la sosa, impregnados con resina fenólica. Los cuerpos de capas se prensan durante 10 minutos bajo una presión de 80 kg/cm<sup>2</sup> y a una temperatura de 150°C. Seguidamente



25 93695

se dejan enfriar bajo presión. En varios trozos de muestra de estas -  
placas se estampan agujeros circulares con un dispositivo estampador.

En la muestra

5 v) se comprueban, después del proceso de estampado, diversas  
grietas pequeñas que parten de los agujeros; en cambio en la muestra

w) no se observa ningún deterioro.

Los dos componentes de la mezcla pueden consistir también en  
varias resinas distintas, por ejemplo, en varias resinas de melamina,  
y varias resinas de formaldehído y una 2,4-diaminotriacina.

10 En resumen: La Patente de Invención que se solicita, deberá  
recaer sobre las siguientes

- REIVINDICACIONES -

15 1. Procedimiento de obtención de una resina con contenido -  
de triacina, destinada al afinado de superficies, que consiste en com-  
binar una mezcla de una resina de melamina y 1 a 30% en peso, con rela-  
ción a la resina de melamina, de una resina de formaldehído condensada  
a un pH de 3,0 a 6,3 con una resina de 2,4-diamino-triacina que posee  
0 a 4 átomos de carbono en la cadena lateral.

20 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, consis-  
tente en combinar una mezcla de una resina de melamina modificada con -  
polialcohol, y 1 a 30% en peso, con relación a la resina de melamina,  
de una resina de formaldehído condensada a un pH de 3,0 a 6,3, con una  
resina de 2,4-diamino-triacina, que posee 0 a 4 átomos de carbono en -  
la cadena lateral.

25 3. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de  
recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO DE OB-  
TENCION DE UNA RESINA CON CONTENIDO DE TRIACINA".

30 Todo tal y como se describe en la presente Memoria que consta  
de catorce páginas escritas a máquina.

Madrid, 20 Noviembre, 1.963

ALFONSO UNGRIA

P.P.