

3
A

PATENTE DE INVENCION

Case No. BIP 1561

| |
|-------------|
| Int. C 08 G |
|-------------|

Memoria Descriptiva

sobre:

PERFECCIONAMIENTOS EN LA OBTENCION DE COM-
POSICIONES DE MOLDEO TERMOENDURECIBLES

4413

=====

Solicitante: BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED, entidad
británica, residente en 77 Fountain Street, Manches-
ter M2 2EA, Inglaterra.

=====

La presente invención se refiere a per-
feccionamientos en materiales aminoplásticos de moldeo.

En la memoria de patente británica No.
904954, se propone proporcionar, a composiciones de
5 resinas sintéticas, una carga piroretardante capaz de

5 formar capas de espuma a elevadas temperaturas, basándose la carga en una materia de urea-formaldehido esencialmente no endurecido; en la memoria de patente británica No. 1.136.260, se propone proporcionar una mezcla endurecible de resina que pueda endurecerse sin despidir sustancias volátiles, formada por un componente de resina endurecible que puede endurecerse para proporcionar un producto endurecido no-elastomérico, y una carga formada por una resina aminoplástica pulverizada endurecida que sea insoluble en el componente de resina endurecible.

10 Según la presente invención, una composición de moldeo termoendurecible comprende una resina aminoplástica endurecible y una carga, en la que la carga está formada, al menos en parte, por un material de urea-formaldehido o melamina-formaldehido, particulado, libre de celulosa y endurecido, con grupos $-NH_2$ capaces de reaccionar con la resina durante el endurecimiento de esta última.

15 Preferentemente, la resina aminoplástica endurecible es una resina de urea-formaldehido, preferentemente con una relación urea: formaldehido, antes del curado, antes del curado de 1:1,2 a 1:1,8. Preferentemente, el material particulado de urea- o melamina- formaldehido tiene una superficie B. E. T. inferior a 10 metros cuadrados por gramo, y más preferentemente inferior a un metro cuadrado por gramo, y una absorbancia de 1,0 a 6,0 ml/g, aunque las absorbancias más preferidas son de 1,5 a 2,5 ml/g. El material de carga preferido es un material de urea-formaldehido que tiene una relación molar urea: formaldehido, después del endurecimiento, de 1:1,0 a menos de 1:2,0 (teniendo una relación urea:formaldehido inferior a 1:2,0 es como la carga tiene grupos $-NH_2$ reactivos).

20
25
30 El material particulado de urea- o melamina- formaldehido puede constituir la totalidad de la carga para la composición de moldeo, o puede constituir un componente de una carga de compo-

nentes múltiples, y encuentra excelente aplicación como sustituto parcial o completo para el contenido normal de una carga celulósica, por ejemplo de celulosa, en materiales ordinarios de moldeo aminoplásticos con carga de celulosa.

5 La carga puede constituir de un 15 a un 80 % en peso - de la composición de moldeo y puede comprender de un 1 a un 100 %, - preferentemente de un 30 a un 100 % en peso, (basándose en el peso total de la carga), del material particulado de urea- o melamina-formaldehido.

10 Se prefiere producir el material particulado de urea- o melamina-formaldehido por un proceso que comprende proporcionar un sistema acuoso que tiene un pH inferior a 4 y contiene:

(i) una resina de urea- o melamina-formaldehido o los - precursores para producir la misma y

15 (ii) un catalizador ácido,

agitar el sistema para producir un lodo que contiene material aminoplástico endurecido en forma particulada precipitada y controlar el contenido del material aminoplástico precipitado en el sistema a menos del 20 %, en peso.

20 La presente invención proporciona además una composición de moldeo termoendurecible formada por una resina aminoplástica- endurecible y una carga, caracterizada porque la carga comprende, al- menos en parte, un material aminoplástico precipitado y endurecido pro- ducido por el proceso anteriormente citado.

25 La resina aminoplástica utilizada para producir el preci- pitado puede ser cualquier aducto condensado de urea o melamina ("com- puesto amino") y formaldehido, producido exteriormente al sistema acuo

so. Optativamente, la resina puede formarse in situ en el sistema acuoso proporcionando, en un recipiente de reacción, una solución acuosa del compuesto amino o de formaldehído y añadiendo al mismo compuesto de formaldehído o amino, respectivamente, optativamente también como solución acuosa, o bien puede formarse in situ combinando materiales separados formados por compuestos amino y formaldehído alimentados a un recipiente de reacción.

Por la reacción adicional de un aditamento tal como el etilenglicol, glicerol o caprolactamo, se puede producir formas modificadas de precipitado aminoplástico; alternativamente se puede modificar el precipitado por tratamiento posterior con un modificador por ejemplo, epíclorohidrina. El aminoplástico precipitado generalmente no tendrá carga.

El contenido de sólido del aminoplástico precipitado del sistema acuoso se encuentra preferentemente dentro de la gama de un 5 a un 20 % de peso del total, y más preferentemente de un 6,0 a un 10 % en peso, y aun más preferentemente de un 9 a un 12 % en peso. La relación molar urea:formaldehído al comienzo de la reacción de endurecimiento es preferentemente de un mínimo de 1:1,1 y, más preferentemente, dentro de la gama de 1:1,3 a 1:2,2, y todavía más preferentemente de 1:1,3 a 1:1,6; cuando se utiliza melamina, conviene que estas relaciones se alteren proporcionalmente.

El sistema acuoso se mantiene preferentemente a una temperatura en la gama de 20° a 80°C durante la precipitación del material aminoplástico. La temperatura, el grado de agitación al que se somete el sistema, la relación molar entre el compuesto amino y formaldehído, la acidez y la dilución del sistema son factores que desempeñan todos ellos un papel en la naturaleza del precipitado resultante, al menos en relación son su "hidrofilicidad", es decir, su capacidad para absorber agua.

Para obtener un precipitado particulado en vez de un gel o un bloque sólido de la urea- o melamina-formaldehido, es preciso controlar el contenido de sólidos precipitados del sistema. Esto depende de la temperatura; generalmente será necesario utilizar temperaturas superiores a contenidos inferiores de sólidos reactivos, dentro de la gama de temperatura anteriormente indicada, para obtener la absorbancia deseada en el precipitado. Con un contenido de sólidos de un 19%, por ejemplo, puede ser necesario reducir la temperatura a 0° C o algo menos, para impedir la formación de una masa sólida (o al menos "no agitable").

El proceso se realiza preferentemente de forma discontinua pero también puede realizarse continuamente, cuando puede controlarse el contenido de sólidos aminoplásticos precipitados a menos del 20 % en peso controlando la temperatura, extrayendo el precipitado del sistema cuando se forma o controlando el contenido de sólidos componentes reactivos del sistema.

Con el término "contenido de sólidos componentes reactivo" se entiende el contenido en el sistema de componentes que reaccionan químicamente entre sí para formar el producto endurecido, y por lo tanto ese término excluye el contenido de catalizador ácido y el contenido de cualquier otro material químicamente inactivo que pueda estar presente.

El precipitado puede separarse del "licor madre" con un proceso de deshidratación, por ejemplo, por simple filtración o por centrifugación y el licor madre puede recircularse, añadiéndose compuesto amino y/o formaldehido y/o resina-formaldehido, según sea necesario, para devolver el contenido de sólidos componentes reactivos al nivel deseado. El precipitado no tiene, y de hecho raramente tendrá, la misma relación molar compuesto amino:formaldehido que el sistema acuoso de donde se origina. El precipitado puede lavarse y secarse y

5 utilizarse directamente; optativamente, el precipitado (opcionalmente -
prelavado, o lavado y secado), puede neutralizarse con una base, por
ejemplo, dispersando el precipitado en agua y añadiendo una cantidad-
calculada de base. El precipitado neutralizado puede entonces volverse
a filtrar, lavarse y secarse antes de su utilización.

10 Si se observan las condiciones anteriormente indicadas,
el precipitado se producirá como aglomerados sueltos de partículas -
sin carga, curadas, no porosas, de forma aproximadamente esférica -
y particuladas, con un tamaño medio de aproximadamente 0,5-5 micras
y una superficie inferior a un metro cuadrado por gramo, consistente
en resina aminoplástica degradada prácticamente en su totalidad con -
un contenido de metilol inferior al 2%, (es decir, que la resina, de -
hecho, está degradada en un 98% aproximadamente).

15 En un proceso preferido para la fabricación del mate-
rial de carga, se disuelve urea en formaldehído acuoso y se hace reac-
cionar a una temperatura de 30 a 40°C y un pH de 7 a 9 durante una
hora. Estas condiciones no son críticas para la producción posterior-
de carga, y la presencia de otros compuestos en la resina no suele -
afectar al proceso.

20 La resina se diluye con agua y se añade ácido para pre-
cipitar la carga. Después del período de reacción, se centrifuga el -
lodo y el filtrado se devuelve para diluir más resina. La carga húme-
da se mezcla con una base para neutralizar la acidez residual y acto-
seguido se seca.

25 Los valores de los diversos parámetros que intervie-
nen son:

| | |
|--|------------------------------------|
| 30 Relación molar U:F de la resina | 1:1,33 |
| Contenido de sólidos endurecidos del depósito de precipitación | un 9% en peso aproximada- mente |
| Adición de ácido | 1% en peso de H_3PO_4 al 65% |

pH en el depósito de reacción de 2 a 2,5
Tiempo de reacción 45 min.
Temperatura de reacción 45°C

5 Hay que observar que el proceso anteriormente descrito proporciona un material particulado de urea-formaldehído que, cuando se seca, es adecuado para incorporación directa como carga en un sistema de resina aminoplástica curable, sin necesidad de trituración, - por ejemplo, en molino de bolas o por cualquier otro proceso de trituración.

10 Por otra parte, consideramos sorprendente que siendo no fibroso dicho material, sea capaz de ser utilizado como sustituto de la celulosa como carga en materiales de moldeo sin ninguna pérdida significativa de cualquier propiedad beneficiosa del material de moldeo o de los artículos moldeados con él.

15 Los ejemplos que damos a continuación ilustran las realizaciones preferidas de la presente invención, siendo las partes y porcentajes en peso, salvo que se indique de otro modo. Los ejemplos 1 a 7 ilustran la producción de los materiales utilizados como cargas en la presente invención, según se ilustra en los ejemplos siguientes:

20 EJEMPLO 1

Se preparó una serie de resinas de urea-formaldehído particuladas, libres de celulosa y endurecidas, proporcionando primero unas soluciones madre de diversas relaciones urea: formaldehído, como sigue:

25

TABLA I

| Solución madre | Relación Molar U:F(sólidos -- reactivos) | Partes de urea | Partes de solución de formaldehído al 36% |
|----------------|--|----------------|---|
| A | 1:1.3 | 600 | 1083 |

| Solución madre | Relación Molar U:F (sólidos reactivos) | Partes de urea | Partes de solución de formaldehído al 36% |
|----------------|--|----------------|---|
| B | 1:1.4 | 600 | 1167 |
| C | 1:1.5 | 600 | 1250 |
| D | 1:1.6 | 600 | 1330 |
| E | 1:1.9 | 600 | 1580 |
| F | 1:2.2 | 600 | 1834 |

Estas soluciones pueden diluirse como se desee. Así, para soluciones de, por ejemplo, un 6% de contenido de sólidos reactivos, la cantidad de solución madre que se toma para dilución a 4,0 litros es:

| <u>Solución madre</u> | <u>Cantidad tomada (gramos)</u> |
|-----------------------|---------------------------------|
| A | 407 |
| B | 416 |
| C | 423 |
| D | 425 |
| E | 447 |
| F | 463 |

5

Cada mezcla de reacción (o "sistema acuoso") de 4,0 litros contiene también 40 ml de solución de ácido fosfórico al 65%. En cada caso, el sistema se agitó durante dos horas a la temperatura deseada para formar un lodo y acto seguido se filtró el lodo para eliminar el material de urea-formaldehído endurecido formado como precipitado particulado. Una muestra de cada precipitado se secó en horno a 110°C, y a continuación se probó su absorbancia del agua por trituración sobre una placa de vidrio mientras se añadía agua gota a gota, -

10

definiéndose la "absorbancia" como el volumen máximo de agua absorbido por un gramo del material sin que se observe visualmente ninguna separación del agua. Igualmente se realizó la neutralización de parte de los precipitados volviendo a dispersar el precipitado en agua a 85°C, con agitación durante tres horas, y durante este tiempo añadiendo carbonato cálcico para elevar el pH del nuevo lodo a aproximadamente 7,0. Los precipitados neutralizados se volvieron a filtrar y se secaron, determinándose la absorbancia del agua de cada uno como se ha descrito anteriormente. Los resultados se muestran en las Tablas II y III siguientes, siendo las absorbancias entre paréntesis las de los materiales neutralizados. El término "precondensación" significa la condensación efectuada a partir de los precursores inmediatos en solución concentrada a reflujo, antes de acidificar el sistema para precipitar el material particulado endurecido. La relación urea: formaldehído de cada una de las cargas neutralizadas se encontraba dentro de la gama de 1:1,25 a 1:4,0 siendo difícil determinar la superficie B.E.T. de estos materiales, pero siendo inferior a un metro cuadrado por gramo

TABLA II

| Grado de precondensación | 0 | | 42 seg* | |
|----------------------------------|-------------------------------------|-----|----------|-----|
| | 6 | 18 | 6 | 18 |
| Contenido de sólidos reactivos % | | | | |
| Relación urea-formaldehído | Absorbancia (ml H ₂ O/g) | | | |
| 1:1.3 | 3.6(2.2) | 3.8 | 3.4(4.2) | 2.8 |
| 1:1.6 | 5.2(2.3) | 4.2 | 7.4(4.1) | 4.6 |
| 1:1.9 | 3.6(2.4) | 5.1 | 7.9(3.6) | 4.4 |
| 1:2.2 | 4.6(3.0) | 4.5 | 7.9(5.5) | 4.7 |

Esto demuestra el efecto en el precipitado de la precondensación de los reactivos seguido por precipitación a una temperatura de 25°C.

* Medido por una determinación en "tubo E" standard - (viscosidad indicada en segundos), expuesto en la prueba de la norma británica 188.

TABLA III

| Grado de precondensación | 0 | | 42 seg (tubo E) | |
|----------------------------------|-------------------------------------|-----|--------------------|-----|
| Contenido de sólidos reactivos % | 6 | 18 | 6 | 18 |
| Relación urea:formaldehído | absorbancia (ml H ₂ O/g) | | | |
| 1:1.3 | 5.0(1.9) | 5.1 | 3.5(6.3) | 6.0 |
| 1:1.6 | 4.1(2.6) | 6.3 | 8.3(4.8) | 6.3 |
| 1:1.9 | 5.5(3.0) | 7.0 | 8.6(5.6) | 5.3 |
| 1:2.2 | 6.5(4.1) | 6.0 | 7.2(5.8) | 5.9 |

Esto demuestra el efecto en la precipitado de la precondensación de los reactivos seguido por precipitación a una temperatura de 55°C.

EJEMPLOS 2 a 4

Se disolvió urea en agua, mezclándose con formaldehído acuoso para producir sistemas acuosos de reacción a la temperatura ambiente según se especifica en la Tabla IV, manteniéndose en cada caso el contenido de sólidos reactivos a un 10%, para controlar el contenido de sólidos precipitados a menos del 10%, inmediatamente se añá

5

dió un 1% v/v de ácido fosfórico al 65% (peso específico 1,5), para que actuara como catalizador, dejándose entonces que se formara durante un período de dos horas un precipitado de urea-formaldehído endurecido, con agitación y en las condiciones indicadas en la Tabla IV. La neutralización se realizó como se ha indicado anteriormente y el precipitado neutralizado se secó a 90°C durante 16 horas en un horno ajustado a 110°C

TABLA IV

| Ejemplo | Contenido de agua de precipitado seco (%) | Abosorbancia del precipitado seco (ml/g) | relación molar urea-formaldehído | Condiciones de agitación |
|---------|---|--|----------------------------------|---|
| 2 | 13,4 | 3,0 | 1:1,3 | 50 r.p.m. |
| 3 | 10,0 | 4,5 | 1:1,6 | 50 r.p.m. |
| 4 | 10,0 | 1,7 | 1:1,3 | mezclador acortante de gran velocidad - Silverson |

EJEMPLOS 5 y 6

10

El procedimiento fue el mismo que el de los ejemplos 2 y 3, excepto que se dejó estar sin mezclar durante dos horas el sistema acuoso de reacción para formar un precondensado de resina, antes de la adición del catalizador ácido. La Tabla V muestra los resultados obtenidos para los productos, neutralizados como se ha descrito anteriormente.

15

TABLA V

| Ejemplo | Contenido de agua del precipitado seco (%) | Abosorbancia del precipitado seco (ml/g) | Relación molar urea-formaldehído |
|---------|--|--|----------------------------------|
| 5 | 3.5 | 3.2 | 1:1.9 |
| 6 | 8.0 | 2.2 | 1:1.2 |

EJEMPLO 7

Una resina de urea-formaldehído comercial con una relación molar de 1:1,6 (BU700 - producida por la British Industrial-Plastics Limited, Chemicals Division) se diluyó con agua para proporcionar un sistema acuoso con un contenido de sólidos componentes reactivos del 10%, añadiéndose como catalizador un 1% v/v de ácido fosfórico (peso específico 1,5) al 65%. Se obtuvo, al igual que en los ejemplos precedentes, lodo con un contenido de sólidos inferior al 10% en peso. El precipitado seco tenía un contenido de agua del 16,5% y una absorbanza de 3,0 ml H₂O/g, después de neutralización como se ha descrito anteriormente.

En cada uno de los ejemplos 2 a 7, la superficie B.E.T. del producto era inferior a un metro cuadrado por gramo, y el diámetro medio de aproximadamente 2 micras.

EJEMPLOS 8 a 21

Se prepararon polvos de moldeo, un número basado en resina de urea-formaldehído, y un número basado en melamina-formaldehído, mezclando los ingredientes (especificados abajo) en una mezcladora de cuchilla en Z a 60°C durante 35 minutos. La mezcla resultante en cada caso se secó a 80°C en un horno Mitchell hasta un contenido de agua libre de aproximadamente de un 1%, y las pla-

quitas secas obtenidas se trituraron en un molino Apex; hasta reducir-
las a polvo fino; Se añadió un 0,25% de estearato de zinc antes de la-
granulación en una Amasadora Buss PR46 y trituración final en el mo-
lino Apex

| | | |
|----|--|-------------|
| 5 | <u>Polvo a base de resina de urea-formaldehido</u> | |
| | Resina urea-formaldehido (relación urea;formaldehido 1:1,33, contenido de sólidos 62,5%) | 3480 partes |
| 10 | Carga (celulosa más material producido por la invención) | 896 partes |
| | Catalizador | 45 partes |
| | Hexametilentetramina | 45 partes |
| | Estearato de zinc | 15 partes |
| | Plastificante | 8 partes |
| 15 | Sulfato de Bario | 59 partes |

Polvo a base de resina de melamina-formaldehido

| | | |
|----|--|-------------|
| | Resina melamina-formaldehido (relación molar melamina:formaldehido 1:2 contenido de sólidos 57%) | 3600 partes |
| 20 | Carga (celulosa más material producido por la invención) | 896 partes |
| | Plastificante | 10 partes |

Las composiciones reales y sus propiedades se detallan
más en la Tabla VI

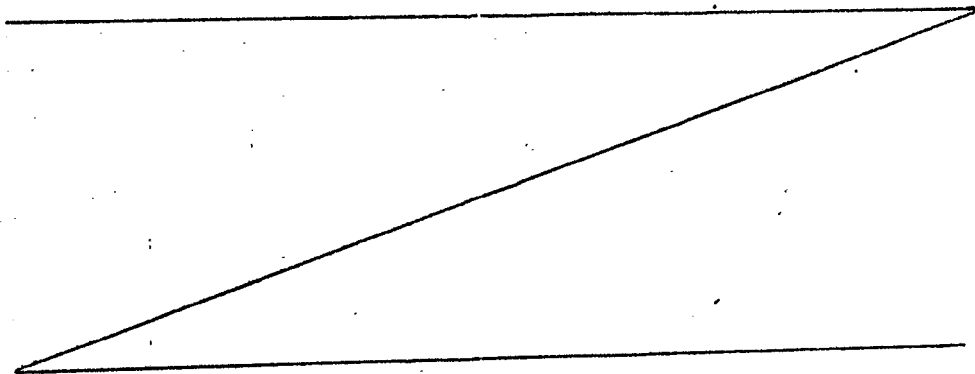


TABLA VI

| Ejemplo | Composición de la carga % | | (b) Material aminoplás- tico | (c) Flujo en disco | (d) Endure- cimiento | (e) A lí | (f) Absorción del agua en ebullición en frío | (g) Encogimiento | | (h) Resistenci- a elec- trica | Resistividad | | Flexural | |
|---------|---------------------------|----------|---------------------------------------|--------------------------|----------------------------|----------------|---|---------------------|---------|--|---|--|--|----------------------------------|
| | Ejemplo de UF | Celulosa | | | | | | en molde | después | | (i) resistivi- dad super- ficial | (j) resisti- vidad volumé- trica | (k) resis- tencia a la flexión | (l) módulo de flexi- ón |
| 8 | (2) | 50 | UF | 0.020 | 27 | 1. | 295 | 0.85 | 0.89 | 192 | 13.8 | 13.6 | 83 | 7.5 |
| 9 | (2) | 70 | UF | 0.036 | 23 | 1. | 236 | 0.82 | 0.70 | 227 | 13.5 | 14.0 | 83 | 7.8 |
| 10 | (4) | 50 | UF | 0.027 | 25 | 1. | 224 | 0.85 | 0.89 | 200 | 14.5 | 13.7 | 96 | 8.4 |
| 11 | (4) | 70 | UF | 0.036 | 24 | 1. | 210 | 0.89 | 0.87 | 192 | 13.5 | 13.4 | 82 | 7.6 |
| 12 | (3) | 50 | UF | 0.025 | 23 | 1. | 258 | 0.99 | 1.14 | 190 | 13.4 | 13.3 | 74 | 7.3 |
| 13 | (3) | 70 | UF | 0.022 | 22 | 1. | 248 | 0.98 | 0.97 | 192 | 12.9 | 13.4 | 79 | 6.9 |
| 14 | (3) | 50 | MF | 0.038 | 43 | 2. | 93 | 0.98 | 1.51 | 124 | 12.0 | 12.7 | - | - |
| 15 | (5) | 50 | UF | 0.033 | 23 | 1. | - | - | - | - | - | - | 82 | 7.6 |
| 16 | (6) | 50 | UF | 0.032 | 24 | 0. | 309 | 0.86 | 0.72 | 186 | 15.2 | 13.9 | - | - |
| 17 | (6) | 70 | UF | 0.031 | 23 | 0. | 276 | 0.90 | 0.95 | 205 | 15.1 | 13.7 | - | - |
| 18 | (7) | 50 | UF | 0.021 | 24 | 2 | 316 | 0.85 | 0.80 | 194 | 14.8 | 13.9 | - | - |
| 19 | (7) | 100 | UF | 0.032 | 18 | 2 | 529 | 1.48 | 1.80 | 142 | 12.9 | 13.1 | 67 | 5.9 |
| 20 | (7) | 50 | MF | 0.038 | 42 | 1. | 90 | 0.86 | 0.97 | 196 | 12.9 | 13.5 | - | - |

FABLA VI

| Ejemplo | Composición de la carga % | | (b) Material aminoplás- tico | (c) Flujo en disco | (d) Endure- cimien- to | (e) A li | (f) ua ore | (g) Absor- en ebu |
|---------|---------------------------|----------|---------------------------------------|--------------------------|---------------------------------|----------------|------------------|-------------------------|
| | Ejemplo de UF | Celulosa | | | | | | |
| 8 | (2) 50 | 50 | UF | 0.020 | 27 | 1. | 3 | 2 |
| 9 | (2) 70 | 30 | UF | 0.036 | 23 | 1. | 6 | 2 |
| 10 | (4) 50 | 50 | UF | 0.027 | 25 | 1. | 4 | 2 |
| 11 | (4) 70 | 30 | UF | 0.036 | 24 | 1. | 7 | 2 |
| 12 | (3) 50 | 50 | UF | 0.025 | 23 | 1. | 7 | 2 |
| 13 | (3) 70 | 30 | UF | 0.022 | 22 | 1. | 7 | 2 |
| 14 | (3) 50 | 50 | MF | 0.038 | 43 | 2. | 2 | 9 |
| 15 | (5) 50 | 50 | UF | 0.033 | 23 | 1. | 3 | - |
| 16 | (6) 50 | 50 | UF | 0.032 | 24 | 0. | 7 | 30 |
| 17 | (6) 70 | 30 | UF | 0.031 | 23 | - | - | 2 |
| 18 | (7) 50 | 50 | UF | 0.021 | 24 | 2 | 1 | 3 |
| 19 | (7) 100 | 0 | UF | 0.032 | 18 | 2 | 4 | 5 |
| 20 | (7) 50 | 50 | MF | 0.038 | 42 | 1. | 2 | - |

TABLA VI

| e | A li | s) ua ore | (f) Absorción del agua | | (g) Encogimiento | | (h) Resisten cia eléc trica | Resistividad | | Flexural | |
|----|---------|-----------------|---------------------------|---------|---------------------|---------|--------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|------------------------------------|----------------------------|
| | | | en ebullición | en frío | en molde | después | | (i) | (j) | (k) | (l) |
| | | | | | | | | resistivi dad super ficial | resisti vidad volúmi ca | resis tencia a la flexión | módu lo flexu ral |
| 1. | 3 | 3 | 295 | 76 | 0.85 | 0.89 | 192 | 13.8 | 13.6 | 83 | 7.5 |
| 1. | 5 | 5 | 236 | 36 | 0.82 | 0.70 | 227 | 13.5 | 14.0 | 83 | 7.8 |
| 1. | 6 | 6 | 224 | 52 | 0.85 | 0.89 | 200 | 14.5 | 13.7 | 96 | 8.4 |
| 1. | 7 | 7 | 210 | 46 | 0.89 | 0.87 | 192 | 13.5 | 13.4 | 82 | 7.6 |
| 1. | 7 | 7 | 258 | 56 | 0.99 | 1.14 | 190 | 13.4 | 13.3 | 74 | 7.3 |
| 1. | 7 | 7 | 248 | 55 | 0.98 | 0.97 | 192 | 12.9 | 13.4 | 79 | 6.9 |
| 2. | 2 | 2 | 93 | 69 | 0.98 | 1.51 | 124 | 12.0 | 12.7 | - | - |
| 1. | 3 | 3 | - | - | - | - | - | - | - | 82 | 7.6 |
| 0. | 7 | 7 | 309 | - | 0.86 | 0.72 | 186 | 15.2 | 13.9 | - | - |
| - | - | - | 276 | 45 | 0.90 | 0.95 | 205 | 15.1 | 13.7 | - | - |
| 2 | 1 | 1 | 316 | 54 | 0.85 | 0.80 | 194 | 14.8 | 13.9 | - | - |
| 2 | 4 | 4 | 529 | - | 1.48 | 1.80 | 142 | 12.9 | 13.1 | 67 | 5.9 |
| 1. | 2 | 2 | 90 | 38 | 0.86 | 0.97 | 196 | 12.9 | 13.5 | - | - |

NOTAS

(a) Ejemplo UF = material de urea-formaldehido producido por el ejemplo, con el número entre paréntesis.

5 (b) UF = Urea-formaldehido; MF = melamina-formaldehido, es decir - resina utilizada como aglutinante

(c) Flujo en disco : en pulgadas (prueba satandard)

(d) Endurecimiento = tiempo mínimo de cierre de la prensa en segundos, para producir una pieza moldeada sin ampollas

10 (e) Agua libre, en tanto por ciento en peso, del polvo de moldeo acabado

(f) En mg, después de 0,5 horas de inmersión en agua hirviendo o 24 horas en agua fría

(g) En porcentaje

(h) Resistencia eléctrica en voltio por mil.

15 (i), (j) Surf. = resistividad superficial en $10g_{10}$ ohm;
Vol = resistividad volúmica en $10g_{10}$ ohm cm

(k), (l) St = Resistencia a la flexibilidad en MN/m^2 ;
Mod = Módulo flexural en GN/m^2

20 En (e) a (l) los métodos utilizados son los que se indican en - la prueba 1322 de las Normas británicas.

N O T A

25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, asi 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 se refiere a una Solicitud de Pa-
tente presentada en Inglaterra; 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 Pa-
30 tente de Invención por 20 años en España, sobre: Perfeccionamientos -

en la obtención de composiciones de moldeo termoendurecibles; caracterizándose por lo siguiente:

5 1. - Perfeccionamientos en la obtención de composiciones de moldeo termoendurecibles, formadas por una resina aminoplástica - endurecible y de un 15 a un 80 % en peso (basándose en el peso total - de la composición), de una carga, caracterizados porque como carga - se dispone un material que comprende, al menos parcialmente, un ma- terial aminoplástico libre de celulosa, precipitado y endurecido, produ- cido por un proceso que comprende (a) proporcionar un sistema acuoso
10 con un pH inferior a 4 y que contiene:

- (i) una resina de urea- o melamina-formaldehído o los prescursores pa- ra producir la misma, y
- (ii) un catalizador ácido,
- (b) agitar el sistema para producir un lodo que contenga material ami-
15 noplástico endurecido en forma particulada precipitada, y
- (c) controlar el contenido del aminoplástico precipitado en el sistema - a menos del 20% en peso

20 2. - Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracte- rizados porque el material aminoplástico de la carga es un material- de urea- o melamina-formaldehído, particulado, libre de celulosa y en- durecido, con grupos -NH- capaces de reaccionar con la resina duran- te el endurecimiento de esta última.

25 3. - Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracte- rizados porque el aminoplástico precipitado se produce por un proce- so tal como aquí se define, en el que el contenido de sólidos del ami- noplástico precipitado se ha controlado en el sistema acuoso controlan- do la temperatura durante la precipitación.

30 4. - Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracte- rizados porque el material aminoplástico precipitado se produce por el procedimiento aquí descrito, en el que el contenido de sólidos del -

aminoplástico precipitado se controla en el sistema acuoso controlando el contenido de sólidos componentes reactivos tal como anteriormente se ha definido.

5 5.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el material de urea- o melamina-formaldehido particulado tiene una superficie B.E.T. inferior a 10 metros cuadrados por gramo.

10 6.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el material particulado de urea- o melamina-formaldehido tiene una superficie B.E.T. inferior a $1,0 \text{ m}^2/\text{g}$.

7.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el material particulado de urea- o melamina-formaldehido tiene una absorbancia del agua de 1, 5 a 2,5 mil litros por gramo.

15 8.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el material particulado de urea- o melamina-formaldehido se produce en forma de agregados de partículas microesféricas con un diámetro medio de partículas de 0,5 a 5 micras.

20 9.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el material particulado de urea- o melamina-formaldehido no ha sido triturado ni pulverizado antes de su incorporación a la resina aminoplástica.

25 10.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el material particulado de urea- o melamina-formaldehido ha sido neutralizado antes de su incorporación a la resina.

11.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, ca-

caracterizados porque la carga comprende de un 30 a un 100% en peso (basándose en el peso de la carga) del material particulado de urea- - o melamina-formaldehído.

12.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la carga comprende dos componentes, siendo uno el material aminoplástico particulado, libre de celulosa, precipitado y endurecido, y siendo el otro alfa-celulosa.

13.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la resina aminoplástica es una resina de urea-formaldehído con una relación molar urea:formaldehído antes del endurecimiento de 1:1,2 a 1:1,7.

14.- Perfeccionamientos en la obtención de composiciones de moldeo termoendurecibles tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta memoria consta de diez y ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED,

29 SET 1975
J. GÓMEZ ACEVEDO Y MOJET

por Firmado: L. Goeta Fernández

