

3 5 3 4 7 6

D 53.372 IVa/39b

Memoria descriptiva



28 MAY 1958

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA **por 20 años**

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHNEIDANSTALT VORWALD
ROESSLER

entidad / ~~de~~ nacionalidad: alemana

con domicilio en Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt(Main), Repú-
blica Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLEBIMACIONES
DE MADERA Y MATERIAL SIMILITICO" (Clase Internacional
B27k)



28

Por impregnación de la madera con sustancias
orgánicas polimerizables, preferiblemente productos líqui-
dos, y por endurecimiento de estas sustancias en la ma-
dera se obtienen productos que poseen una serie de ventaja-
5 jas esenciales con relación a la madera normal, y han si-
do hechos conocer bajo la designación de "combinaciones
de madera y de material sintético". Así, según el tipo de
madera y del material sintético utilizado, se puede aumen-
tar la dureza hasta en 900% con relación a la madera na-
10 tural. La resistencia mecánica, tal como la resistencia
a la compresión, a la tracción, a la flexión y a la abra-
sión también puede ser mejorada en un valor múltiplo del
inicial. Las combinaciones de madera y material sintético
poseen resistencias al agua, a la meteorización y a la pu-
15 trefacción significativamente superiores. También se pue-
de utilizar madera con menor resistencia mecánica para la
preparación de estos productos con propiedades especiales.
Se puede observar además una ventaja especial en el hecho
de que se conservan el aspecto, el grano y el color de la
20 madera natural. Además de esto son posibles también tincio-
nes o coloraciones.

El endurecimiento de los monómeros se realiza
por tratamiento con rayos, especialmente rayos gamma y elec-
trónicos (Osterr. Chemiker Zeitung, 67 (1966) páginas 349
25 a 361).

Además se ha hecho conocer un método de labora-
torio según el cual la polimerización se inicia catalíti-
camente con aportación de calor. Se añade al monómero para
este fin un agente iniciador de la polimerización por ejem-
30 plo un peróxido orgánico o un compuesto azoico (Holz-Zen-



tralblatt N° 23 del 22.2.1967).

En los dos procedimientos conocidos hasta ahora entra en consideración como desventaja el hecho de que la impregnación de la madera con los monómeros es largo y muy costoso. Según el procedimiento citado en primer lugar, el ciclo de recubrimiento en piezas pequeñas es de aproximadamente 3 horas. Para ello se procede en primer lugar poniendo bajo vacío a la madera durante aproximadamente media hora, con el fin de eliminar el aire de los poros. Después se barre el aparato, para completar la eliminación del oxígeno de nuevo durante aproximadamente media hora con un gas inerte, por ejemplo nitrógeno. Inmediatamente después se repite la puesta en vacío, lo cual dura de nuevo aproximadamente media hora. Al final de este periodo de tiempo se introduce el monómero y se deja a la madera durante aproximadamente 1 a 4 horas en el líquido.

En el otro procedimiento, se pone bajo vacío en primer lugar durante media hora, y seguidamente se impregna durante una hora con el monómero. En ambos casos, se considera imprescindible una puesta bajo vacío antes de la impregnación, para que el aire sea eliminado desde la madera y simultáneamente se logre una suficiente penetración del monómero. Simultáneamente, se debe excluir de esta manera la inhibición de la polimerización por parte del aire, por lo cual también está previsto el barrido con un gas inerte.

La finalidad del presente invdnto es un procedimiento para la preparación de combinaciones de madera y material sintético, en el cual la impregnación de la madera puede tener lugar de manera muy sencilla y en aparatos sen



cillos.

Se ha encontrado ahora que se pueden preparar combinaciones de madera y material sintético por impregnación de madera con líquidos que consisten esencialmente en compuestos orgánicos polimerizables líquidos o en mezclas de dichos compuestos, y eventualmente en polímeros disueltos en ellos y eventualmente plastificantes y/o aceleradores de la polimerización y/o iniciadores de la polimerización o endurecedores disueltos en los mismos, utilizando presión inferior a la atmosférica y subsiguiente endurecimiento, si se sumerge la madera secada en aire o eventualmente secada ulteriormente en el baño de impregnación, que eventualmente se encuentra en un recipiente susceptible de ser puesto bajo vacío, el cual baño puede contener eventualmente también el acelerador de polimerización y/o el iniciador de polimerización o el endurecedor y/o el plastificante, al mismo tiempo se produce una o más veces una presión inferior a la atmosférica, después de restablecer la presión normal se retira la madera del baño de carga, y se endurece la carga de manera de por si conocida.

En calidad de compuestos orgánicos polimerizables líquidos se pueden utilizar todas las sustancias conocidas para este fin, solas o en mezcla. Especialmente se consideran los compuestos que muestran uno o varios dobles enlaces de carbono a carbono. Se han de resaltar para este caso los compuestos vinílicos y sus productos de sustitución, tales como ésteres de los ácidos acrílico y metacrílico, acetato de vinilo, acrilonitrilo, estireno y sus derivados etc. También se pueden utilizar poliésteres



insaturados, especialmente en mezcla con monómeros polimerizables con ellos. Se emplea preferiblemente el éster metílico del ácido metacrílico. Además, se pueden utilizar para este fin ³ápóxidos.

5 Los citados compuestos orgánicos polimerizables líquidos pueden contener también polímeros disueltos. Estos polímeros pueden ser tanto polímeros de los compuestos como resinas naturales.

10 También es posible partir de un polímero previo eventualmente siruposo, preparado de manera de por sí conocida por polimerización parcial. La preparación de dicho polímero previo se describe por ejemplo en la DAS 1.083.057 y en la memoria de la patente francesa - - 1.221.537.

15 El contenido de sustancia polímera se ajusta en ambos casos al tipo de madera utilizado y al fin buscado. Por lo tanto, puede encontrarse dentro de límites muy amplios.

20 Los compuestos orgánicos polimerizables líquidos pueden contener además otros aditivos de por sí conocidos, tales como estabilizadores, colorantes, compuestos que comunican resistencia a la combustión, agentes hidrofobizadores, etc.

25 El endurecimiento de los compuestos se realiza de manera de por sí conocida. Para ello, se puede utilizar el tratamiento con rayos gamma o con rayos electrónicos. También es posible añadir al compuesto polimerizable un agente iniciador, por ejemplo un peróxido orgánico o un compuesto azoico o un endurecedor tal como ácidos
30 o aminas, y se puede realizar el endurecimiento en caliente. Además, se pueden utilizar también los sistemas



iniciadores de por si conocidos, que ya a la temperatura ambiente, es decir sin aportación de calor, producen un endurecimiento. En este caso, resulta en efecto un acortamiento de la duración en recipiente abierto, lo cual sin embargo en ciertos casos carece de importancia. Estos sistemas iniciadores consisten en los denominados catalizadores Redox, que constan de un componente con acción oxidante y de un componente con acción reductora. Por ejemplo, uno de tales sistemas consta de un peróxido orgánico y de una amina terciaria. También es posible introducir las partes individuales del sistema iniciador separadamente o escalonadamente en la madera.

En la realización del procedimiento de acuerdo con el invento se puede proceder, por ejemplo, introduciendo el líquido de impregnación polimerizable, que eventualmente contiene el acelerador y/o el catalizador en un recipiente susceptible de ser puesto bajo vacío, y sumergiendo en el líquido la madera que ha de ser tratada. La madera utilizada puede ser secada con aire o puede ser secada según cualquier método adicional. Inmediatamente después se establece la presión inferior a la atmosférica por puesta bajo vacío del recipiente a la temperatura ambiente. Mientras el aire sale de la madera, penetra simultáneamente el compuesto orgánico líquido en ésta, con lo que se hace superfluo trabajar bajo gas inerte, o un barrido con gas inerte. Dependiendo del tipo de madera y de la magnitud del vacío, ya puede ser suficiente una corta y única aplicación de la presión inferior a la atmosférica para la finalidad correspondiente. Sin embargo, también es posible un cambio repetido entre la puesta bajo



vacio y el establecimiento de la presión normal, pudiendo variar la duración de la presión inferior a la atmosférica. De esta manera, se puede alcanzar en corto tiempo una impregnación completa de la madera.

5 El procedimiento de acuerdo con el invento hace posible impregnar la madera con material sintético de manera sencilla en una extensión tal que las propiedades mecánicas de la combinación de madera y material sintético se igualan a los valores conocidos obtenidos según procedimientos más complicados.

10 Sin embargo, se puede establecer también la presión inferior a la atmosférica, calentando en primer lugar la madera hasta una temperatura que es mayor que la temperatura del baño de impregnación y sumergiendo entonces la madera caliente en el baño de impregnación. En este caso, no es necesario el establecimiento de un vacío ya que, a causa de la contracción del volumen de aire en la madera durante el enfriamiento en el baño de impregnación, el compuesto orgánico polimerizable líquido es succionado dentro de la madera. Por elección de la diferencia de temperaturas y del tiempo de impregnación se puede regular el grado de impregnación de la madera. Según esta variante del procedimiento según el invento se pueden lograr especialmente impregnaciones parciales, que muchas veces son deseables por razones de rentabilidad o cuando se desea fomentar determinadas propiedades, por ejemplo aspecto, peso de la pieza, o resistencia mecánica. Simultáneamente, las zonas marginales de la pieza de madera reciben en este caso la impregnación más intensa, con lo que con un pequeño consumo de material se pueden aprovechar



para la aplicación práctica las buenas propiedades y ventajas de piezas de madera completamente impregnadas.

Evidentemente, se pueden disminuir en el procedimiento de acuerdo con el invento las pérdidas por evaporación mediante métodos de por si conocidos. Por ejemplo, las piezas impregnadas pueden ser encerradas por soldadura dentro de sacos de polietileno, o pueden ser envueltas en hojas de aluminio, antes del endurecimiento total.

Ejemplo 1.— Una pieza de madera de haya común secada a $+70^{\circ}\text{C}$ durante la noche (123,0 gramos de peso en seco, densidad 0,72) es introducida en un recipiente susceptible de ser evacuado, que contiene, en calidad de baño de impregnación, metacrilato de metilo monómero (estabilizado con 50 ppm de hidroquinona), al que se añadieron para el endurecimiento además 1% de pasta (al 50%) de peróxido de lauroilo y 1% de solución (al 25%) de peróxido de diacetilo. Mediante medios mecánicos se produce una completa inmersión de la madera.

Después de un tiempo de impregnación de 10 minutos, en el que tiene lugar un cambio repetido dos veces entre la presión inferior a la atmosférica (35 torr) y el equilibrado a la presión normal, el peso de la muestra de madera impregnada es de 187,5 g, que corresponde a una impregnación de 64,5 g, igual a 52,5%, calculado con relación a la madera seca. Después de otros 10 minutos nuevamente con dos cambios entre presión inferior a la atmosférica y presión normal, el peso es de 189,0 gramos, que corresponde a 66,0 gramos = 53,7% de impregnación. La muestra de madera impregnada es envuelta en una hoja de



polietileno y el metacrilato de metilo es endurecido a + 60°C en la estufa de secado de aire circulante.

Ejemplo 2.- Se procede tal como se describe en el Ejemplo 1. En calidad de baño de impregnación sirve metacrilato de metilo no estabilizado, al que se añadieron además 2% de pasta (al 50%) de peróxido de lauroilo y 2% de solución (al 25%) de peróxido de diacetilo. Las otras condiciones y los resultados logrados están reproducidas en la siguiente tabla:

10

Tipo de madera	Tiempo de im- pregnación	Absorción		Endurecimien- to (‡)	contenido de polímero en la madera	
		g	%		g	%
Alamo	30 minutos	77,9	114,7	5 horas a +60°C	70,1	103,2
		67,9 g				
Aliro	30 "	72,8	91,0	"	63,8	79,7
		80,1 g				
Abedul	30 "	47,0	57,5	"		
		81,8 g				
	45 "	56,1	68,7	"	49,2	60,2

20

(‡) Las muestras de madera impregnadas después de escurrir el agente de impregnación en exceso, son envueltas en una hoja de aluminio y son pegadas con cinta adhesiva. A partir de las muestras endurecidas se forman por aserrado cubos con una longitud de arista de 2 cm, y se determina con ellos la resistencia a la compresión. Como comparación, se ensayan muestras de igual tamaño de la madera no impregnada. Las resistencias a la compresión medidas están expuestas en la siguiente tabla numérica:

25

30



	Tipo de madera	Resistencia a la compresion medida en la madera impreg- nada kg.	Medida en la madera no im- pregnada kg.
5	Alamo	1250	100
	Aliro	1500	400
	Abedul	2460	300

10 Las muestras de madera impregnadas después de amolar y pulir con un disco pulimentador, tal como es usual en los materiales sintéticos, producen una superficie brillante.

15 Ejemplo 3.- Se procede tal como se describe en el Ejemplo 1. En calidad de baño de impregnación sirve una mezcla de 50 partes en peso de metacrilato de metilo monómero, estabilizado con 50 ppm. de hidroquinona; 50 partes en peso de polímero previo regulado a base metacrilato de metilo con una viscosidad de 3200 centipoises a +20°C, estabilizado con 40 ppm. de hidroquinona; 1 parte en peso de pasta al 50% de peróxido de lauroilo, y 1 parte en peso de solución al 25% de peróxido de diacetilo.

20 Después de un tiempo de impregnación de 30 minutos se miden en las muestras de madera indicadas a continuación los siguientes valores de absorción:



Tipo de madera Peso g % de absorción, calculado con relación a 100 partes en peso de madera seca.

	Abedul	76,8	92,5
5	Arce	75,2	86,7
	Carpe	67,3	62,4
	Pino abeto	64,0	80,7
	" aleman	69,7	71,6
	Fresno	72,6	50,4
10	Madera con trachapada	24,8	81,9

Ejemplo 4.- 103 g de madera de haya común seca con aire, con un contenido de humedad de 6%, son sumergidos en un baño de impregnación, tal como se describe en los precedentes ejemplos.

El baño de impregnación tiene la siguiente composición 50 partes en peso de estireno monómero; 50 partes en peso de polímero previo regulado a base de monoestireno, viscosidad 1500 centipoises a + 20°C; 1 parte en peso de pasta al 50% de peróxido de lauroilo; y 1 parte en peso de solución al 25% de peróxido de diacetilo.

Después de un tiempo de impregnación de 10 minutos, se mide una absorción de 43,2%, después de otros 10 minutos ésta es de 48,6%, y de nuevo después de otros 10 minutos es de 50,7%. Con el intervalo de 10 minutos cada vez se produjo durante 5 minutos una presión inferior a la atmosférica y subsiguientemente se realizó durante 5 minutos el equilibrado a la presión normal. El endurecimiento se realiza durante la noche a +60°C.

Ejemplo 5.- Igual que en el ejemplo 4, se intro-



ducen 87,7 g de madera de haya común secada con aire en un baño de impregnación a base de 10 partes en peso de resina epoxídica (Araldit E Cl 232) y 10 partes en peso de endurecedor.

- 5 Después de 12 minutos de presión inferior a la atmosférica + 5 minutos de presión normal, la impregnación es de 53,6%, después de otros 9 minutos de presión inferior a la atmosférica + 5 minutos de presión normal, la impregnación es de 57,2%; después de otros 9 minutos de presión inferior a la atmosférica + 5 minutos de presión normal, la impregnación es de 58,0%.

El endurecimiento se realiza a + 60°C durante la noche.

- Ejemplo 6.- Una pieza de madera contrachapada de 11 mm de grueso (297 g) es mantenida en una estufa de aire caliente durante la noche a 90°C. Después se sumerge la pieza de madera sin esencial enfriamiento en un baño de impregnación, que está a una temperatura de + 20°C. El baño de impregnación muestra la siguiente composición:
- 15 35 partes en peso de polímero previo regulado de metacrilato de metilo, viscosidad 3200 centipoises a + 20°C, estabilizado con 40 p.p.m. de hidroquinona; 65 partes en peso de metacrilato de metilo monómero estabilizado + 2 partes en peso de pasta de peróxido de benzoilo (al 50% en ftalato de dibutilo).

25 Los tiempos de impregnación y las cantidades absorbidas están reproducidas en la siguiente tabla.



	Tiempo de impregnación, minutos	Cantidad absorbida, %
	21	16,9
5	34	19,3
	96	23,6
	120	24,5
	20	7
	30	7,5
10	45	8

} Comparación con madera a la temperatura ambiente.

Ejemplo 7.- Una pieza de madera de haya común de 423,0 g de peso, secada, con las dimensiones de 42 x 4,9 x 3,2 cm, correspondiente a una densidad de 0,64 g/cm³, es impregnada en un baño de impregnación con la siguiente composición: 65 partes en peso de metacrilato de metilo monómero no estabilizado; 35 partes en peso de polímero previo regulado a base de metacrilato de metilo, viscosidad 3200 centipoises a +20°C; 1 parte en peso de pasta al 50% de peróxido de lauroilo; y 1 parte en peso de solución al 25% de peróxido de diacetilo.

Después de un tiempo de impregnación de 10 minutos (5 minutos a presión inferior a la atmosférica y 5 minutos a presión normal) se mide una absorción de 54,9%, después de otros 10 minutos de tiempo de impregnación (5 minutos a presión inferior a la atmosférica y 5 minutos a presión normal) se mide una absorción de 67,4%, y después de otros 10 minutos de tiempo de impregnación (5 minutos a presión inferior a la atmosférica y 5 minutos a presión normal) se mide una absorción de 71,7%.

El tiempo de endurecimiento a + 60°C es de 3



horas. Durante el endurecimiento, la muestra es envuelta en una hoja de aluminio y es pegada con cinta adhesiva.

La muestra impregnada pesa después del endurecimiento 708 g, que corresponde a un contenido de polímero de 67,5%. La densidad de la pieza impregnada es de 1,08 g/cm³.

Con cubos de 2 cm de longitud de arista se mide una resistencia a la compresión de 2790 kg. En comparación con esto, esta resistencia, en una muestra no impregnada, es de solamente 350 kg.

Después de un almacenamiento en agua durante 2 horas de cubos de muestra con 2 cm de longitud de arista, se mide en la muestra impregnada una absorción de 1,6% y en la muestra no impregnada una absorción de 17,7%. Después de almacenar durante 20 horas, la absorción en la muestra impregnada es de 7,1% y en la muestra no impregnada es de 48,8%.

La resistencia a la compresión del cubo almacenado durante 20 horas en agua en la muestra impregnada es de 1730 kg, y en la muestra no impregnada es de 150 kg.

Ejemplo 8.- Se procede tal como se describe en el ejemplo 7. La muestra de madera pesa 116,5 g. El baño de impregnación tiene la siguiente composición: 90 partes en peso de resina de poliéster insaturado para colar (65% de resina sólida insaturada + 35% de monoestireno); 10 partes en peso de metacrilato de metilo monómero no estabilizado, 1 parte en peso de pasta al 50% de peróxido de lauroilo; y 1 parte en peso de solución al 20% de peróxido de diacetilo.

Después de un tiempo de impregnación de 10 minu-



tos, la absorción es de 61,4%. Después de un tiempo de impregnación de 20 minutos, la absorción es de 67,4%.

El endurecimiento se realiza en 3 horas a +60°C.

6 Ejemplo 9.- Muestras de diversas maderas son secadas durante un día a aproximadamente 70°C en estufa de secado de aire caliente, y después son introducidas en un recipiente susceptible de ser puesto bajo vacío, que contiene un compuesto orgánico polimerizable líquido.

10 Por medios mecánicos se produce una completa inmersión de la madera. Se utiliza el siguiente líquido de carga. Metacrilato de metilo monómero no estabilizado + 2% de

15 pasta de peróxido de lauroilo (al 50% en adipato de dioctilo) + 2% de peróxido de diacetilo (al 25% en ftalato de dimetilo).

Las condiciones de ensayo y los resultados logrados están reproducidos en la siguiente tabla.



Ensayo nº	Tipo de Madera	Peso de la muestra	Carga de Monómero	Impregnación Tiempo de pregnación	Absorción % g	Endurecimiento a + 60°C minutos.	Contenido de material sintético en la madera g	Kg de res- istencia a la com- presión impregna- da	Sin impreg- na- ción	
1	Haya secada	81,0	a	30	55,5	68,5	50,2	63,2	2480	560
2	Arce "	72,1	a	30 45	57,9 59,1	80,0 81,6	53,9	73,4	1520	400
3	Carve "	82,0	a	30 45	42,2 45,0	51,5 54,8	41,0	50,0	1600	550
4	Pino alemán secado	68,0	a	30 45	40,2 45,2	59,1 66,5	40,5	59,5	300	150

**POOR
QUALITY**

Ensayo Nº	Tipo de Madera	Peso de la mues- tra, g	Carga de Monómero	Impregnación Tiempo de in- pregnación minutos.
1	Haya secada	81,0	a	30
2	Arce "	72,1	a	30 45
3	Carpe "	82,0	a	30 45
4	Pino alemán secado	68,0	a	30 45



Carga de - Monómero	Impregnación Tiempo de im- pregnación minutos.	Absorción g %	Endurecimiento a \pm 60°C	Contenido de material sintético en la madera g %	Kg de re- sistencia a la com- presión impregna- da	Sin impreg- na- ción
a	30	55,5 68,5	4 horas	50,2 63,2	2480	560
a	30	57,9 80,0	5 horas			
	45	59,1 81,6		53,9 73,4	1520	400
a	30	42,2 51,5	5 horas			
	45	45,0 54,8		41,0 50,0	1600	550
a	30	40,2 59,1				
	45	45,2 66,5		40,5 59,5	300	150

**POOR
QUALITY**



puestos orgánicos polimerizables líquidos o mezclas de dichos compuestos, y eventualmente en polímeros disueltos en ellos, y eventualmente en plastificantes y/o aceleradores de la polimerización y/o iniciadores de la polimerización o endurecedores, disueltos en ellos, utilizando presión inferior a la atmosférica y subsiguiente endurecimiento o curado, caracterizado porque se sumerge la madera, secada en aire o eventualmente secada anteriormente, en el baño de impregnación que se encuentra eventualmente en un recipiente susceptible de ser puesto bajo vacío, el cual baño puede contener eventualmente también el acelerador de la polimerización y/o el iniciador de la polimerización o el endurecedor y/o el plastificante, al mismo tiempo se produce una o varias veces presión inferior a la atmosférica y después de restablecer la presión normal se retira la madera del baño de impregnación y se endurece el material de impregnación de manera de por sí conocida.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se establece la presión inferior a la atmosférica trabajando en un recipiente susceptible de ser puesto bajo vacío y por establecimiento una o varias veces de un vacío después de la inmersión de la madera en el baño de impregnación.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se establece la presión inferior a la atmosférica por calentamiento de la madera hasta una temperatura que es mayor que la temperatura del baño de impregnación.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en calidad de compuesto orgánico



nico polimerizable líquido, se utiliza un compuesto con uno o varios dobles enlaces de carbono a carbono.

5 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se utiliza éster metílico del ácido metacrílico eventualmente con poli(éster metílico del ácido metacrílico) disuelto en él.

10 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 4 o 5, caracterizado porque se utilizan los compuestos en forma de un polímero previo eventualmente siruposo preparado por polimerización parcial.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en calidad de compuesto orgánico polimerizable líquido se utiliza un epóxido.

15 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el baño de impregnación contiene una resina de poliéster insaturado.

9.-Procedimiento para la preparación de combinaciones de madera y material sintético.

20 Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

28 MAY. 1958

Madrid,

P.A.

Alfonso de Elzabur
Per Poca

MGM/-

23.5.68