



4 1 1 2 6 9

P.- 53.368
2573 S/VNP

MEMORIA DESCRIPTIVA para solicitar

PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA Por VEINTE años

A nombre de STAMICARBON B.V.

entidad holandesa *F.C. 23-9-75*
Int. Cl. C08g
establecida en van der Maassenstraat 2, Heerlen, Holanda.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SOLUCION DE RESINA DE MELAMINA-FORMALDEHIDO"

(Clase Internacional C08g)

411269



Esta invención se refiere a un procedimiento para preparar soluciones de resina de melamina-formaldehído que tienen propiedades mejoradas,

Las soluciones de resina de melamina-formaldehído se preparan usualmente por reacción de melamina y formaldehído en un medio acuoso, utilizando una proporción molar formaldehído:melamina comprendida entre 1:1 y 6:1, preferiblemente entre 1,5:1 y 2,5:1, a un pH comprendido entre 8 y 10 y a una temperatura comprendida entre 85°C y el punto de ebullición de la mezcla de reacción. Las soluciones de resina así preparadas se utilizan principalmente para la impregnación de papel para la preparación de materiales estratificados y como material básico para polvos de moldeo. Uno o más compuestos se pueden añadir como modificaciones antes de, durante o después de la preparación de la resina, para mejorar las propiedades de la solución de resina y las de los productos en los cuales se utilizan las mismas.

La invención está orientada a la provisión de un modificador sencillo y de bajo coste para uso en la preparación de soluciones de resina de melamina-formaldehído, y que da como resultado mejoras en las propiedades de la solución de resina, en particular la estabilidad durante el almacenamiento y en la resistencia al cambio de viscosidad, y en las propiedades de los productos que incorpo-

411269

27 MAR 1973

ran tal resina, p.ej. el grado de brillo, la continuidad de la superficie y la extensión en que los objetos, después de la compresión, se adhieren a la placa pulimentada utilizada en el procedimiento de estratificación.

5 Se ha encontrado, de acuerdo con la invención, que se puede utilizar un silicato soluble en agua como modificador para lograr un efecto satisfactorio en la preparación de soluciones de resina de melamina-formaldehido, particularmente para uso en la impregnación de papel decorativo a emplear en la fabricación de cartones estratificados fabricados con papel viejo.

10 Así, la invención proporciona un procedimiento para preparar una solución de resina de melamina-formaldehido por reacción de melamina y formaldehido en un medio alcalino, en el cual se incorpora un silicato soluble en agua a la resina o a la mezcla de reacción de resina antes y/o durante y/o después de la reacción de condensación.

15 En una realización del procedimiento de acuerdo con la invención, una solución acuosa de uno o más silicatos se añade a la solución de formaldehido antes de la reacción de condensación y/o se añade a la mezcla de reacción durante la reacción de condensación. Debido al carácter alcalino de la solución de silicato, el pH de la solución de formaldehido antes de que se inicie la reacción

411269



y el pH de la mezcla de reacción durante la reacción se pueden controlar por la adición de la solución de silicato en lugar de por la adición de sosa cáustica o carbonato sódico, como ha sido la práctica hasta ahora.

5 La cantidad máxima de silicato soluble en agua utilizada en esta realización del procedimiento de acuerdo con la invención depende, entre otras cosas, del silicato utilizado en particular, esto es, del ca-
tión presente en el silicato y de la proporción molar ca-
tión:SiO₂. Cuando se añade una solución de silicato de
10 tetraetanolamonio (proporción molar SiO₂:catión de 22:1), el contenido de SiO₂ de la solución de resina puede ser aproximadamente de 0,15% en peso como máximo. Cuando se utiliza una solución de silicato sódico (proporción molar
15 SiO₂:Na₂O de 3:1), se emplea un contenido máximo de SiO₂ de aproximadamente 0,10% en peso, basado en la solución de resina total.

La adición de cantidades mayores de solución de silicato conduce a la formación de soluciones
20 de resina que tienen escasa estabilidad durante el almacenamiento y que tienden a gelatinizarse. Cuando se utiliza una solución de silicato sódico, una cantidad correspondiente con un contenido de SiO₂ de la solución de resina comprendido entre 0,08 y 0,09% en peso será suficien-
25 te en la mayor parte de los casos para mantener el pH antes

411269



de y durante la reacción de condensación en el valor deseado.

Las soluciones de resina obtenidas de acuerdo con la invención muestran un descenso menos pronunciado del pH y un aumento menos pronunciado en la viscosidad durante el almacenamiento, que los que presentan las correspondientes soluciones de resina que se han preparado utilizando carbonato sódico o sosa cáustica como agentes controladores del pH.

Silicatos particulares solubles en agua para uso de acuerdo con la invención son silicato de litio, silicato de sodio, silicato de potasio y silicato de amonio cuaternario. Se obtienen resultados particularmente satisfactorios mediante el empleo de soluciones acuosas de silicato sódico (vidrio soluble), que contienen preferiblemente de 10 a 20% en peso de SiO_2 .

Pueden incorporarse otros modificadores antes, durante o después de la reacción de condensación. El efecto de la adición del silicato es evidente en grado máximo, sin embargo, en las soluciones de resina que no contienen otros tipos de modificadores.

Cuando la solución acuosa de silicato se añade a la solución de resina de melamina-formaldehído de acuerdo con la invención después de haber terminado la reacción de condensación, las soluciones de resina que contienen si-

411269

27



licato así obtenidas son particularmente adecuadas para impregnación de papel y otros materiales fibrosos y tejidos que hayan de someterse a una etapa de transformación subsiguiente para formar materiales estratificados. Las soluciones de resina que contienen silicato obtenidas de acuerdo con la invención pueden, si se desea, transformarse en polvos de moldeo.

La adición de una solución de silicato a una solución de resina de melamina-formaldehído de acuerdo con la invención proporciona muchas ventajas. La impregnación de papel y similares con tales soluciones de resina transcurre suavemente y los aparatos empleados en la impregnación se pueden limpiar fácilmente después de completarse la operación. La superficie secada del material impregnado tiene un aspecto atractivo y es uniforme.

El contenido de material volátil del papel secado impregnado con una solución de resina que contenga silicato obtenida de acuerdo con la invención puede estar comprendido, por ejemplo, entre 4,5 y 7% o más, sin detrimento de la calidad del material estratificado producido, en particular de la compacidad de la superficie. El contenido de material volátil del papel impregnado con resinas exentas de silicato previamente utilizadas, ejerce un efecto comparativamente perjudicial sobre estas propiedades.

411269



Una ventaja particularmente importante de las resinas obtenidas de acuerdo con la presente invención es que cuando un papel impregnado con una tal resina se comprime para formar un material estratificado, el
5 estratificado no se pega a la placa pulimentada utilizada en el procedimiento de estratificación. Esto reduce en gran manera el riesgo de deterioro de la superficie del material estratificado y contribuye a la facilidad de separación del producto acabado de la prensa.

10 La superficie de los materiales estratificados así obtenidos es más continua, esto es, contiene menos porosidades que la superficie de los materiales estratificados obtenidos con el empleo de soluciones de resina que no contengan modificadores de silicato solubles en agua,
15 mientras que el brillo y la resistencia al agrietamiento son también muy satisfactorios y la resistencia al desgaste puede mejorarse algo. Para obtener la misma velocidad de curado, las soluciones de resina anteriormente utilizadas tenían que llevarse a un pH comprendido entre 7,5 y 8, mientras
20 que una solución de resina obtenida de acuerdo con la invención se lleva a un pH comprendido entre 8,0 y 8,4. Es notable que con un tal pH relativamente alto, la solución de resina de acuerdo con la invención se puede utilizar para la preparación, por un procedimiento de estratificación convencional, de materiales estratificados curados que tienen una
25

411269



resistencia excelente al agrietamiento.

Las soluciones de resina de acuerdo con la invención que contienen modificadores además de una solución de silicato soluble en agua son particularmente útiles si la solución de resina y/o el papel impregnado con resina han de tratarse en condiciones desfavorables, y es por esta razón que las soluciones de resina obtenidas de acuerdo con la invención, llevadas preferiblemente a un pH de 7,6 a 7,9, son particularmente apropiadas para la impregnación de papel decorativo que se presione sobre cartón fabricado con papel viejo para formar un cartón estratificado fabricado con papel viejo por el procedimiento denominado de "Kurztakt" o de "carrera corta", en el cual el papel impregnado se presiona sobre el cartón fabricado con papel viejo durante unos pocos segundos en una prensa calentada, después de lo cual el material estratificado formado se retira de la prensa y se deja enfriar.

Cuando se añade una solución concentrada de silicato a la solución de resina de melamina-formaldehído, existe cierto riesgo de floculación y formación de gel, y para reducir al mínimo tales efectos se prefiere utilizar una solución que contenga de 10 a 20%, preferiblemente aproximadamente 15%, en peso, de silicato. Para inhibir la floculación y la formación de gel irreversible, el pH de la solución de resina debería ser durante y después de la adición de la solución de silicato menor de 10, preferiblemente menor de 9. El

411269

27 MAR 1973



pH se puede mantener fácilmente en el valor requerido por la adición de ácido, p.ej., ensayo antes de la adición de silicato de junto con el silicato, preferiblemente en forma de una solución ácida estable durante el almacenamiento de un silicato en agua como se describe más adelante en esta memoria. En los casos apropiados se puede añadir una cantidad suficiente de ácido para catalizar la solución de resina, p.ej., a un pH comprendido entre 8,0 y 8,4 ó entre 7,6 y 7,9. Preferiblemente, cuando se añade un silicato después de haberse completado la reacción de condensación, el silicato se añade en una cantidad que se corresponde con 0,2 a 1,5% en peso de SiO_2 basado en la solución de resina total. La adición de cantidades menores produce un efecto insignificante, y cantidades mayores no proporcionan ventaja adicional alguna y pueden hacer aumentar el riesgo de gelificación en la solución de resina que contiene el silicato.

Se obtienen resultados particularmente satisfactorios por el empleo de silicato sódico (vidrio soluble) como silicato, en una cantidad que corresponde a un contenido de SiO_2 comprendido entre 0,3 y 0,7% en peso de SiO_2 . La cantidad máxima de silicato soluble en agua que puede añadirse sin riesgo de que la solución de resina se gelifique o se vuelva turbia, depende del silicato añadido en particular. Así, el uso de una solución de silicato de tetraetanolamonio (SiO_2 /ca-
tión = 22:1) entraña un contenido máximo de SiO_2 de 1,5% en

411269

27



peso, y el uso de una solución de silicato sódico
($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3,3:1$) requiere un contenido máximo de SiO_2
comprendido entre 0,8 y 0,9% en peso.

5 Cuando se añaden simultáneamente un ácido
y silicato a la solución de resina, se prefiere que se añada
una solución preformada de ácido-silicato. No obstante,
tales soluciones ácido-silicato generalmente no son estables,
dependiendo el grado de inestabilidad del tipo de ácido,
del pH y del contenido de silicato de la mezcla, y tales
10 soluciones tienden a gelificarse al cabo de unas cuantas
horas. Una solución que tenga un pH mayor de 3 y un contenido
de silicato mayor de 3% en peso (calculado como SiO_2) se
gelificará al cabo de unos pocos segundos.

Una característica particular de la presente
15 invención, por consiguiente, es la adición de soluciones ácidas
preformadas y estables durante el almacenamiento de un
silicato en agua, que comprenden agua, un silicato soluble
en agua en una proporción tal que proporcione un contenido de
 SiO_2 comprendido entre 2 y 15% en peso basado en la solución
20 estable total, un ácido del grupo formado por ácido sulfúrico,
un ácido halogenado, ácido fórmico o un ácido aril-sulfónico
en una cantidad suficiente para llevar el pH de la solución
resultante dentro del intervalo de 0,5 a 3,0 y uno o más com-
puestos estabilizadores solubles en agua del grupo formado por
25 alcoholes $\text{C}_1 - \text{C}_{12}$ mono-hidroxilados y/o poli-hidroxilados, al-

411269

27



coholes $C_2 - C_{12}$ poli-hidroxiados esterificados parcial o completamente con uno o más grupos alcoholo $C_1 - C_6$, N,N-dialcohol, amidas de un ácido carboxílico $C_1 - C_4$ en las cuales los grupos alcoholo contienen de 1 a 4 átomos de carbono, sulfóxidos de dialcoholo que contienen grupos alcoholo $C_1 - C_4$, y lactamas $C_4 - C_7$, siendo dicho compuesto estabilizador neutro en solución acuosa y estando presente en una proporción comprendida entre 10 y 50% en peso basada en la solución total.

10 Ejemplos de compuestos estabilizadores que pueden estar presentes en tales soluciones de silicato ácidas y estables durante el almacenamiento, son etilen-, dietilen-, trietilen- y tetraetilen-glicol, dipropilen-glicol, glicerina, fenoxietanol, los éteres mono-metílicos, 15 -etilílicos, -propílicos y -butílicos de dietilen- y trietilenglicol, los éteres dimetílicos, dietílicos, dipropílicos y dibutílicos de dietilenglicol y trietilenglicol, sulfóxido de dimetilo y de dietilo, dimetil- y dietilformamida, γ -butíro-, δ -valero-, y ϵ -caprolactama, y N-metilpirrolidona. 20

Tales soluciones ácidas estables durante el almacenamiento se pueden preparar por mezclado de una solución acuosa del silicato soluble en agua con una solución acuosa de dicho ácido, para proporcionar una mezcla que tenga un pH comprendido entre 0,5 y 3,0, y adición subsiguiente 25

411269



de uno o más de los compuestos estabilizadores.

Preferiblemente, la solución acuosa citada del silicato se añade a la solución de dicho ácido, con agitación. Para evitar la gelificación debida a un aumento local excesivo del pH, se prefiere añadir la solución de silicato a través de un tubo bajo la superficie de la solución ácida. Se añaden después los estabilizadores citados, añadiéndose como tales los estabilizadores líquidos y añadiéndose los estabilizadores sólidos preferiblemente en forma de una solución.

A continuación se dan varios Ejemplos de preparaciones de soluciones de silicato ácidas preformadas y estables durante el almacenamiento:

Preparación 1

Se preparó una solución de silicato ácida añadiendo 340 gramos de una solución al 18% en peso de silicato sódico (proporción molar $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3,3:1$) a 425 gramos de una solución al 25% en peso de ácido toluensulfónico monohidratado en agua, con agitación y a través de un tubo que descargaba por debajo de la superficie líquida de la solución ácida. Se añadieron posteriormente a la mezcla 235 gramos de éter monoetilico de trietilenglicol. La solución resultante tenía un pH de aproximadamente 1,2 y una estabilidad durante el almacenamiento de aproximadamente 60 días a 18°C.



411269

Preparación 2

Se preparó una solución ácida de silicato a partir de 340 gramos de una solución al 10% en peso de silicato sódico y 425 gramos de una solución al 25% en peso de ácido toluensulfónico de la manera descrita en la Preparación 1. Se añadieron después 300 gramos de una solución del 75% de caprolactama. La solución resultante tenía una estabilidad al almacenamiento de aproximadamente 15 días a 18°C.

10 Preparación 3

De la manera descrita en la Preparación 1, se preparó una solución ácida de silicato a partir de 355 gramos de una solución al 18% en peso de silicato sódico, 445 gramos de una solución al 25% de ácido toluensulfónico y 250 gramos de dimetilformamida. La solución resultante tenía una estabilidad al almacenamiento de aproximadamente 45 días a 18°C.

Preparación 4

De la manera descrita en la Preparación 1, se preparó una solución ácida de silicato partiendo de 355 gramos de una solución de vidrio soluble al 18%, 445 gramos de una solución al 25% de ácido toluensulfónico y 250 gramos de sulfóxido de dimetilo. La solución resultante tenía una estabilidad durante el almacenamiento de aproximadamente 45 días a 18°C.



411269

Soluciones ácidas estables durante el almacenamiento particularmente útiles de un silicato en agua comprenden agua, silicato en una proporción tal que proporcione entre 3 y 8% en peso de SiO₂ basado en la solución total, ácido tolueno-sulfónico en una cantidad suficiente para llevar el pH de la solución resultante hasta un intervalo comprendido entre 0,5 y 1,5, y uno o más compuestos estabilizadores solubles en agua del grupo formado por alcohol-, dialcohol- y trialcohol-glicoles, monoalcohol-ésteres y dialcohol-ésteres de dichos glicoles en los cuales los grupos alcohilo contienen de 1 a 4 átomos de carbono, ϵ -caprolactama y N,N-dialcohol-formamida donde los grupos alcohilo contienen de 1 a 4 átomos de carbono, estando presente dicho compuesto estabilizador en una cantidad comprendida entre 20 y 40% en peso basada en la solución total.

La estabilidad de la solución de resina que incorpora la solución de silicato es de medio día a tres días, dependiendo de la cantidad de silicato añadida. Una solución de resina catalizada que contenga 0,6% en peso de SiO₂ permanece estable durante un periodo de tiempo comprendido entre 12 y 16 horas, lo cual proporciona tiempo suficiente para preparar un suministro de resina catalizada y que contiene silicato adecuado para una jornada o turno de trabajo. La mezcla de la solución de resina catalizada que contiene si-

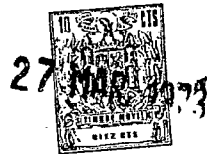
411269



licato con un volumen cuatro a cinco veces mayor de solución de resina no catalizada que no contenga sustancialmente nada de silicato proporciona una solución de resina que permanecerá estable durante varios días. Los residuos de solución de resina que contiene silicato no necesitan ser desechados, por consiguiente.

Las dos realizaciones del procedimiento de acuerdo con la invención tal como se ha descrito anteriormente en esta memoria, pueden utilizarse en combinación, si se desea. En caso de que se requiera preparar una solución de resina que tenga un contenido de silicato comprendido entre 0,3 y 0,7% de SiO_2 , es ventajoso añadir, durante la preparación, un silicato soluble en agua como agente controlador del pH, y añadir el resto del silicato inmediatamente antes de la utilización.

En el procedimiento de acuerdo con la invención, el silicato se utiliza en la forma de una solución acuosa que puede contener partículas de silicato que tengan un carácter semejante a gel o coloidal, por ejemplo después del almacenamiento durante un largo período de tiempo. Debe entenderse que el término "solución de silicato", tal como se utiliza en esta memoria y en las reivindicaciones de la misma, incluye combinaciones de agua y silicato y posiblemente otros aditivos que pueden considerarse como una solución para fines prácticos y en las cuales la propor



411269

ción principal del silicato está presente en un estado di
suelto.

La adición de sílice coloidal (sol de
sílice) a una solución de resina de melamina-formaldehído
5 en cantidades correspondientes a entre 0,05 y 1,5% en pe-
so de SiO_2 referidas a la solución de resina total, no
tiene prácticamente influencia alguna sobre las propieda-
des de la solución de resina o de los artículos prepara-
dos con ella.

10 La reacción de condensación subsiguien-
te se efectúa de manera convencional. Si es necesario, el
medio de reacción puede estar constituido por una mezcla
de agua y un alcohol.

A continuación se dan los siguientes

15 Ejemplos:

Ejemplo 1

Se preparó una solución de resina de me
lamina-formaldehído que contenía silicato introduciendo 690
partes de formalina al 30% en un reactor ajustando el con-
20 tenido a un pH de 9,0 por adición de una solución de vidrio
soluble al 18% ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3,3 : 1$), y añadiendo subsiguien-
temente 504 partes de melamina y 90 partes de agua y calen-
tando la mezcla a 95°C hasta que se alcanzó un grado de con-
densación indicado por una tolerancia de agua de 1,1 g de
25 agua/g de resina producida.

411269



Una vez que se hubo completado la reacción, el pH de la solución se elevó a 9,7 por adición de vidrio soluble. La solución de resina contenía una cantidad de silicato sódico que correspondía a 0,08% en peso de SiO₂.

5 A fines de comparación, se prepararon dos soluciones de resina de la misma manera utilizando, no obstante, solución de hidróxido sódico y una solución de carbonato sódico, respectivamente, como agentes controladores del pH.

10 Se comparó la variación en la viscosidad y en el valor de pH durante el almacenamiento a 20°C de las tres soluciones resultantes, y los resultados de las determinaciones de viscosidad se presentan en la Tabla 1, de cuyo examen puede observarse que la viscosidad de la resina preparada de acuerdo con la invención es la que experimenta un aumento menor. El pH de la resina que contiene silicato permanece constante durante 25 días a 9,7, mientras que el pH de la solución de resina preparada con utilización de carbonato sódico disminuye en 20 días desde 9,7 a 9,6, y el de la resina preparada con sosa cáustica disminuye en 15 días desde 9,7 a 9,1.

411269

27



Tabla 1

	Preparada con vidrio soluble		Preparada con sosa cáustica		Preparada con carbonato sódico		
	viscosidad	aumento	viscosidad	aumento	viscosidad	aumento	
	cp	%	cp	%	cp	%	
5							
10	comienzo	25	-	30	-	26	-
	después de 5 días	26	4	33	10	28	7,5
	después de 10 días	27	8	36	20	30	15,5
	después de 15 días	27,5	10	41	36	31,5	21
15	después de 20 días	28	12	-	-	32,5	25
	después de 25 días	29	16	-	-	-	-

Ejemplo II

20 De la manera descrita en el Ejemplo I, se prepararon soluciones de resina con grados de condensación diferentes (expresados como tolerancia de agua, en g de agua/g de resina), con utilización de vidrio soluble como agente de control del pH de acuerdo con la invención, y para compara-



27 MAR 1973

411269

ción con el empleo de sosa cáustica y carbonato sódico respectivamente como agentes de control del pH. Se determinó la estabilidad de estas resinas diferentes, sin modificar, a 20°C, y los resultados se indican en la Tabla 2.

5 Tabla 2

		Estabilidad máxima, en días, a diferentes grados de condensación				
		1,25 g/g	1,15 g/g	1,05 g/g	0,95 g/g	0,85 g/g
10	vidrio soluble	26	26	22	19	-
	carbonato sódico	20	20	19	13	10
	sosa cáustica	-	-	15	10	7

15

Ejemplo III

Este Ejemplo está orientado a la adición de una solución de silicato sódico a una solución de melamina-formaldehído, y al tratamiento de soluciones de resina que contienen silicato.

20

En un reactor de acero de 60 litros se preparó una solución de resina de melamina-formaldehído de manera convencional,



411269

teniendo la solución una proporción molar de formaldehído a melamina de 1,62 y utilizándose los modificadores co-condensados siguientes: ϵ -caprolactama a 3,4% en peso, o.p.-toluensulfonamida a 4,35% en peso, y azúcar refinado en cristales a 1,8% en peso, estando basados los porcentajes en la melamina. Antes de la iniciación de la reacción, el pH de la formalina al 30% se ajustó a 9,7 por adición de 13% en peso de solución de silicato sódico ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3,3 : 1$). Se obtuvo una solución de resina que podía diluirse con 0,7 g de agua por g de resina, teniendo la solución un contenido teórico de sólidos de 55% en peso y un contenido de SiO_2 de 0,086% en peso.

Varias muestras de esta solución de resina, con y sin adición de 13,7% en peso de solución de silicato sódico, se llevaron a un pH particular por adición de ácido fórmico. Empleando las soluciones de resina catalizadas así obtenidas se impregnaron papeles para decoración, se secaron hasta un contenido predeterminado de materia volátil y se prensaron subsiguientemente sobre cartón fabricado con papel viejo a 150°C a una presión de 20 kg/cm², en un ciclo de tratamiento que comprendía calentamiento durante 3 minutos, un tiempo de reposo de 6 minutos, seguido por enfriamiento durante 3 minutos. Se determinaron de este modo las propiedades de los materiales estratificados así obtenidos. En todos los casos, la resistencia al agrietamiento estaba comprendida en-



27 MAR. 1973

411269

tre satisfactoria y excelente, al igual que la resistencia
contra el vapor de agua y el agua hirviente. El brillo se de-
terminó visualmente. La compacidad de la superficie se deter-
minó aplicando una capa de crema negra para calzado a la su-
5 perficie. El grado de continuidad de las superficies era in-
versamente proporcional al número de manchas negras que que-
daban visibles. El grado de curado se determinó por medio
del ensayo de Kiton, utilizando como reactivo una solución de
2,5 cm³ de una solución al 3% de un colorante (Kitomechtrot BL)
10 en 1 litro de ácido clorhídrico 2 N. Se transfirieron 5 gotas
de reactivo a la superficie del material estratificado y se
cubrieron con un vidrio de reloj. Al cabo de 1 hora, se lavó
la superficie con agua y se determinó el grado de coloración
de la superficie. El grado de curado de la resina era inver-
15 samente proporcional a la coloración de la superficie.

Las propiedades de la solución de resina
y de los cartones estratificados fabricados con papel viejo ob-
tenidos se indican en la Tabla 3. Las cifras de evaluación tie-
nen el significado siguiente: 1 - excelente; 2 - satisfactorio;
20 3 - aceptable; 4 - deficiente; 5 - muy deficiente.

18.3.73
FG



2

411269

411269

Tabla 3

Núm.	% de SiO ₂ en la solución de resina	pH antes de la impregnación	% de material volátil	Compacidad de la superficie	brillo	grado de curado (ensayo de Kilon)
1	0,086	8,3	5,87	3-4	1-2	3
2	0,086	8,3	5,39	2	1-2	3
3	0,086	8,0	6,22	3-4	1	2-3
4	0,086	8,0	5,61	1-2	1	2
5	0,086	8,0	4,92	1-2	1	1-2
6	0,086	7,7	6,48	3-4	1	2
7	0,086	7,7	5,86	1-2	1	2
8	0,086	7,7	5,03	1	1	1-2
9	0,086	7,4	6,67	3	1	2
10	0,086	7,4	5,76	2-3	1	2
11	0,086	7,4	5,48	1	1	1-2
12	0,086	7,4	4,92	2	1	1-2
13	0,340	8,3	6,51	4-5	1-2	2
14	0,340	8,3	5,75	2	1	1-2
15	0,340	8,3	4,07	1-2	1	2
16	0,340	8,0	7,13	2	2	2
17	0,340	8,0	5,83	2	2	2
18	0,340	8,0	4,84	1	1	1-2
19	0,340	7,7	7,63	2	1	1-2



27 MAR 1954

411269

411269

Tabla 3 (continuación)

Ensayo N°m.	% de SiO ₂ en la solución de resina	pH antes de la impregnación	% de material volátil	Capacidad de la superficie	brillo	grado de curado (ensayo de Kiton)
20	0,340	7,7	5,71	1	1	1-2
21	0,340	7,7	4,61	2	1	1-2
22	0,730	8,3	6,59	2	3	2
23	0,730	8,3	5,79	1-2	2	2
24	0,730	8,3	4,68	1-2	1-2	2-3
25	0,730	8,0	6,86	1	2-3	2
26	0,730	8,0	5,82	1	2	1-2
27	0,730	8,0	5,43	1	2	2
28	0,730	8,0	4,32	2	1	2

-23- Pri

411269

Tabla 3 (continuación)

Ensayo Núm.	% de SiO ₂ en la solución de resina	pH antes de la impregnación	% de material volátil	Capacidad de superficie
5				
20	0,340	7,7	5,71	1
21	0,340	7,7	4,61	2
22	0,730	8,3	6,59	2
10 23	0,730	8,3	5,79	1-2
24	0,730	8,3	4,68	1-2
25	0,730	8,0	6,86	1
26	0,730	8,0	5,82	1
27	0,730	8,0	5,43	1
15 28	0,730	8,0	4,32	2

27 MAR



411269

de material látex	Capacidad de la superficie	brillo	grado de curado (ensayo de Kiton)
----------------------	-------------------------------	--------	--------------------------------------

5,71	1	1	1-2
4,61	2	1	1-2
6,59	2	3	2
5,79	1-2	2	2
4,68	1-2	1-2	2-3
6,86	1	2-3	2
5,82	1	2	1-2
5,43	1	2	2
4,32	2	1	2

411269 27 MAR 1972



propiedades, tales como brillo y resistencias química y mecánica, eran al menos equivalentes a los mejores resultados obtenidos con soluciones de resina que se habían modificado con compuestos distintos de los silicatos.

5 La presente solicitud que corresponde a las presentadas en Holanda, el 5 de Febrero de 1.972, bajo el número 7201532 y el 28 de Julio de 1.972, bajo el número 7210402 (parcial), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un procedimiento para preparar una

18.3.73
FC

- 25 -



411269



solución de resina de melamina-formaldehído por reacción de melamina y formaldehído en un medio alcalino, en el cual se incorpora un silicato soluble en agua a la resina o a la mezcla de reacción de resina antes y/o durante y/o después de condensación.

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el que dicha solución acuosa de silicato se incorpora a la mezcla de reacción en una cantidad tal que se mantenga el pH de la mezcla de reacción en un valor comprendido entre 8 y 10.

3ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en el que después de la terminación de la reacción de condensación se añade un silicato soluble en agua a la solución de resina mientras que se mantiene el pH de la solución de resina en un valor inferior a 10.

4ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3ª, en el que se incorpora a la solución de resina una solución ácida de silicato preformada estable al almacenamiento.

5ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4ª, en el que dicha solución preformada comprende agua, un silicato soluble en agua en una proporción tal que proporcione un contenido de SiO₂ comprendido entre 2 y 15% en peso basado en la solución estable total, un ácido del grupo formado por ácido sulfúrico, un ácido halo



411269



genado, ácido fórmico o un ácido aril-sulfónico en una cantidad suficiente para llevar el pH de la solución resultante dentro del intervalo comprendido entre 0,5 y 3,0 y uno o más compuestos estabilizadores solubles en agua del grupo formado por alcoholes $C_1 - C_{12}$ mono-hidroxilados y/o poli-hidroxilados, alcoholes $C_2 - C_{12}$ poli-hidroxilados esterificados parcial o completamente con uno o más grupos alcohol $C_1 - C_6$, N,N-dialcohol-amidas de un ácido carboxílico $C_1 - C_4$ en las cuales los grupos alcohol contienen de 1 a 4 átomos de carbono, sulfóxidos de dialcohol que contienen grupos alcohol $C_1 - C_4$, y lactamas $C_4 - C_7$, siendo dicho compuesto estabilizador neutro en solución acuosa y estando presente en una proporción comprendida entre 10 y 50% en peso basada en la solución total.

6ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5ª, en el que dicha solución preformada comprende agua, silicato en una proporción tal que proporciona entre 3 y 8% en peso de SiO_2 basado en la solución total, ácido toluensulfónico en una cantidad suficiente para llevar el pH de la solución resultante dentro del intervalo comprendido entre 0,5 y 1,5, y uno o más compuestos estabilizadores solubles en agua del grupo formado por alcohol-, dialcohol- y trialcohol-glicoles, monoalcohol-ésteres y dialcohol-ésteres de dichos glicoles en los cuales los grupos alcohol contienen de 1 a 4 átomos de carbono, ϵ -caprolactama



411269



y N,N-dialcohol-formamida en la que los grupos alcohol
contienen de 1 a 4 átomos de carbono, estando presente di-
cho compuesto estabilizador en una cantidad comprendida
entre 20 y 40% en peso basado en la solución total.

5 7*.- Un procedimiento de acuerdo con
cualquiera de las reivindicaciones 3* a 6*, en el que el
silicato se incorpora en una cantidad tal que proporcione
un contenido de SiO₂ en la solución de resina comprendido
entre 0,2 y 1,5% en peso basado en la solución total.

10 8*.- Un procedimiento de acuerdo con
la reivindicación 7*, en el que el silicato se incorpora
en una cantidad tal que proporcione un contenido de SiO₂
comprendido entre 0,3 y 0,7% en peso.

15 9*.- Un procedimiento de acuerdo con
cualquiera de las reivindicaciones 1* a 8*, en el que dicho
silicato soluble en agua es silicato sódico.

10*.- UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR
UNA SOLUCION DE RESINA DE MELAMINA-FORMALDEHIDO.

20 Tal y como se ha descrito en la Memo-
ria que antecede y para los fines que se han especifica-
do.



411269

27



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

Madrid, 27 MAR, 1973

P.A.

Alberto de Ezcurra
Por Facet

18.3.73 FC

- 29 -

