

15 ABR 1977



PATENTE DE INVENCION  
=====

376152

Ref: O.Z. 26008.

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I.P.C.  
CLASE C-09 B-27  
SUBCLASE J D

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

Procedimiento para la obtención de un adhesivo de madera de efecto fungicida.

=====

*Solicitante* BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,  
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen, República Federal Alemana.

=====

La presente invención se refiere a adhesivos para la preparación de materiales de madera que son resistentes contra los ataques de microorganismos.

Para la preparación de materiales de madera, tales como tableros de madera contrachapada y

5.

**POOR  
QUALITY**



madera aglomerada, se emplean ante todo adhesivos a base de resinas fenoplásticas. Para obtener materiales de madera que sean resistentes a los ataques de determinados microorganismos se le agregan a los adhesivos agentes protectores de la madera que, durante o después del proceso de fabricación del material, se reparten en la sustancia de la madera.

5.

De las colas sintéticas para madera a base de fenoplastos son especialmente adecuados los condensados de fenol-formaldehído usuales como colas para madera.

10.

Estas resinas sintéticas se presentan en solución o dispersión acuosa. Para la preparación de materiales de madera se emplean generalmente aquellas soluciones o dispersiones acuosas que contienen de un 20 hasta un 75 % en peso de resinas sintéticas.

15.

Para la preparación de materiales de madera se emplean tales cantidades de adhesivo que la cantidad de resina contenida en el adhesivo corresponda a las cantidades generalmente usadas para la preparación de materiales de madera. Así se emplea, por ejemplo, para la preparación de madera contrachapada tales cantidades de adhesivo que correspondan de 50 a 120 g. de resina (sólida) a cada m<sup>2</sup> de superficie encolada. Los tableros de madera aglomerada se preparan con tales cantidades de adhesivo que las virutas reciban un 5 hasta un 15 % en peso de resina (sólida), refiriéndose dicho porcentaje a virutas absolutamente secas.

20.

25.

Ya se conoce que la N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina y sus sales tienen un buen efecto fungicida.

30.

Se ha descubierto que tiene un buen efecto

376152



5. fungicida un adhesivo para materiales de madera a base de un producto de condensación de fenol-formaldehido, que contiene una sal alcalina, especialmente la sal potásica de la N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina. Por sales alcalinas se entienden la sal sódica y la sal potásica. Debido a su buena solubilidad se da preferencia a la sal potásica.

10. La sal potásica de la N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina se disuelve bien en los productos de condensación de fenol-formaldehido preparados con ayuda de hidróxido alcalino. Por hidróxido alcalino se han de entender el hidróxido sódico y el hidróxido potásico. Se da preferencia a los productos de condensación de fenol-formaldehido preparados con hidróxido potásico.

15. La cantidad de la sal alcalina, que está contenida en el condensado de fenol-formaldehido, preparado con ayuda de hidróxido alcalino, puede variar entre amplios márgenes. Por lo general contiene el condensado un 2,5 hasta un 12 % en peso, especialmente un 4 hasta un 6 % en peso, de sal alcalina de la N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina, calculado sobre el contenido en materia sólida del condensado.

20. El adhesivo para madera se puede obtener preparando, en una primera etapa, a partir de fenol, formaldehido, agua y un hidróxido alcalino, un condensado y, en una segunda etapa, distribuyendo finamente la sal alcalina de la N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina en este condensado. El adhesivo para madera así obtenido se puede emplear en la manera usual para unir madera o

25.

30.

376152



piezas de madera y se da al cuerpo configurado de madera preparado con él una gran resistencia contra los ataques por los hongos.

5. Los ejemplos siguientes explican la preparación del adhesivo para madera según la presente invención y las excelentes propiedades de los cuerpos configurados preparados con él.

Ejemplo 1

10. A 940 partes (partes en peso) de fenol, se agregan 1538 partes de una solución acuosa al 39 % (en peso) de formaldehído y 296 partes de agua. A esta solución se agregan, mezclando bien, lentamente 841 partes de una solución acuosa al 50 % de hidróxido potásico de manera que la temperatura de ebullición no se alcance antes de unos 30 hasta 40 minutos. El calor de reacción que se libera conduce, con períodos de tiempo más cortos hasta lograr la temperatura de ebullición, a una ebullición espontánea y a un aumento de la presión en el recipiente de reacción, pudiéndose en caso dado desprender los recipientes de reacción por la fuerza de empuje. Una parte del calor de reacción liberado se evacua por esta razón mediante enfriamiento durante el tiempo de calentamiento. Después de alcanzarse la temperatura de ebullición se mantiene a esta temperatura hasta que el condensado de fenol-formaldehído, que se forma, haya alcanzado una viscosidad de 500 centipoises a 200°C. A continuación se enfría y durante el proceso de enfriamiento se agregan 269 partes de una solución acuosa al 30 % de la sal potásica de la N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina. La sal se disuelve limpiamente en el condensado.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



376152

5. Contrariamente a los condensados de fenol-formaldehído correspondientes, preparados con lejía sódica, en este caso es mejor la solubilidad de la sal potásica. Aún después de varios meses no se presenta ninguna separación de la sal potásica en la solución del condensado.

10. El condensado de fenol-formaldehído tiene, después de enfriar, una viscosidad final de 200 centipoises, un contenido total en materia sólida de un 48,5 % y un contenido en fungicida, que ya está contenido en el contenido total de materia sólida, de un 4,27 %.

Ejemplo 2

15. De forma análoga a la del ejemplo 1 se mezclan fenol y una solución de formaldehído, la cantidad de agua asciende sin embargo solo a 30 partes, la solución de hidróxido potásico se dosifica lentamente. Al alcanzar la temperatura de ebullición no se mide una viscosidad de hasta 500 centipoises, pero de hasta 800 centipoises a 20°C. Por lo demás se realiza la preparación del condensado como se ha descrito en el ejemplo 1. Al enfriar se le agregan al condensado de fenol-formaldehído 240 partes de una solución acuosa al 30 % de la sal potásica de N-nitroso-ciclohexilhidroxilamina y 25. 385 partes de una solución al 39 % de formaldehído.

30. La viscosidad del condensado final asciende a 250 centipoises, y el producto tiene un residuo seco, determinado por pesado de 1 g. de condensado y 2 horas de secado a 120°C, de un 46,5 %. El contenido de fungicida asciende a un 3,8 %.

376152



Ejemplo 3

De forma análoga a la que se ha descrito en el ejemplo 1, se mezclan 940 partes de fenol con 1538 partes de una solución acuosa al 39 % (% en peso) de formaldehído y 40 partes de agua. A esta solución se agregan bajo agitación, lentamente 600 partes de solución acuosa al 50 % de hidróxido sódico. Después de alcanzar la temperatura de ebullición se condensa hasta una viscosidad de 800 centipoises (medida a 20°C). La preparación del condensado se realiza como se ha descrito en el ejemplo 1.

Al enfriar se le agregan a este condensado de fenol-formaldehído 230 partes de una solución acuosa al 30 % de la sal potásica de N-nitroso-ciclohexilhidroxilamina y 385 partes de solución de formaldehído al 39 %.

La viscosidad del condensado final asciende a 250 centipoises a 20°C. El residuo seco asciende a un 48 %, el contenido en fungicida asciende a un 3,8 % (% en peso).

Ejemplo 4

Del ejemplo siguiente se desprende que, mediante el empleo de una mezcla de cola-fungicida según la presente invención, no se influyen desfavorablemente las propiedades tecnológicas de tableros de madera aglomerada.

Para los ensayos se empleó un condensado que se había preparado en forma similar a la descrita en el ejemplo 1, y esto dos veces con fungicida incorporado y una vez sin fungicida.

Composición de la madera: Virutas de laboratorio, de pino.

Dosificación de la resina sólida: Capa central 9 % (% en peso) sobre madera absolutamente seca.

376152



Capa de cobertura 11 % sobre madera absolutamente seca.

Adición de cera sólida : 1 % sobre madera absolutamente seca.

5. Temperatura de prensado : 170°C.

Tiempo de prensado : 7 minutos.

Con esta dosificación de resina se incorporaron forzosamente en sustancia activa fungicida, referido a madera absolutamente seca.

10.	Capa central	Capa de cobertura
Placa A	0,30 %	0,366 %
B	0,35 %	0,428 %
C	Sin fungicida	

Resultados del ensayo

15.	Denominación de la muestra	A	B	C	
	Grosor nominal mm	18	18	18	
	Densidad en bruto $\text{kp/m}^3$	598	591	607	
	Resistencia a la flexión $\text{kp/cm}^2$	259	244	256	
20.	Resistencia a la tracción transversal $\text{kp/cm}^2$	V 20	8,12	7,13	7,43
		V 100	4,06	4,14	3,87
	Hinchamiento % después de 2 horas		2,28	2,68	2,67
25.	después de 24 horas		7,22	8,09	7,75

El ensayo de las características de las placas se efectuó según DIN 52 360 o bien DIN 68 761 Hoja 3.

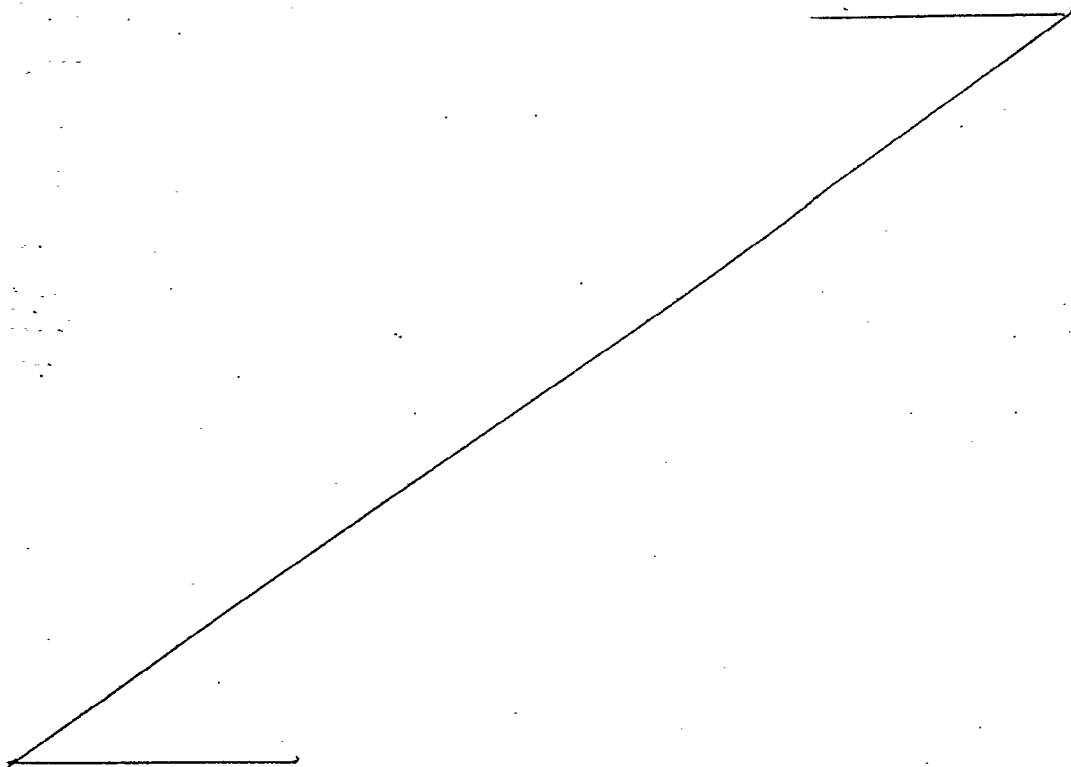
Ejemplo 5

30. El siguiente ejemplo demuestra que los materiales de madera preparados empleando el adhesivo según

376 152



- la presente invención, también después de un tratamiento con agua (lixiviación), se mantienen protegidos contra el ataque por los hongos. Como medio comparativo se empleó sal sódica del pentaclorofenol. Para determinar la
5. resistencia contra el hongo destructor de la madera *Coniophora cerebella*, se colocaron, según la norma alemana DIN 52 176 (Comprobación de agentes protectores de la madera - comprobación micológica breve), probetas de placas de madera aglomerada con el tamaño 50 x 25 x 17 mm
10. en cuencos de cristal con un diámetro de 15 cm y una altura de 3 cm sobre un agar de cultivo de biomalta crecido con el hongo, y a 22°C se expuso al crecimiento del hongo durante un período de 12 semanas. Los ensayos de lixiviación se realizaron tratando los cuerpos de ensayo
15. (antes de exponerlos a los hongos) en copas de cristal de 1 litro durante 24, 48 o bien 72 horas con agua corriente de la red.



33000000

376152

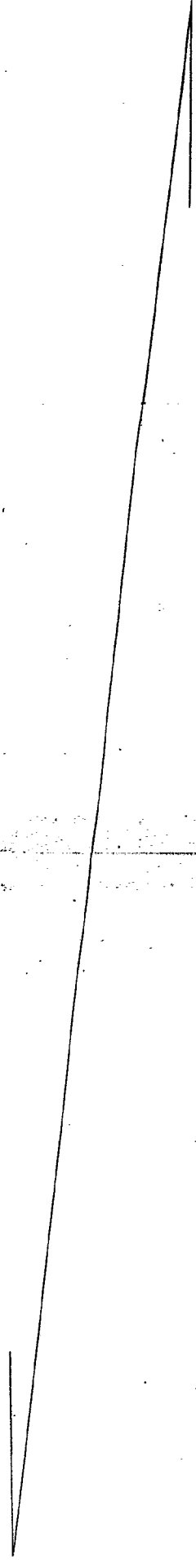


376152

	Extensión del desarrollo de Coniophora cere						ella después de ... semanas sobre probetas					
	después de un tratamiento		previo en agua co		riente de la red durante 0,24, 48 y 72 horas.		48 horas en agua corriente		72 horas en agua corriente			
	2	4	8	12	2	4	8	12	2	4	8	12
Adhesivo según ejemplo 1 0,3 % de fungicida en el cuerpo conformado.	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
Adhesivo según el ejemplo 2, 0,35 % de fungicida en el cuerpo conformado.	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3,5 % de pentacloro-fenol sal sódica (agente comparativo)	1	1	1	1	2	2	3	3	3	3	3	3
Sin fungicida (Control)	3	3	3	5	3	5	3	3	3	3	3	3

En la tabla significan: 0 Probeta libre de

- crecimiento de hongos.
- 1 Hojillas de un desarrollo de hongos.
- 2 Desarrollo de hongos más fuerte.
- 3 Desarrollo de hongos sin inhibición (Probeta totalmente recubierta por el micelio del hongo).



376152

	Extensión del desarrollo de Coniophora cere ella después de un tratamiento previo en agua corriente de 1							
	Sin tratamiento previo				24 horas agua corriente			
	2	4	8	12	2	4	8	12
Adhesivo según ejemplo 1 0,3 % de fungicida en el cuerpo conformado.	0	0	0	0	0	0	0	0
Adhesivo según el ejemplo 2, 0,35 % de fungicida en el cuerpo conformado.	0	0	0	0	0	0	0	0
3,5 % de pentacloro-fenol sal sódica (agente comparativo)	1	1	1	1	2	2	3	3
Sin fungicida (Control)	3	3	3	3	3	3	3	3

En la tabla significan: 0 Probeta libre de crecimiento de hongos.

1 Huellas de un desarrollo de hongos.

5. 2 Desarrollo de hongos más fuerte.

3 Desarrollo de hongos sin inhibición (Probeta totalmente recubierta por el micelo del hongo).

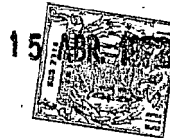




- NOTA -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha y número siguientes: 4 de febrero de 1969, nº P 19 05 279.0;
5. acogiéndose por lo 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 solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN ADHESIVO DE
10. MADERA DE EFECTO FUNGICIDA; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª.- Procedimiento para la obtención de un adhesivo de madera de efecto fungicida, caracterizado porque comprende formar una suspensión, en un producto de condensación de fenol-formaldehido, de una sal alcalina de la
20. N-nitroso-N-ciclohexilhidroxilamina, en una proporción comprendida entre 2,5 y 12 % en peso, especialmente entre 4 y 6 % en peso, de dicha sal alcalina sobre el contenido en materia sólida del condensado fenol-formaldehido.
25. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dichas sales alcalinas se eligen de entre las sales sólidas y potásicas.
30. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dichas sales alcalinas se suspenden finamente en forma de sales o en forma de solución acuosa

376152, -



en la solución o dispersión del condensado de fenol-formaldehído.

- 4<sup>a</sup>.- Procedimiento para la obtención de un adhesivo de madera de efecto fungicida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 5.

Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 15 ABR. 1972

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MORET  
p. p. Firmados: L. García Fernández