



412292
412292

PATENTE DE INVENCION

Case No. BIP 1448.

F.E. 2-4-75

Cl. (08)

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES
AMINOPLASTICAS DE MOLDEO.

Solicitante: BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED, entidad inglesa,
residente en 77 Fountain Street, Manchester M2 2EA,
Inglaterra.

Esta invención se relaciona con perfeccionamiento en composiciones de moldeo de amino rellenas.

Durante muchos años, las composiciones de moldeo aminoplásticas se han producido a partir de re-

5. sinas aminoplásticas rellenas con materiales absorbentes



5. como son la celulosa y serrín. Dichos materiales de relleno son relativamente costosos. En los últimos años, se han utilizado composiciones de moldeo aminoplásticas para moldear artículos por moldeo por inyección, además del moldeo por compresión normal, pero las composiciones, en general, no tienen propiedades de flujo suficientemente buenas para utilizarse satisfactoriamente en máquinas modernas de moldeo por inyección a gran velocidad.

10. Por consiguiente, el presente invento tiene por objeto evitar o mitigar los inconvenientes que suponen los costos relativamente elevados de los materiales de relleno y las propiedades de fluencia relativamente deficientes de las composiciones de moldeo aminoplásticas (amino).

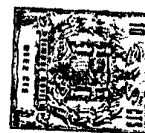
15. Hemos descubierto que se pueden producir composiciones de composiciones de moldeo aminoplásticas sorprendentemente mejoradas empleando como material de relleno, o como una parte del material de relleno, ciertos materiales aminoplásticos en forma particulada curada.

20. Según el presente invento, se proporciona una composición de moldeo aminoplástica donde el material de relleno comprende, al menos en parte, un material aminoplástico particulado curado que tiene una absorbencia de por lo menos 2,0 cc de agua por gm.

25. La "absorbencia", según se emplea en la presente memoria y en las reivindicaciones, es aquella que se determina masticando un gramo del material aminoplástico curado particulado en un sustrato no absorbente, como puede ser una hoja de cristal, mientras se añade agua al material, definiéndose la absorbencia como el volumen

30.

412292



máximo de agua absorbida por el material sin que sea perceptible visualmente la separación de agua. Esta prueba se realiza a temperaturas del ambiente.

5. Para los fines de esta memoria descriptiva, el material aminoplástico con una absorbencia de por lo menos 2,0 cc de agua por gm se considera hidrófilo.

10. Un material aminoplástico preferido de una forma particular es aquel en forma de una espuma de urea-formaldehido desintegrada. Se puede preparar a partir de una solución de resina de urea-formaldehido y una solución endurecedora, añadiendo un agente humectante (según se define en adelante), antes o después de formar la espuma pero antes de endurecer el componente resinoso de la espuma. El agente humectante es en general un agente tensioactivo, cuyo efecto principal es hacer que, cuando se endurece, pierda humedad, si no toda, de su carácter de otro modo inherentemente hidrófobo, y contrasta con aquellos agentes tensioactivos que se suelen utilizar como agentes formadores de espuma (y/o estabilizadores de la espuma). Es preferible añadir el agente humectante a la solución de resina de urea-formaldehido antes de la etapa de formación de espuma y utilizar al menos el doble de agente humectante que el agente formador de espuma presente en la solución de resina de urea-formaldehido. También se puede incorporar al menos parte del agente humectante en la solución endurecedora. El agente humectante de mayor preferencia es un condensado de óxido de etileno hidrosoluble de una mezcla de alcoholes grasos sintéticos, conocida como "EMPILAN KA 590".

30. También se pueden obtener espumas desintegra-



das particuladas empleando un agente tensioactivo que actúe como agente formador de espuma y como agente humectante (véase el ejemplo H más adelante).

- Según se observará por los ejemplos expuestos más adelante, se pueden utilizar otros materiales aminoplásticos curados particulados. No obstante, los materiales aminoplásticos de preferencia tienen las propiedades importantes de desecarse durante el secado o durante su mezcla con la resina aminoplástica de las composiciones de moldeo, para formar el material particulado de gran área superficial, y tienen además la propiedad de absorber más agua que los materiales de relleno normales de papel (alfacelulosa). El material aminoplástico se puede modificar empleando un aditivo hidromiscible como es el etilenglicol. Se comprenderá que el material aminoplástico del relleno no tiene relleno en sí.
- 5.
- 10.
- 15.

- En virtud de la naturaleza absorbente de los materiales de relleno utilizados según este invento, la mezcla de las composiciones se efectúa preferentemente empleando una técnica en húmedo, mediante la cual el material de relleno se dispersa en un jarabe de resina aminoplástica acuoso. Como variante la mezcla se puede realizar en seco. El material de relleno (en general) tiene preferentemente una absorbencia mínima de por lo menos un centímetro cúbico de agua por gramo; no obstante, en la forma preferente de llevar a la práctica este invento, el material de relleno tendrá una absorbencia comprendida aproximadamente entre 2,0 y 7,0 cc de agua por gm.
- 20.
- 25.

- La absorbencia del material aminoplástico dependerá inter alia en el estado físico del material ami-
- 30.



noplástico, y de la cantidad de agente humectante utilizada en su preparación. La cantidad de material aminoplástico empleada como material de relleno o como componente de relleno, será variable según sea su absorbencia.

5. Los materiales de relleno mezclados de preferencia, comprenden de 3 a 70 % en peso de material aminoplástico, y del 70 al 30 % de un material de relleno a base de celulosa; un material de relleno de mayor preferencia es un material de urea-formaldehído en partes iguales: Alfacelulosa. La relación entre la resina aminoplástica y el material de relleno es preferiblemente del orden de 6:1 a 1:1; según se ha indicado anteriormente, la relación estará determinada por la absorbencia del material de relleno.
- 10.

15. Los ejemplos que siguen se exponen para ilustrar las modalidades de preferencia del presente invento con mayor detalle.

- El ejemplo A ilustra la fabricación de un material aminoplástico que se utiliza como material de relleno o como componente de relleno en el presente invento; las variaciones de este procedimiento se ilustran en los datos de la tabla I, por lo que se puede elaborar una serie de materiales de relleno.
- 20.

Ejemplo A

25. Se preparó una solución de resina de urea-formaldehído mezclando 100 partes en peso de una resina apropiada conocida como "BU 700" con 23,7 partes en peso de agua. Se añadió a esta mezcla 0,62 partes en peso de sulfonato de alquilbenceno sódico ("NANSA HS 85 S") y
30. 1,24 partes en peso del agente humectante mencionado an-



teriormente "EMPILAN KA 590".

5. Se preparó una solución endurecedora mezclando 60 volúmenes de una solución endurecedora apropiada conocida como "L 358" con 400 volúmenes de ácido fosfórico al 65 % y 3.590 volúmenes de agua.

Se preparó una espuma de urea-formaldehído a partir de estas dos soluciones. El método y aparato descritos en nuestra patente Británica Nº 1.313.103 se puede utilizar para esta finalidad.

10. Se humedeció la espuma UF curada resultante fácilmente en agua, absorbiendo una muestra de 50 cc aproximadamente 49 gm de agua en inmersión (6,5 cc/gm).

15. Se trituró la espuma curada mecánicamente para obtener un material particulado de urea-formaldehído (aminoplástico) utilizable como material de relleno para una composición de moldeo aminoplástica.

Ejemplos B, C, y D

20. Se prepararon 3 materiales de relleno por un procedimiento similar al del ejemplo A, empleando los materiales y las cantidades indicadas en las líneas B,C,D, en la tabla I. Se obtuvo el producto B en forma de espuma, pero la espuma quedó abatida en el medio acuoso para formar la resina particulada de urea-formaldehído (curada). Se preparó el producto C moliendo el producto B; y el producto D era una forma neutralizada del producto B, preparada mezclando producto B en una mezcladora Baker Perkins durante más de 30 minutos con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, ZnO y agua secando a continuación el material resultante a una temperatura de aproximadamente 110° C. hasta alcanzar un contenido de agua libre inferior al 10 %.
- 25.
- 30.

412292



Ejemplos E y F

5. Se prepararon dos materiales de relleno por el procedimiento general del ejemplo A, obteniéndose productos de la misma forma que en el ejemplo B, teniendo el producto F una relación de urea:formaldehído de 1:1,33, en lugar de 1:1,6, como se empleó para los otros materiales de relleno.

Ejemplo G

10. Se preparó un material de relleno por el procedimiento general del ejemplo A, empleando NANSA SSA como el único componente ácido de la solución endurecedora (NANSA SSA es la versión de ácido libre de NANSA HS85S y comprende una solución al 96 % de ácido dodecibenceno sulfónico en agua). El producto tenía la misma forma que en el ejemplo B.
- 15.

Ejemplos H y J

20. Se prepararon dos materiales de relleno por el procedimiento general del ejemplo A, omitiendo el Em-pilan KA 590; se preparó el producto J a partir del producto H del mismo modo que se preparó el producto D a partir del producto B. Los productos tenían la misma forma que los productos B y D, respectivamente.

Ejemplo K

25. Se preparó un material de relleno, similar al producto A excepto que se modificó incluyendo etilenglicol.

Ejemplos L, M, N, y O

30. Se prepararon cuatro materiales de relleno mezclando la solución resinosa en un recipiente y añadiendo el endurecedor, después de lo cual se precipitó urea-



formaldehido particulado. El producto N era una versión M, neutralizado por el procedimiento descrito por el ejemplo D.

5. Los ejemplos que siguen ilustran el empleo de los materiales de relleno anteriores en composiciones de moldeo aminoplásticas.

Ejemplo I (Comparativos)

10. Se obtuvo un material de moldeo de urea-formaldehido normal mezclando 3.664 gm de solución de resina de urea-formaldehido con 896 gm de alfacelulosa, en una mezcladora de dos paletas. Se añadieron 12 gm de un acelerador, 43,5 gm de hexametilentetramina, 14 gm de estearato de zinc, 29 gm de éter monocresilglicerílico y 59 gm de sulfato de bario. Se calentó la mezcla resultante a 15. 60° C. durante 30 minutos y después se secó a 80° C. hasta alcanzar un contenido de agua libre del orden del 1 al 2 %, y se molió el material deshidratado a bolas. Además se añadió un 0,2 % de estearato de zinc. El polvo fino resultante se combinó para obtener un material de moldeo.

20. Ejemplo II

25. Se repitió el procedimiento del ejemplo I, a excepción de que se reemplazaron los 896 gm de material de relleno de alfacelulosa por una mezcla de 448 gm de alfacelulosa y 448 gm de espuma de urea-formaldehido curada y particulada, elaborada por el procedimiento del ejemplo B. Asimismo, se añadió un 0,1 % en peso de hidróxido de calcio para neutralizar el ácido residual en el material de relleno de espuma de urea-formaldehido. La espuma de urea-formaldehido se dividió aún más bajo la 30. acción mezcladora.



Ejemplo III

5. Se repitió el procedimiento del ejemplo I, a excepción de que se reemplazaron los 896 gm de alface-lulosa enteramente por 896 gm del material de relleno del ejemplo B y se añadió un 0,2 % en peso de hidróxido de calcio para neutralizar el ácido residual en el material de relleno.

Ejemplo IV

10. Se repitió el procedimiento del ejemplo III, empleando el material de relleno del ejemplo C, neutralizado según se describe en el ejemplo D con una relación de material de relleno:resina de 60:40.

Tabla I

Ejemplo	Solución de resina, partes en peso (v.g., gm)						
	Resina BU700	Nansa BS85S	Empilan KA590	Teepol 514	Agua	Etilen-glicol	Urea
15. A	100	0.62	1.24	-	23.7	-	-
B,C,D	120	-	0.5	1.0	100	-	-
E	120	0.6	1.0	-	100	-	-
F	120	0.6	1.0	-	100	-	12.8
20. G	100	-	0.42	-	43	-	-
H,J	100	1.4	-	-	40	-	-
K	100	1.8	-	-	27	20	-
L	100	-	0.42	0.84	830	-	-
M	100	-	0.42	-	830	-	-
25. N	100	-	0.42	-	830	-	-
O	100	-	-	0.84	830	-	-



Tabla I (Continuación)

		Partes en peso excepto * que son partes en volumen (v.g., gm,cc) solución endurecedora				
	Ejemplo	Nansa HS85S	65 % H_3PO_3 *	90 % $HCOOH$ *	Nansa SSA	Agua
5.	A	0.08	2.4	-	-	21
	B,C,D	-	1.0	-	-	49
	E	0.05	-	5	-	45
	F	0.05	-	5	-	45
10.	G	-	-	-	10	90
	H,J	0.26	1.4	-	-	70
	K	0.08	2.4	-	-	21
	L	-	11	-	-	167
	M	-	11	-	-	167
15.	N	-	11	-	-	167
	O	-	11	-	-	167

En los ejemplos B y G, se formó una espuma con la solución resinosa y la solución endurecedora se inyectó en la misma formándose una mezcla; en los ejemplos A, H, J y K, la solución endurecedora se convirtió también en espuma antes de mezclarse con la resina hecha espuma.

La tabla II resume las propiedades de los materiales de relleno preparados según se ha indicado anteriormente.



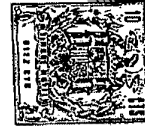
Tabla II

Ejemplo	Forma física de la resina curada	PH del material de relleno	Absorbencia cc H2O/G	Relación resina:material de relleno máxima (aprox.)
A	Espuma rígida	Acídico	6,5	-
B	Particulada	"	5,0	75:25
C	"	"	2,0	50:50
D	"	Neutro	2,4	64:36
E	"	Acídico	5,4	80:20
F	"	"	5,3	79:21
G	"	"	5,3	79:21
H	"	"	4,0	72:28
J	"	Neutro	2,3	64:36
K	Espuma rígida	Acídico	7,4	84:16
L	Particulada	"	5,5	81:19
M	"	"	5,0	80:20
N	"	Neutro	4,5	80:20
O	"	Acídico	4,0	78:22
Celulosa en polvo			4,5	75:25

Aparentemente la absorbencia de los materiales de relleno mezclados son, de una forma aproximada, proporcionalmente aditivos.

Ejemplo V

Se repitió el procedimiento del ejemplo III con una relación de material de relleno:resina de 20:80.



Ejemplos VI a X

Se repitió el procedimiento del ejemplo II a excepción de que el componente de material de relleno de urea-formaldehido era, respectivamente, el producto de los ejemplos D, E, F, G y H.

5.

Se moldearon los materiales de moldeo de los ejemplos I a X para poder realizar nuevas B.S. 1322 con los mismos. Los resultados obtenidos se indican en la tabla III a continuación, en la que se observará que las propiedades físicas de los productos según el invento eran comparables a las del producto del ejemplo I.

10.

Tabla III

Prueba	Ejemplo				
	I	II	III	IV	V
MS	0.70	0.72	0.82	0.85	0.85
AS	0.70	0.50	1.24	1.01	1.75
CWA	60	63	100	104	48
BWA	300	340	638	611	199
ES(CM)	200	190	-	-	-
ES(P)	220	214	-	-	-
SR	14.0	13.9	-	-	-
VR	13.0	15.5	-	-	-
FS	13,500	13,500			
SG	1.51	1.49	✕	✕	✕

15.

20.



Tabla III (Continuación)

Prueba	Ejemplo				
	VI	VII	VIII	IX	X
MS	0.85	0.75	0.82	0.95	0.85
AS	0.85	0.45	0.98	0.83	0.70
CWA	47	61	78	46	48
BWA	287	432	361	344	308
ES(CM)	193	212	120	142	210
ES(P)	220	222	178	202	205
SR	14.2	13.1	13.2	13.6	14.0
VR	13.8	14.1	13.1	13.5	13.4
FS	14,500	14,300	14,800	15,600	14,700
SG	✕	✕	✕	✕	✕

En la tabla III, los símbolos tienen los sig-

nificados indicados a continuación:

MS = Contracción del molde (%)

AS = Contracción ulterior (%)

CWA = Absorción de agua fría (mg)

BWA = Absorción de agua hirviente (mg)

ES(CM) = Rigidez eléctrica (moldeado en frío) (Voltios/25 micras)

ES(P) = Rigidez eléctrica (precalentado) (voltios/25 micras)

SR = Resistividad superficial (logaritmo 10 ohmios)

VR = Resistividad de volumen (logaritmo 10 ohmios)

FS = Resistencia a la flexión (libras/pulgada cuadrada)

SG = Densidad relativa

412292



* = Entre 1,49 y 1,52

5. En todos los ejemplos I a X, la relación de material de relleno:resina es una relación normal para material de relleno de papel de 28:82 (en peso) a menos que se especifique lo contrario; no obstante, como los materiales de relleno de preferencia tienen una mayor absorbencia, esta relación puede aumentar ahora, por ejemplo según se ilustra en la tabla II.

10. Otras ventajas que supone el emplear espumas de urea-formaldehido o melamina-formaldehido en forma desintegrada, como material o materiales de relleno son:

- (i) Se consigue una reducción de costo, por lo menos con materiales de relleno de urea-formaldehido (el material de relleno de papel es más costoso);
- 15. (ii) Los materiales de moldeo mejoran sus propiedades de fluencia y, por lo tanto, se pueden producir ahora materiales de moldeo por inyección mejores;
- (iii) No se producen pérdidas en las propiedades, por ejemplo en la resistencia y no aumenta la densidad
- 20. relativa; y
- (iv) Los productos tienen un brillo excelente.

N O T A

25. 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 Inglaterra, con fecha

30. 4 de marzo de 1972, bajo el número 10196/72; acogiéndose



5. 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 COMPOSICIONES AMINOPLASTICAS DE MOLDEO; caracterizándose por lo siguiente:
- 1.- Procedimiento para la obtención de composiciones aminoplásticas de moldeo, caracterizado porque comprende mezclar, en húmedo, un material de relleno consistente en material aminoplástico curado particulado, cuyo material tiene una absorbencia de por lo menos 2,0 cc de agua por gramo, con un jarabe de resina aminoplástica acuosa.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material aminoplástico curado particulado se mezcla en forma de una espuma desintegrada.
15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material aminoplástico curado particulado se mezcla como un precipitado en una solución.
20. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material de relleno es una mezcla de un material de aminoformaldehído curado particulado y un material de relleno celulósico.
25. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el material de relleno es un material de urea-formaldehído.
30. 6.- Procedimiento según cualquiera de las

Re



reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el material de relleno comprende del 30 al 70 % en peso, basado en el peso total del material de relleno, de material aminoplástico curado y particulado.

5. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de resina:material de relleno es del orden de 6:1 a 1:1.

10. 8.- Procedimiento para la obtención de composiciones aminoplásticas de moldeo, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 16 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 2 MAYO 1973

15. BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED.

L. GOMEZ ACEBO Y MOJER
E. Gómez Acebo y Mojer
E. Gómez Acebo y Mojer