

407941



Case 3-7816+

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR MASA DE PRENSA PARA LA FABRICACIÓN DE PIEZAS PRENSADAS SEMEJANTES A LA PORCELANA" a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

=.=

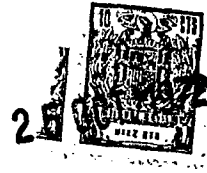
MEMORIA DESCRIPTIVA

Además de los termoplastos se emplean para la fabricación de vajilla principalmente los duroplastos, de los que sobre todo han tenido aceptación hasta ahora las resinas de acetoguanamina, benzoguanamina y melamina. Estas masas de prensa de duroplasto contienen,

5. entre otras materias, también pigmentos y fibras de celulosa como rellenos de refuerzo. El peso específico se halla hoy en 1,5 - 1,6 g/cm³.

La vajilla de melamina es conocida desde

10. hace mucho tiempo en el comercio y debe este favor a sus excelentes propiedades, como escaso coeficiente de rotura, limpieza fácil y escasa conductibilidad térmica.



A causa de tales propiedades la vajilla de melamina se emplea principalmente en el excursionismo y en el servicio de los niños. Sin embargo, hasta ahora no ha logrado la vajilla de melamina excluir del mercado a la porcelana (que tiene muchas desventajas) ni siquiera inquietarla.

5.

Los motivos para esta situación son muy diversos, hoy quizá todavía ^{no} plenamente concebibles, pero con seguridad han de buscarse en que la vajilla de materia sintética está muy lejos de poder compararse en aspecto, timbre y tacto a la porcelana.

10.

Las masas de prensa de melamina corrientes en el comercio son en el peso específico mucho más ligeras que la porcelana y tienen, además de pigmentos, únicamente celulosa como materia de relleno, con lo que se alcanza un peso específico de 1,5 - 1,6 g/cm³. Rellenando estas masas para prensa, además de los rellenos fibrosos, con rellenos minerales (como, por ejemplo, espato pesado), es posible fabricar piezas prensadas del mismo peso específico que la porcelana, pero que, sorprendentemente, conservan las ventajas de la vajilla de materia sintética, principalmente en el aspecto de la resistencia al impacto.

15.

20.

25.

Objeto de este invento es por tanto una masa de prensa para la fabricación de piezas prensadas semejantes a la porcelana, como, en particular, piezas de vajilla, artículos sanitarios y ceniceros, con un peso específico de 2,0 - 2,6 g/cm³, a base de resinas sintéticas endurecibles y materias de relleno, carac-



- terizada por contener, calculado respecto al peso de la masa de prensa, de 30 a 70% en peso de una materia de relleno mineral de peso específico $3,5 - 6,0 \text{ g/cm}^3$ y además 5 a 20% en peso de una materia de relleno reforzante, orgánica o inorgánica, en forma de fibras.
5. De preferencia se utiliza como materia de relleno mineral de mayor peso específico el espato pesado (sulfato de bario). En calidad de materia de relleno reforzante, en forma de fibras, se emplea preferentemente
10. alfa-celulosa.

- La vajilla así modificada se distingue muy poco de la porcelana en el aspecto, el timbre y el tacto, pero, a causa de estar hecha de materia sintética, es mucho más insensible a los golpes. La vajilla de
15. materia sintética de peso específico tiende a cernerse en la lavadora por la energía de rebote del chorro de agua entrante, por lo cual las piezas de vajilla se dañan al chocar entre ellas o rozar unas con otras. En cambio, la vajilla con peso específico de
20. $2,3 - 2,4 \text{ g/cm}^3$ no se cierne y por lo tanto no se deteriora.

- Asimismo, las piezas de vajilla de peso específico ligero tienden más que las pesadas a volar cuando se las coloca mal en los restaurantes y cantinas
25. el servicio de la mesa se convierte en una actividad que requiere habilidad especial. Los experimentos con vajilla de materia sintética pesada han demostrado que con ella no se presentan los inconvenientes que acaban de mencionarse y que por lo tanto puede actuarse con tanta



rapidez como con la porcelana. Una ventaja que no debe pasarse por alto es que los platos no resbalan cuando se cortan los manjares y en consecuencia no hay necesidad de apretarlos como en el caso de los platos ligeros.

5. Complementariamente, con las masas de prensa de aminoplasto específicamente más pesadas a que se refiere este invento se ha hecho la comprobación interesante de que pueden fabricarse piezas de gran superficie libres de tensión por el procedimiento de troquelación inyectada y por el procedimiento de fundición inyectada. En este aspecto, las nuevas masas de prensa contrastan ventajosamente con los productos corrientes en el comercio, de un peso específico de 1,5 - 1,6 g/cm³. Aún después de una prueba reiterada de cambio a 100°C con reenfriamiento hasta la temperatura del ambiente, las piezas así prensadas salen incólumes, es decir, sin formación de grietas.
- 10.
- 15.

- Para la preparación de las masas de prensa conformes a este invento son aptas las resinas admisibles para el contacto con los manjares, o sea que una vez endurecidas no tienen efectos perjudiciales para la salud y que ya han sido investigadas respecto a su inocuidad fisiológica. De muy buena aptitud son en este caso las resinas desde antiguo acreditadas de acetoguanamina, benzoguanamina y melamina. Si se plantean requerimientos más severos respecto a la resistencia frente a las bebidas y los manjares empleados en la vida doméstica, son todavía más aptas resinas epoxídicas selectas con endurecedores especialmente
- 20.
- 25.



OCT. 1972

5. apropiados para ellas; por ejemplo, resinas de ftalato de dialilo y también poliésteres insaturados. Tiene aquí importancia otra circunstancia, la de que las resinas tienen escaso color propio y no amarillean a causa de la luz, pues la vajilla la mayoría de las veces tiene tonalidad blanca u otros colores claros, poco cubiertos.

10. Otro componente que aporta a la vajilla de materia sintética la ventaja a que se refiere este invento son las materias de relleno. Aquí se hace distinción entre el componente de relleno mineral y el componente de relleno reforzante. El relleno mineral confiere a la vajilla el aspecto y el timbre de la porcelana. Se han hallado aptos el espato pesado, el sulfuro de zinc (Sachtolith), el pitopón, la anatasa, el rutilo y el polvo de porcelana. En este punto vale lo que se ha dicho antes ya al tratar de las resinas, de que solo pueden incluirse materias de relleno predominantemente blancas, estables a la luz, con las cuales sea posible componer masas de prensa de peso específico 2,0 - 2,6 g/cm³, y preferentemente 2,3 - 2,4 g/cm³. Para masas de prensa que establezcan contacto con los alimentos las materias de relleno deben ser fisiológicamente inocuas. Esta limitación no afecta a los artículos sanitarios, en los cuales puede incluirse también, por ejemplo, trióxido de antimonio. Además de este componente deben añadirse todavía materias de relleno reforzantes, para que se mantenga la gran insensibilidad a los choques de la vajilla sintética, que la distingue ventajosamente de la porcelana. Cuando se emplean resinas de aminoplasto como componente resinoso, se añaden

15.

20.

25.



- den predominantemente fibras de celulosa muy blanqueada. Para las resinas que tienen más bien carácter lipófilo, son más aptas las fibras de vidrio, o también las de materia sintética, como, por ejemplo, fibras o copos de nilón. Junto a estos componentes de la máxima importancia, las masas de prensa conformes a este invento suelen contener con ventaja pigmentos, desmoldeadores y deslizantes, para impartir a la pieza prensada buena superficie y evitar que se pegue a los moldes.
- 5.
10. EJEMPLO 1
- En una mezcladora de tambaleo se mezclan durante una hora
15. 473,3 g de una resina pulverulenta de melamina con una relación M:F (molar) de 1:1,8, flexibilidad con 5% de caprolactama y condensada hasta una compatibilidad con el agua (g de resina : g de agua) de 1:2,8 (acelerador: 2 % de acetato de dietiletanolamina),
20. 100 g de celulosa pulverizada (estructura fibrosa),
- 700 g de sulfato de bario,
- 10 g de sulfuro de zinc, pigmento blanco (marca registrada SACTOLITH),
25. 1 g de estearato de zinc,
- 1,22 g de cera de Carnauba
- y
- 1 g de ácido 4,4'-bis-[4"-(metóxi)-6"-(fenilamino)-1", 3", 5"-triacinil-(2")-amino]-



-estilben-2,2'-disulfónico (aclarador óptico),

hasta obtener una mezcla previa homogénea.

5. Se funde y se condensa esta mezcla en una coamasadora de la firma Buss, de Pratteln (designación comercial: PR 46), caldeada previamente a 75°C. Se pasa la masa plástica, por medio de una espiral de descarga, a una boquilla de agujeros donde los espaguetia surgentes son cortados por una cuchilla giratoria a una longitud uniforme. El granulado regular resultante se enfría hasta la temperatura del ambiente en una corriente de aire.
- 10.

15. Una masa de prensa así preparada tiene un peso específico de 2,3 g/cm³ y, mediante reengrase con 0,2 % de estearato de zinc, puede elaborarse impecablemente por el procedimiento de troquelación inyectada y el procedimiento de fundición inyectada, formando platos y tazas de gran superficie, de aspecto semejante al de la porcelana y que se muestran muy resistentes en la prueba de cambio térmico (100°C, 20°C, 5 x 12 h).
- 20.

25. Una masa de prensa así preparada puede también convertirse en vajilla por el procedimiento de compresión, con calentamiento previo por alta frecuencia. Varillas de prueba que se formaron a 155°C presentaron las propiedades siguientes:

Resistencia a la flexión (DIN)	kp/cm ²	1032
Tenacidad al impacto (DIN)	cmkp/cm ²	6,2
Estabilidad de la forma en caliente según Martens (DIN)	°C	120



Peso específico g/cm^3 2,3

Ejemplo de comparación

Se prepara una masa de prensa con la misma resina y por el mismo método que se han descrito en el Ejemplo 1; la masa contiene:

5.

- 673,3 g de resina de melamina,
- 250,0 g de polvo de celulosa (fibrosa),
- 100,0 g de sulfato de bario,
- 10,0 g de sulfuro de zinc, pigmento blanco (marca registrada SACHTOLITH),
- 1,0 g de estearato de zinc,
- 1,22 g de cera de Carnauba

10.

y

1,0 g de aclarador óptico (véase el Ejemplo 1).

15.

Esta masa de prensa contiene menos espato pesado, pero en cambio más celulosa, y tiene un peso específico de 1,58 únicamente, como los productos corrientes en el comercio. Para establecer una comparación con la masa de prensa más pesada, se hicieron con ésta también varillas de prueba a 155° C y se determinaron en ellas las propiedades mecánicas:

20.

Resistencia a la flexión (DIN)	kp/cm^2	1130
Tenacidad al impacto (DIN)	cmkp/cm^2	7,8
Estabilidad de la forma en caliente según Martens (DIN)	$^{\circ}\text{C}$	115
Peso específico	g/cm^3	1,58

25.

Estos índices, aparte el del peso específico, sólo se diferencian insignificadamente de los del Ejemplo 1, lo que demuestra que se logra el venta-



joso aspecto de porcelana sin mermar las buenas propiedades habituales de la vajilla sintética.

EJEMPLO 2

- La masa de prensa pesada puede fabricarse también por el procedimiento húmedo. En este caso se disuelven 473 g de resina de melamina del Ejemplo 1, la cual tiene sin embargo en lugar de caprolactama otro tanto de p-toluensulfonamida, en la misma cantidad de agua. La solución de resina se aporta a una amasadora de artesa doble y, con los brazos de la amasadora en movimiento, se le añaden primeramente 150 g de polvo de celulosa y luego 700 g de sulfato de bario, 5 g de sulfuro de zinc, pigmento blanco (Sachtolith), 0,5 g de estearato de zinc y 0,5 g de aclarador óptico (véase el Ejemplo 1). Cuando la pasta está bien amasada y presenta aspecto homogéneo, se la extiende sobre una chapa. La masa húmeda se seca a 40-45°C en un armario secador de vacío hasta que presenta una humedad residual de 3 a 5 %. Se pasa la masa solidificada a un molino de mazos y se la tritura hasta formar un granulado de 3 mm.

La masa de prensa así preparada puede formarse en tabletas y convertirse, con caldeo previo por alta frecuencia, en vajilla de semejanza con la porcelana.

EJEMPLO 3

25. Para la vajilla que ha de ser muy resistente a mancharse con los manjares y las bebidas empleadas en el hogar son también aptas las masas de prensa pesadas hechas de resinas de ftalato de dialilo. Una masa de esta índole conforme al invento puede hacerse según la



formulación siguiente:

5. En una amasadora de artesa doble se disuelven en 100 g de acetona 300 g de prepolímero de ftalato de dialilo (DAPON 35, marca registrada de la FMC). A continuación se añaden y se amasan 670 g de sulfato de bario, 10 g de estearato de zinc y 10 g de pigmento blanco. Poco antes de que se alcance una mezcla homogénea, se agregan 10 g de ftalato de dialilo monómero y 10 g de perbenzoato de butilo terciario al 50% en ftalato de dimetilo.
- 10.

- La masa así obtenida se extiende en espesor de 1 cm sobre una chapa y se seca a unos 60°C en una estufa de vacío, hasta constancia del peso. Se desmenuzan las tabletas y se muelen los trozos en un molino de mazos hasta obtener un granulado de 3 mm. Esta masa de prensa puede también prensarse a 160°C, con caldeo previo por alta frecuencia, para formar vajilla pesada.
- 15.

EJEMPLO 4

20. En un molino de bolas de porcelana, de 4,5 litros de capacidad, se muelen durante 16 horas, junto con 2,5 kg de bolas de porcelana:

25. 490 g de una resina pulverulenta de melamina con una relación molar M.F de 1:1,6, condensada hasta una compatibilidad con el agua (g de resina : g de agua) de 1:3,1 y acelerada con 2 % de acetato de n-dietiletanolamina,
- 100 g de celulosa (fibrosa) pulverizada
- 700 g de dióxido de titanio (rutilo RN-56),
- 9 g de pigmento blanco (marca registrada)



"Sachtolith")

y

1 g de estearato de zinc.

5. La masa de prensa así preparada se comprimió a 150°C durante 8 minutos, formando varillas de prueba DIN en las que se midieron las propiedades siguientes:

Resistencia a la flexión DIN 53452	kp/cm ²	570
Tenacidad al impacto DIN 53453	cmkp/cm ²	2,4
Peso específico	g/cm ³	2,0 aprox.

10. EJEMPLO 5

En un molinó de bolas de porcelana de 4,5 litros de capacidad se muelen durante 16 horas, junto con 2,5 kg de bolas de porcelana:

490 g de una resina de melamina como la descrita en el Ejemplo 4

750 g de dióxido de titanio (rutilo RN-56)

9 g de pigmento blanco "Sachtolith" (marca comercial de la firma Sachtleben),

1 g de estearato de zinc

15.

y

50 g de poliamida (copos de nilón).

20. La masa así preparada se comprimió a 150°C durante 8 minutos, formando varillas de prueba DIN en las que se midieron las propiedades siguientes:

25.

Resistencia a la flexión DIN 53452	kp/cm ²	500
Tenacidad al impacto DIN 53453	cmkp/cm ²	1,9
Peso específico	g/cm ³	2,1

EJEMPLO 6

a) Preparación de un endurecedor



25 OCT. 1972

5. En un matraz de 1 litro se calientan a 120°C 340,6 g (2 moles) de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina. Luego, con agitación constante, se instilan y se mezclan en el curso de 30 minutos 377,3 g (2 moles) de resina epoxídica de bisfenol A (5,3 equivalentes de grupos de epóxido por kg). Se origina un aducto que, una vez enfriado, aparece en forma sólida. Se le pulveriza y se determinan las propiedades siguientes:

	Punto de reblandecimiento	63°C
10.	Punto de fusión	78°C
	Equivalente de grupos amínicos por kg	4,18

b) Preparación y elaboración de la masa de prensa conforme al invento

15. En un molino de bolas de porcelana de 4,5 litros se muelen durante 16 horas:

144 g de isocianurato de triglicidilo,
156 g del endurecedor preparado según a) de este ejemplo,

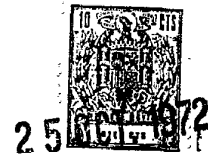
20. 595 g de BaSO₄
100 g de fibras de vidrio molidas

y

5 g de estearato de zinc,
junto con 2,5 kg de bolas de porcelana.

25. La masa así preparada se comprimió a 150°C durante 8 minutos, formando varillas de prueba DIN en las que se midieron las propiedades siguientes:

Resistencia a la flexión DIN 53452	kg/cm ²	650
Tenacidad al impacto DIN 53453	cmkp/cm ²	3,2
Peso específico	g/cm ³	2,1



REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 15544/71 del 26 de Octubre de 1971.

5.

1.- Procedimiento para preparar masa de prensa para la fabricación de piezas prensadas semejantes a la porcelana, como en particular piezas de vasija, artículos sanitarios y ceniceros, de un peso específico de 2,0 - 2,6 g/cm³, a base de resinas sintéticas endurecibles y materias de relleno, caracterizado por combinar con la resina sintética endurecible proporciones calculadas respecto al peso de la masa de prensa, de 30 a 70 % en peso de un relleno mineral de peso específico 3,5 - 6,0 g/cm³ y además de 5 a 20 % en peso de un relleno reforzante en forma de fibras, orgánico o inorgánico.

10.

15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la materia mineral de relleno presenta un peso específico de 4,0 a 5,0 g/cm³.

20.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por comprender, en calidad de relleno mineral reforzante, espato pesado.

25.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por comprender celulosa en calidad de relleno reforzante.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por comprender un aminoplasto en calidad de resina sintética endurecible.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, ca-



racterizado en que el aminoplasto contiene una resina de melamina, una resina de benzoguanamina o una resina mixta de melamina y benzoguanamina.

5. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado en que la resina de melamina o de benzoguanamina contiene, en calidad de plastificante, épsilon-caprolactama o p-toluensulfonamida.

10. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por comprender, en calidad de resina sintética endurecible, una resina de ftalato de dialilo.

9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por comprender en calidad de resina sintética endurecible, una resina epoxídica con endurecedores.

15. 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por comprender de 45 a 70 % de relleno mineral, calculado respecto al peso de la masa de prensa.

20. 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por comprender de 5,0 a 10 % de relleno reforzante, calculado respecto al peso de la masa de prensa.

12.- Procedimiento para preparar masa de prensa para la fabricación de piezas prensadas semejantes a la porcelana.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 14 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 25 de Octubre de 1972

p.a.

JAIIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO