



415304

3296
------

F. E. 30-5-75

PATENTE DE INTRODUCCION

40769/MH-1.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FIBRA VULCANIZADA.

-----

*Solicitante:* MILLER HOFFT, INC., entidad norteamericana, residente en P.O.Box 8560, Richmond, Virginia, EE.UU. de A.

-----

Este invento se refiere a un proceso para la producción de cartón de fibra vulcanizada; más particularmente, el invento se refiere a la producción de fibra vulcanizada a partir de fibras empleando como aglutinante una resina termoendurecible. Se describirá en parti-

5.



5. cular con relación al empleo de resinas aminoplásticas como aglutinantes pero se comprenderá que no se excluye el empleo de otras resinas termoendurecibles apropiadas. No obstante, es preferible la utilización de las resinas relativamente baratas de urea-formaldehido, melamina-formaldehido o urea-melamina-formaldehido.

10. Las resinas aminoplásticas han experimentado un desarrollo empírico inmenso desde su concepción, pero este desarrollo empírico no ha ido acompañado por ninguna utilización práctica que se aproximara al desarrollo teórico equivalente. Por consiguiente, aún hoy día, los resultados no son pronosticables con precisión partiendo de consideraciones teóricas y, además, excepto en lo que se refiere a la simple reproducción de reacciones y resultados previamente obtenidos, las consideraciones puramente empíricas no conducen a la predicción exacta de los resultados. No obstante, se sabe que aumentando la acidez y la temperatura se aumenta la reacción de la polimerización. La reacción ligeramente exotérmica y se forma agua en el curso de la reacción. La reacción se "dispara" al alcanzar una combinación particular de temperatura y acidez y, una vez iniciada, continua a un régimen determinado por la temperatura y la acidez.

15. Se ha conseguido hacer reaccionar urea o melamina, o ambos compuestos, con formaldehido para producir lo que puede llamarse una "forma polímera", mezclar esta última, junto con un catalizador apropiado, con partículas idóneas como componente de un "cartón de partículas" y polimerizar después la "forma polímera" utilizando adicionalmente calor, por lo que se condensa en una forma

20.

25.

30.



5. rígida y actúa como aglutinante de las partículas. No obstante, dichas "formas polímeras", a pesar de tener un elevado contenido de sólidos, tienen una gran viscosidad y son extremadamente difíciles de mezclar mecánicamente, especialmente si las partículas son fibrosas por naturaleza. Además, el proceso de elaboración tiene el inconveniente inherente de que es necesaria una reacción inicial para producir la "forma polímera", cuya reacción se debe llevar a cabo por separado de la polimerización por condensación y en condiciones controladas.

10. El presente invento proporciona un procedimiento mediante el cual la reacción que ha de producir el aglutinante condensado rígido, a partir de los materiales que forman la resina, tiene lugar casi enteramente después de mezclar las fibras con los materiales que forman la resina.

15. Según el presente invento, un procedimiento para la producción de fibra vulcanizada comprende prensar una mezcla de fibras y una "solución de los componentes esencialmente sin reaccionar de una resina termoendurecible" (según se definirá en adelante) entre platos calientes mientras se induce un campo eléctrico de alta frecuencia a través de la mezcla durante el tiempo suficiente para curar al menos parcialmente los materiales que forman la resina, con lo que aglutinan las fibras adecuadamente.

20. Por el término "solución de componentes esencialmente sin reaccionar de una resina termoendurecible", según se emplea en la presente memoria, se entienden no solamente soluciones puras de los componentes esencialmente sin reaccionar sino también suspensiones o solucio-

25.

30.



- nes coloidales y cualquier combinación de soluciones, suspensiones y soluciones coloidales puras. El término "componentes esencialmente sin reaccionar" puede comprender, además de materias formadoras de resinas monómeras, sus prepolímeros de bajo peso molecular (como son, por ejemplo, las metilolureas formadas por la combinación de urea y formaldehído), y contener un catalizador ácido apropiado para la reacción de formación de las resinas y, si fuera necesario, un tampón apropiado. Además, el término "solución de los componentes esencialmente sin reaccionar de una resina termoendurecible" se refiere solamente a aquellas soluciones que tienen una viscosidad de menos de 100 cP, a 20° C, y un contenido de materias formadoras de resina correspondientes a una cantidad de resina sólida final de por lo menos un 60 %, basado en el peso de la solución original. (Se comprenderá que las materias formadoras de resinas se condensan durante la formación de la resina, con desprendimiento de agua. Por lo tanto, el peso de la resina formada es menor que el de las materias empleadas para formar la resina).
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Normalmente será necesario dar forma de plancha a la mezcla de fibras y componentes aglutinantes y comprimir previamente la plancha antes de introducirla entre los platos de la prensa. Más adelante se expondrán estas consideraciones con mayor detalle.

25.

Los platos se pueden calentar de cualquier modo normal, empleando por ejemplo vapor de agua o aceite caliente. Se mantienen convenientemente a una temperatura suficiente para evitar la condensación del agua que se desprende hacia la superficie del tablero durante el ca-

30.



5. lentamiento dieléctrico de alta frecuencia, y hacer que dicha humedad se evapore instantáneamente al liberarse la presión de los platos. Las temperaturas superiores a 93,3° C son en general apropiadas, siendo particularmente idóneas una temperatura de 148,8° C. Como la citada humedad se mantiene como vapor de agua, o por lo menos como líquido sobrecalentado, en las zonas interfaciales de los platos, o aproximadamente en dichas zonas interfaciales de dichos platos y las superficies del tablero, la evaporación instantánea de vapor de agua al liberarse la presión de los platos, no perturba notablemente las superficies o la estructura interna del cartón.

10. La inducción de un campo eléctrico de alta frecuencia por toda la mezcla de fibra/aglutinante, sirve como es lógico para calentar la mezcla dieléctricamente.

15. El calentamiento dieléctrico es un procedimiento bien conocido en sí y se realiza alimentando un voltaje de alta frecuencia a los platos de un calentador dieléctrico. La frecuencia es convenientemente de 3 a 15 megaciclos/segundo, y los platos se pueden emplear convenientemente como placas calentadoras dieléctricas. Esta operación no calentará en sí los platos notablemente, por lo que se deberán calentarse independientemente empleando otros medios según se ha explicado anteriormente.

20. Una curación o endurecimiento completo en la prensa no es esencial, puesto que la reacción continua en el tablero caliente después de separarse de la prensa. Como es lógico, la curación o endurecimiento deberá continuar en la prensa durante un tiempo suficiente para que las materias que forman la resina aglutinen adecuadamente las fibras y, en la

25.

30.



práctica, la curación o endurecimiento se completará normalmente en la prensa.

5. El procedimiento del invento se puso en práctica empleando un aparato calentador dieléctrico que tenía una potencia de 15 KW entre platos de prensa de 990 x 1.066 mm.

10. Se ha averiguado que si no se calientan los platos, el agua emigra hasta los mismos y se condensa sobre sus superficies, dejando el tablero o plancha de cartón húmedo y debilitando la superficie. En un experimento típico según el invento, la mezcla entre los platos tenía una conductividad de aproximadamente  $0,00048 \text{ cal/hora/cm}^2/^\circ\text{C/cm}$  de espesor y como solamente es necesario un tiempo de calentamiento total de, por ejemplo, unos 110 a 420 segundos, es evidente que los platos no pueden inducir mucho calor en el tablero o plancha. Donde se cree que los platos contribuyen realmente es en la provisión de calor de vaporización al líquido desprendido hacia la superficie de la plancha por el calentamiento dieléctrico.

15. El calor específico de la fibra es tan solo de  $400 \text{ cal/Kg}/^\circ\text{C}$ , mientras que el calor de vaporización de agua es de  $538.350 \text{ cal/Kg}$ . Por lo tanto, aún una pequeña proporción de agua representa una demanda considerable de calor si se quiere evitar la condensación en la superficie.

20.

25. Con un aparato de 15 KW, se necesitan aproximadamente 60 segundos para poner el tablero o plancha a una temperatura de  $100^\circ \text{ C}$ . El resto del tiempo y la energía se necesitan para que reaccionen las materias que forman la resina y se evapore la humedad, tanto la existente previamente como la que se forma por reacción. La veloci-

30.



dad de la reacción, según se ha indicado anteriormente, se ve afectada por los catalizadores y la temperatura.

5. Para poder producir convenientemente una plancha de cartón de fibra vulcanizada densa de 38 mm de espesor, empleando un aparato calentador y platos de prensa, según se ha indicado anteriormente, es necesario formar un tablero de "afieltrado" con un espesor de aproximadamente 924 mm de espesor y prensarlo previamente hasta alcanzar un espesor de aproximadamente 203 mm. Este representa un problema real en la formación del tablero "afieltrado". No obstante, se ha averiguado que si se forman dos tableros de 457 mm por ejemplo, y se comprimen cada uno previamente hasta alcanzar un espesor de 101,6 mm, se pueden superponer fácilmente y reducirse hasta un espesor de 38 mm entre los platos de la prensa. En general, después de endurecido, el tablero tiene una densidad uniforme y carece de debilidad en zonas interfaciales. Los platos se someten a la presión que sea necesaria para producir una plancha con el espesor deseado. La densidad se determina mediante el peso inicial del "afieltrado".
- 10.
- 15.
- 20.

- Los experimentos han demostrado que, con los aparatos apropiados, se puede conseguir planchas con densidades de 60 % 1.120,7 g/litro con un espesor de 76 mm o más. La tabla expuesta a continuación representa las experiencias realizadas hasta el momento presente, pero no las limitaciones finales del procedimiento:
- 25.

Espesor	Densidad
12,70 a 15,88	hasta 960 (g/dm <sup>3</sup> )
15,88 a 25,4	" 800
25,4 a 38,10	" 640

30.





aproximadamente 200 cP a 20° C y, por lo tanto, sería demasiado viscosa para mezclarla fácilmente con la fibra del tipo en cuestión.

5. Una segunda formulación típica para utilizarse según el invento es como sigue:

FORMULACION N° 2

	Partes en peso
Urea	67,5
Melamina	46,5
10. Formaldehido	78,0
Agua	58,0
Catalizador (cloruro amónico)	2,0

15. La formulación anterior da un producto final mejorado sobre el producto de la formulación N° 1. La mejora se obtiene con un cierto costo extra, pero para muchas finalidades merece la pena.

20. La fibra empleada en el presente invento puede ser de cualquier clase, en el supuesto que cada fibra tenga una anchura aproximadamente igual a su espesor y bastante menor que su longitud. Las fibras apropiadas pueden comprender materia celulósica o lignocelulósica reducida mecánicamente y/o químicamente y vaporizada, por ejemplo materia procedente de madera, bagazo, paja, bambú, sisal, algodón y, lógicamente, fibras minerales como
25. el amianto. Dichas fibras son en general flexibles y, dependiendo en cierto grado de la forma en que se producen, pueden ser elásticas o rizosas. Una forma de preferencia se produce vaporizando madera reducida para reblandecer la madera, reduciéndose entonces la madera reblandecida en un molino de trituración normal, posiblemente
- 30.

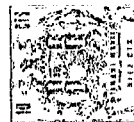


mientras se encuentra todavía sometida a presión de vapor de agua. La masa de fibra resultante se seca entonces, según se desee, antes de mezclarse con los componentes aglutinantes.

5. Cualquier experto en la materia puede determinar las proporciones relativas de las fibras y los componentes aglutinantes. Como ejemplo del orden de magnitud, se puede indicar que, empleando la fórmula I anterior, los sólidos resinosos pueden constituir de un 4 % a un
10. 25 % del peso final de la plancha, tomando como base el peso de la fibra seca al horno (OD).

15. En este punto podemos indicar que el empleo de fibras, en lugar de material particulado es lo más conveniente, puesto que la relación entre el área superficial y el volumen es mucho mayor en material fibroso que en material particulado. Si se emplean soluciones sin reaccionar de baja viscosidad con partículas para formar planchas, se produce una considerable penetración de las partículas, y una notable proporción de la resina quedará por debajo de la superficie de las partículas.
20. Esta resina contribuye muy poco o nada a las propiedades finales de la plancha o tablero y, por lo tanto, supone un desperdicio. No obstante, empleando fibras, la relación entre el área superficial y el volumen es tan grande
25. que la mayor parte de la solución actúa en las superficies de las fibras y contribuye directamente a dar rigidez y resistencia al tablero o plancha final.

30. Lógicamente se pueden emplear aditivos tradicionales como apresto, fungicidas, insecticidas y aceite secante. Estos compuestos se añaden preferiblemente du-



rante la mezcla de las fibras con los componentes aglutinantes.

5. En la tabla expuesta más adelante, cada columna representa un ejemplo específico. En cada ejemplo la materia prima es la misma, o sea fibra de madera de la clase indicada anteriormente. En la columna I, se empleó como aglutinante urea-formaldehido normal, parcialmente reaccionado. En la columna II, se empleó como aglutinante una solución de urea-formaldehido esencialmente sin reaccionar según la formulación N° 1. En la columna 3 se empleó una formulación tradicional de fenol-formaldehido parcialmente reaccionada. Esta columna se indica para compararse con las columnas II y IV.
- 10.

15. En la columna IV, el aglutinante era una solución esencialmente sin reaccionar de urea-melamina-formaldehido según la formulación N° II.

20. En cada caso, la mezcla aglutinante/fibra se prensó entre platos calientes y se calentó dieléctricamente induciendo un voltaje de alta frecuencia en los platos. Se utilizó una frecuencia virtualmente constante de 6 megaciclos por segundo con solo pequeñas variaciones necesarias para mantener una alimentación de energía prácticamente constante en las mezclas.

Tipo de plancha	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
25. Tipo de fibra	Madera	Madera	Madera	Madera
Densidad de la plancha, gm x dm <sup>3</sup> (seca al horno)	699	694	697	688
Espesor de la plancha, mm	18,13	18,90	17,39	16,35
Tipo de resina	Urea-formaldehido	Fórmula N° 1	Fenol formaldehido	Fórmula N° 2



Tipo de plancha	1	2	3	4
% Sólidos de resina, basado en el peso de la solución inicial	58	65	40	40
Viscosidad de la resina-CP a 20° C	200	25	100	50
% Tratamiento de la resina	10	10	11,6	10
% Tratamiento de cera	ninguno	1,0	1,0	1,0
Temperatura de los platos de la prensa, °C	149	149	149	149
Tiempo de calentamiento a alta frecuencia (segundos)	220	110	420	110
Coefficiente de rotura, kg/cm <sup>2</sup>	136	252	250	261
Coefficiente de elasticidad por 70,3 kg/cm <sup>2</sup>	202	328	398	271
Aglutinamiento interno, kg/cm <sup>2</sup>	3,51	8,64	4,78	8,22
Mantenimiento del husillo-kg	107	176	89	134
Al cabo de 24 horas de inmersión en agua				
% Aumento de espesor	--	4,1	5,6	3,8
% Absorción de agua	--	18	26	11
Al cabo de 4 horas de ebullición en agua, secándose después				
% Aumento espesor	Se de-	Se de-	10,0	14,0
	sintegra	sintegra		

La tabla anterior demuestra, en las columnas 1 y 2, que el empleo de componentes esencialmente sin reaccionar de resina termoendurecible de urea-formaldehído con un calentamiento de alta frecuencia produce resultados superiores a los obtenidos en las mismas condiciones, pero empleando componentes de resina normales par-



415304

cialmente reaccionados.

5. La tabla demuestra también, en las columnas 3 y 4, que el empleo de componentes de urea-melamina-formaldehído esencialmente sin reaccionar, con calentamiento de alta frecuencia, produce resultados generalmente superiores a los de una formulación equivalente, de fenol-formaldehído normal, calentada de un modo similar.

10. Una comparación de las columnas 2 y 3 demuestra que la formulación N<sup>o</sup> I da resultados que se comparan favorablemente (excepto en la prueba de ebullición) con los obtenidos de la formulación tradicional de fenol-formaldehído de la columna 3.

15. Se consideró innecesario hacer comparaciones similares entre planchas obtenidas calentando mezclas utilizando simplemente platos calientes, puesto que, con los espesores y densidades empleados, el tiempo en prensa debería ser de tal magnitud que haría la producción por dichos medios impracticable desde un punto de vista comercial.

20. NOTA

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; siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FIBRA VULCANIZADA; caracterizándose por lo siguiente:

30. 1.- Procedimiento para la producción de fibra

*Handwritten signature or initials.*



5. vulcanizada, caracterizado porque comprende prensar una mezcla de fibras y una solución de componentes esencialmente sin reaccionar de una resina termoendurecible entre platos calientes mientras se induce un campo eléctrico de alta frecuencia por toda la mezcla durante un tiempo suficiente para curar al menos parcialmente las materias que forman la resina con el fin de que aglutinen adecuadamente las fibras.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha mezcla recibe la forma de un tablero afieltrado que se prensa previamente antes de introducirse entre los platos.

15. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque los platos se mantienen a una temperatura superior a 93,3° C.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque los platos se mantienen a una temperatura de 148,8° C.

20. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el campo eléctrico de alta frecuencia se induce alimentando un voltaje de alta frecuencia entre los platos.

25. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se induce en la mezcla un campo eléctrico de una frecuencia de 3 a 15 megaciclos/segundo.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la resina termoendurecible es una resina de urea-formaldehído.

30. 8.- Procedimiento según cualquiera de las rei-



vindicaciones 1-6, caracterizado porque la resina termo-  
endurecible es una resina de urea-melamina-formaldehido.

9.- Procedimiento para la producción de fibra  
vulcanizada, tal y como queda sustancialmente descrito  
en la presente Memoria.

5.

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a má-  
quina por una sola cara.

Madrid, 9 Mayo 1973

MILLER HOFFT, INC.

J. GOMEZ ACEDO Y LISBET  
Ingenieros de Plásticos y Goma Formada