



31 ENE. 1978<sup>(19)</sup> ES

**CONCEDIDA**

(11) NUMERO	(15) A 1
457.586	
(21) FECHA DE PRESENTACION	
5-4-77	

**PATENTE DE INVENCION**

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
13967/76	6 de Abril 1.976	Inglaterra

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D21H 3/50	

(54) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR CUERPOS O LAMINAS COMPUESTAS.

(71) SOLICITANTE (S)

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Imperial Chemical House, Millbank, Londres S.W.1., Inglaterra.

(72) INVENTOR (ES)

ALAN METCALF WOOLER.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para la producción de cuerpos o láminas compuestas.

5 En la fabricación de cuerpos o láminas compuestas mediante conformado, en un molde o entre las superficies de un molde, de una mezcla de un material de carga y un agente aglutinante a base de isocianato, se experimentan frecuentemente dificultades a la hora de desprender la lámina o cuerpo del molde debido a la adhesión entre el aglutinante y la superficie o superficies del molde.

10 El problema es exacerbado en el caso en donde no es posible aplicar un agente de desprendimiento a la superficie o superficies del molde, por ejemplo, en la fabricación de láminas compuestas del tipo de cartón de papel viejo.

15 Los cartones de papel viejo se preparan normalmente mediante prensado en caliente de una masa de virutas de madera, fibras de madera y otros materiales lignocelulósicos en mezcla con un agente aglutinante. Los platos de la prensa de cartón de papel viejo son normalmente de acero y se mantienen a una temperatura comprendida entre 140 y 230°C. Los cartones  
20 se fabrican casi continuamente de modo que existe un acceso limitado a los platos, haciendo prácticamente imposible la aplicación de agentes de desprendimiento a dichos platos.

25 El agente aglutinante utilizado normalmente en la fabricación de cartón de papel viejo es una cola de resina sintética, tal como una solución de una resina de urea-formaldehído o fenol-formaldehído, pero se ha apreciado bastante la ventaja de utilizar un agente aglutinante a base de isocianato, que proporciona productos de resistencia a la tracción comparable cuando se utilizan en una cantidad mucho menor. Desafortunadamente,  
30 se ha experimentado una dificultad considerable a la

hora de desprender el cartón preparado con un aglutinante a base de isocianato de los platos de la prensa. La inclusión de una cera en la mezcla de cartón/aglutinante resulta adecuado para evitar la adhesión de un cartón aglutinado con resina de urea-formaldehído o fenol-formaldehído, pero es ineficaz cuando se utiliza un aglutinante a base de isocianato.

Los agentes de desprendimiento convencionales que incluyen aceites, pulimentos de cera, siliconas y politetrafluoretileno han resultado ser insatisfactorios al igual que los agentes de desprendimiento uretánicos especializados que incluyen los utilizados en aplicaciones estructurales de espuma.

Otra técnica utilizada para resolver el problema del desprendimiento consiste en recubrir un núcleo de virutas de madera aglutinadas con isocianato con capas de virutas tratadas separadamente con una resina de fenol-formaldehído. Otra técnica consiste en recubrir el cartón de papel viejo con papel pero esto tiene evidentes desventajas.

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para la producción de cuerpos o láminas compuestas, que comprende conformar en un molde o entre las superficies del molde una mezcla de un material de carga y un agente aglutinante a base de isocianato proporcionándose un jabón metálico en la interfase de la mezcla y superficie o superficies del molde.

El proceso de esta invención es de un valor particular en la fabricación de cartón de papel viejo. En este caso, el material de carga es un material lignocelulósico el cual, en mezcla con el agente aglutinante, se conforma prensando en caliente la mezcla entre las superficies del molde en forma de

platos de prensa normalmente a una temperatura comprendida entre 140 y 230°C.

5 El término material lignocelulósico incluye trozos de madera, fibras de madera, recortes, lana de madera, corcho y corteza, serrín y productos residuales similares procedentes de la industria de la madera y/o fibras de otros productos naturales que son lignocelulósicos, como por ejemplo paja, bagazo, residuos de lino y juncos, cañizos e hierba secos. Se incluyen también cáscaras de nueces, por ejemplo nueces molidas, 10 de cosechas cereales, por ejemplo arroz y avena. Adicionalmente, pueden mezclarse, con los materiales lignocelulósicos, material inorgánico en escamas o fibras, por ejemplo fibra de vidrio, mica y asbestos, y productos sintéticos tales como cauchos y plásticos tanto en forma sólida como espumada.

15 El agente aglutinante a base de isocianato será normalmente un poliisocianato orgánico solo o en mezcla con otro tipo de agente aglutinante, por ejemplo una cola de resina sintética. Se puede aplicar en forma líquida, como una solución en un disolvente inerte o en forma de una emulsión acuosa. 20

Poliisocianatos orgánicos que pueden ser empleados incluyen diisocianatos e isocianatos de mayor funcionalidad, particularmente poliisocianatos aromáticos. Se pueden emplear mezclas de poliisocianatos de las cuales son especialmente 25 adecuadas las mezclas en bruto de di- y poliisocianatos de mayor funcionalidad producidos por fosgenación de condensados de anilina/formaldehído conocidos como MDI en bruto. Los poliisocianatos orgánicos pueden ser prepolímeros terminados en isocianato producidos haciendo reaccionar un exceso de un diisocianato o 30 poliisocianato de mayor funcionalidad con un poliol. El poliisocianato orgánico se puede emplear convenientemente en for-

ma de una emulsión acuosa agitando el isocianato con agua en presencia de un agente emulsionante. Los agentes aglutinantes a base de isocianato y sus emulsiones, adecuados para utilizarse en el proceso de la invención, se describen en las solicitudes británicas copendientes Nos. 10.264/75 y 48.077/76.

Por el término "jabón metálico" se quiere dar a entender sales metálicas de ácidos alifáticos o cicloalifáticos de cadena larga.

Las sales metálicas incluyen sales de metales alcalinos pero se prefieren las sales de metales alcalinotérreos o de metales pesados. Metales adecuados incluyen aluminio, bario, cadmio, litio, magnesio, plomo, zinc, calcio, cobalto, cobre, manganeso e hierro.

Como ácidos alifáticos o cicloalifáticos de cadena larga se pueden mencionar los ácidos nafténicos e hidroxidácidos y ácidos de tall-oil y de rosina, pero preferiblemente el ácido alifático es un ácido graso de cadena larga por lo cual se quiere dar a entender ácidos monocarbóxicos saturados o insaturados que contienen al menos 10 átomos de carbono y, en la práctica, hasta 26 átomos de carbono. Los ácidos grasos más adecuados y disponibles contienen entre 12 y 18 átomos de carbono.

Convenientemente, los jabones metálicos son estearatos metálicos de los cuales se mencionan los estearatos de calcio y zinc y, en particular, estearatos de hierro los estearatos de plomo, bario, cadmio y cobre son menos convenientes de usar, debido a su toxicidad, aunque se pueden combinar para proporcionar actividad anti-fungal.

Si bien no se desea ligarse a ninguna teoría en particular, se cree que la eficacia de desprendimiento del jabón metálico puede estar relacionada con su punto de fusión. De este modo, se ha observado que cuando una superficie de molde

de aluminio o acero se calienta después de haberse utilizado el molde en el proceso de la invención, parte de los jabones metálicos funden y fluyen muy fácilmente desmostrando que exhiben una afinidad hacia la superficie del molde y proporcionan una buena potencia de cobertura. Tras enfriar de nuevo, se forman revestimientos no pulverulentos, duros, tenaces, pero no frágiles. Por lo tanto, se cree que la eficacia de cualquier jabón particular depende de la temperatura a la cual se lleva a cabo el proceso de moldeo, siendo más adecuado un jabón que tiene un punto de fusión inferior a la temperatura del proceso. Evidentemente, el punto de fusión se puede ajustar usando mezclas de jabones metálicos o, cuando el jabón mismo es una mezcla de sales polivalentes, variando el contenido metálico del jabón durante la fabricación.

En el caso de cartón viejo prensado en caliente entre platos de acero a una temperatura de 150 a 175°C, como jabón metálico se prefiere un estearato de hierro.

El proceso de la invención se efectúa fácilmente mezclando totalmente el material de carga con el agente aglutinante a base de isocianato, tras lo cual se comprime o se conforma de otro modo en un molde o entre la superficie del molde. La provisión del jabón metálico en la interfase de la mezcla y superficie o superficies del molde se puede conseguir aplicando al jabón como un polvo, como una suspensión acuosa o, si se utilizan sales sódicas o potásicas solubles, como una solución, o como un gel finamente dispersado, a la superficie o superficies del molde o a la superficie de la mezcla antes del moldeo o, en ciertos casos, en mezcla con la carga/agente aglutinante.

En la fabricación de cartón de papel viejo, el material lignocelulósico y el aglutinante se mezclan convenientemente pulverizando el agente aglutinante a base de isocianato en una emulsión acuosa sobre el material, mientras se agita en un mezclador cerrado, bien del tipo discontinuo o bien del tipo

continuo. En muchos casos, la mezcla cartón/aglutinante se salpica sobre platos de chapa de metal fabricados a partir de aluminio o acero, que sirven para llevar las "tortas" a la prensa. El plato de chapa metálica y la superficie superior de la torta depositada de virutas, se pulveriza frecuentemente primero con agua para proporcionar vapor de agua el cual realiza la transferencia térmica al núcleo durante el prensado en caliente y facilita el resto de la distribución final de humedad. Por consiguiente, sería conveniente utilizar una pulverización de agua como un vehículo para aplicar un agente de desprendimiento.

En la práctica, sin embargo, es virtualmente imposible proporcionar una película continua del agente de desprendimiento en la interfase durante la compresión. De este modo, es difícil conseguir una cobertura completa del plato de chapa metálica o superficie superior de la torta, con una cantidad económica de agente de desprendimiento; durante el paso de la torta a la prensa caliente, el movimiento disturba frecuentemente a los trozos sueltos que llevan agente de desprendimiento exponiendo con ello a las áreas sin tratar; durante el cierre de la prensa, se presenta de nuevo el movimiento de trozos individuales y tiene lugar un ligero esparcimiento global y general que tiende a áreas de producto libres de agente de desprendimiento, particularmente alrededor de los bordes del cartón; el calor y la humedad tienden a vaporizar agentes de desprendimiento destinados de la interfase al núcleo, lo cual explica posiblemente el por qué resultan inadecuados los agentes de tipo oleoso; la naturaleza absorbente de las virutas de madera tiende a absorber agente de desprendimiento; y la tenacidad de la torta causa el desarrollo de presiones en exceso en puntos elevados que tienden a desplazar a los agentes de desprendimiento en tales puntos. Evidentemente, cualquier región en defecto temporalmente de agente de desprendimiento puede causar que algunos trozos se peguen conduciendo a un producto desfigurado. A menos que se separen los trozos pegados, el efecto se aumenta.

A partir de una consideración de lo anterior no es sorprendente el que los agentes de desprendimiento convencionales, tales como los indicados al principio, hayan fallado.

5 Otros agentes de desprendimiento potenciales, pulverizados como soluciones en agua sobre el plato de chapa metálica y sobre la superficie de la torta, antes del prensado, han resultado ser de poco valor. Estos incluyen soluciones de urea, alcoholes polivinílicos, polietilenglicol, silicato sódico, octoato potásico y acetato potásico, utilizándose este último  
10 en un intento para inducir el desprendimiento en la interfase por vía de la formación de isocianarato. Ha resultado ser ineficaz una gama de emulsiones de cera y aceite.

Una ventaja de la presente invención es, por consiguiente, que el desprendimiento se facilita cuando se proporciona un jabón metálico, como anteriormente se ha definido, en la  
15 interfase de una mezcla de un material de carga y un agente aglutinante a base de isocianato y una superficie o superficies de molde, aplicando una solución o dispersión acuosa del jabón metálico a la superficie o superficies del molde o a la superficie exterior de la mezcla antes del moldeo. Si bien los surfactantes convencionales facilitan la dispersión de los jabones metálicos insolubles, los mismos tienden a disminuir su eficacia de desprendimiento. Sin embargo, se ha encontrado que un jabón metálico soluble, tal como oleato potásico, no solo facilita la dispersión  
20 de jabones metálicos insolubles sino que contribuye al desprendimiento. Las dispersiones acuosas útiles comprenden aproximadamente 5 partes de un jabón metálico insoluble, una parte de un jabón metálico soluble y hasta 150 partes de agua.

30 Convenientemente, la dispersión del jabón metálico insoluble se puede preparar in situ en una solución de una sal soluble del mismo jabón. Así, por ejemplo, se agita una solución de cloruro férrico en una solución de un exceso molar ligero

de oleato potásico para producir una fina dispersión de oleato ferrico durante la primera operación de moldeo de una serie de operaciones, es preferible que la superficie o superficies del molde se enfríen, limpien y se restreguen o pulvericen a continuación con el jabón metálico. A continuación, y una vez alcanzada la temperatura de operación, el jabón funde y fluye preacondicionando a la superficie del molde. En la práctica, se pulveriza suficiente cantidad de solución o dispersión de jabón metálico sobre la superficie superior de la mezcla carga/aglutinante y plato de chapa metálica para sustituir, por transferencia, la película de desprendimiento tenaz sobre las superficies del molde inicialmente.

El agente aglutinante a base de isocianato puede contener varios adyuvantes, por ejemplo fungicidas, catalizadores para acelerar la reacción del isocianato con el material lignocelulósico y/o agua, o diluyentes hidrófobos para disminuirla. Las ceras hidrófobas o productos similares confieren también propiedades adicionales de repulsión del agua sobre el cartón de papel viejo y se pueden añadir pequeñas cantidades sin que se perjudique mucho la resistencia de unión.

La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcentajes se ofrecen en peso a menos que se diga lo contrario.

#### EJEMPLO 1

En un mezclador tamboreador abierto se colocan 102 partes de virutas de madera secadas a un contenido en humedad del 2%. Mientras se tamborea, se pulveriza, sobre las virutas, mediante una pulverización manual, una emulsión acuosa de un agente aglutinante a base de isocianato, preparado por agitación de 4 partes de MDI en bruto emulsionable en 8 partes de agua con

una pequeña cantidad de una emulsión de cera de parafina.

El MDI en bruto emulsionable se prepara asimismo con agitación y reacción conjunta de 8 partes de un metoxi polietilenglicol (peso molecular 650) y 100 partes de MDI en bruto.

5 El metoxipolietilenglicol reacciona con el MDI para formar in situ un agente emulsionante no iónico.

10 Un plato de chapa metálica cuadrado, de 35 cm, se pulveriza homogéneamente con 12 g de dispersión de jabón metálico, preparada agitando entre sí 5 partes de monoestearato de aluminio, 1 parte de oleato de potasio y 150 partes de agua sobre el plato de chapa metálica se forma una torta cuadrada de 27,5 cm dejando que los trozos pulverizados caigan libremente, a un bastidor en una cantidad tal que 1,2 Kg de trozos pulverizados ocupen un área de  $1/10 \text{ m}^2$ . La superficie superior de la torta se pulveriza con una cantidad equivalente de la dispersión de jabón metálico a la usada para pulverizar el plato de chapa metálica. La torta se prensa a una presión de  $35 \text{ Kg/cm}^2$  aproximadamente hasta un espesor de 19 mm, a  $150^\circ\text{C}$ , durante 5 minutos, tras lo cual la torta se desprende fácilmente de los platos de la prensa.

#### EJEMPLOS 2-7

Se sigue el procedimiento del ejemplo 1 excepto que el monoestearato de aluminio se sustituye por los siguientes jabones metálicos:

<u>Ejemplo</u>	<u>Jabón metálico</u>
2	diestearato de aluminio
3	triestearato de aluminio
4	estearato de calcio
5	estearato de calcio auto-dispersante *
30 6	estearato de zinc
7	estearato de hierro

\* Estearato de calcio AD- dispensable en agua, vendido por The Durham Chemical Group.

#### EJEMPLOS 8-14

35 Se repite el procedimiento de los ejemplo 1-7 excepto que las virutas secas de madera se pulverizan primero,

mientras se tamborean, con 8 partes de agua seguido por 4 partes de MDI en bruto pulverizado utilizando una pulverización a presión y la emulsión de cera de parafina.

EJEMPLOS 15-21

5                   Se repite el procedimiento de los ejemplos 1-7 excepto que el agente aglutinante a base de isocianato se prepara emulsionando 0,5 partes de MDI en bruto conteniendo un agente emulsionante en una solución de 9,2 partes de "Aerolite 300",  
10                   suministrada como una solución al 65%, diluida con 8 partes de agua conteniendo 0,03 partes de sulfato amónico disuelto, en un mezclador "Silverson", es decir equivalente a 6% de sólidos de urea-formaldehído con respecto al peso de virutas secas de  
15                   madera. El MDI en bruto que contiene un agente emulsionante se prepara agitando y reaccionando entre sí 7 partes de metoxipoli-  
                      etilenglicol (peso molecular 650) y 93 partes de MDI en bruto.

EJEMPLO 22

                      Se repite el procedimiento del ejemplo 1 excepto que el jabón metálico usado es una solución acuosa al 2% de oleato potásico y excepto que, en lugar de pulverizar la superficie superior de la torta de virutas, se pulveriza el plato superior de la prensa.

Experimentos de control

25                   Se repite el ejemplo 1 excepto que no se utiliza jabón metálico. La torta prensada no pudo desprenderse de los platos de la prensa sin utilizar un escoplo.

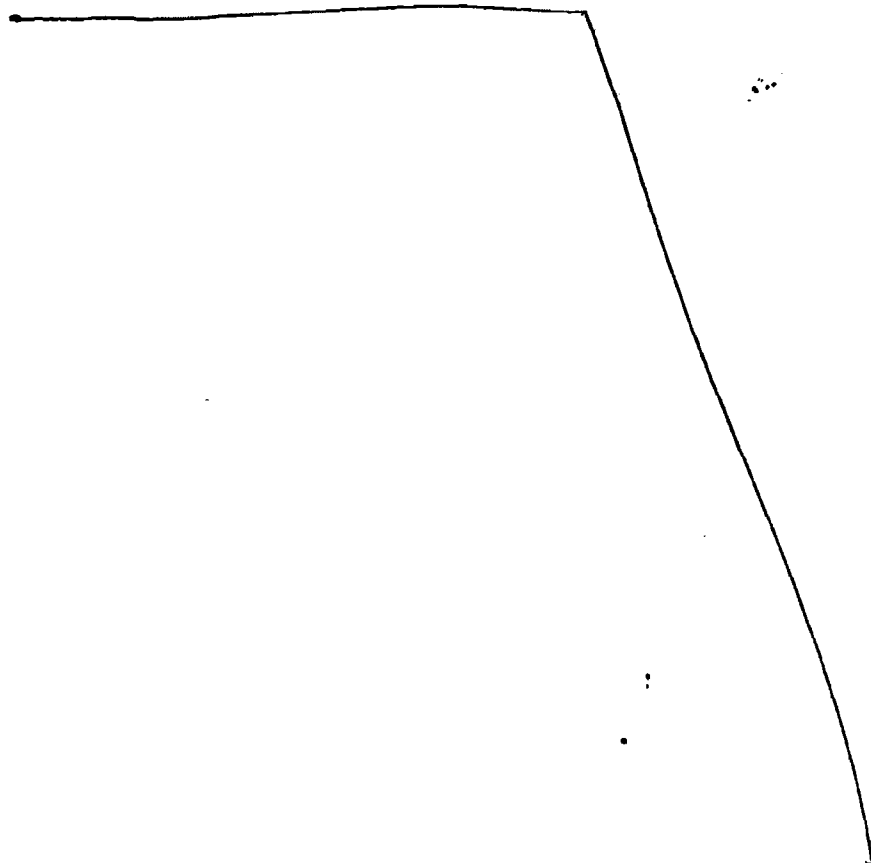
                      Se repite el ejemplo 1 excepto que en lugar del jabón metálico se utiliza las siguientes soluciones acuosas: 2% de urea, 2% de alcohol polivinílico, 2% de polietilenglicol (peso molecular 1000). 2% de polietilenglicol (peso molecular 6000), 4% de silicato sódico, 2% de octoato potásico y 2% de acetato potásico. En ningún caso la torta pudo desprenderse fácilmente y totalmente de la prensa.

30

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

5 Las tortas comprimidas producidas en cada uno de los ejemplos 1 a 22 se desprenden facilmente de la prensa en comparaci3n con las tortas de los experimentos de control. En general, la eficacia de desprendimiento de los jabones met3licos aumenta en el orden de estearatos de aluminio, estearatos de calcio, estearato de zinc y estearato de hierro, siendo este 3ltimo el m3s eficaz.

10 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, as3 como la manera de realizarse en la pr3ctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

=====

5 1. Procedimiento para producir cuerpos o láminas compuestas, caracterizado porque comprende conformar, en un molde o entre las superficies del molde, una mezcla de un material de carga y un agente aglutinante a base de isocianato, proporcionándose un jabón metálico en la interfase de la mezcla y superficie o superficies del molde.


10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado, porque el material de carga es un material lignocelulosico y la mezcla se conforma entre las superficies del molde mediante prensado en caliente entre los platos de una prensa, para producir una lámina compuesta.

15 2. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la mezcla se prensa a una temperatura, comprendida entre 140 y 230°C.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente aglutinante a base de isocianato es un poliisocianato orgánico opcionalmente en mezcla con otro tipo de agente aglutinante.

20 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado, porque el poliisocianato orgánico es una mezcla en bruto de di- y poliisocianatos de mayor funcionalidad producidos por fosgenación de condensados de anilina/formaldehído.

25 6. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado, porque el poliisocianato orgánico se encuentra en forma de una emulsión acuosa.



7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el jabón metálico es la sal de un metal de alcalinoterreo o pesado.

5 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el jabón metálico es una sal metálica de un ácido graso de cadena larga que contiene de 10 a 26 átomos de carbono.

10 9. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el ácido graso de cadena larga contiene de 12 a 18 átomos de carbono.

10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el jabón metálico es un estearato metálico.

15 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el jabón metálico es un estearato de aluminio, calcio o zinc.

12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el jabón metálico es un estearato de hierro.

20 13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la mezcla se conforma a una temperatura superior al punto de fusión del jabón metálico.

25 14. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la mezcla se prensa en caliente entre platos de acero a una temperatura de 150 a 175°C y el jabón metálico es un estearato de hierro.

5

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el jabón metálico se proporciona por aplicación de una solución o dispersión acuosa del jabón metálico a la superficie o superficies del molde o a la superficie exterior de la mezcla antes del moldeo.

16. Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque se disuelve un jabón metálico soluble en una dispersión acuosa de un jabón metálico insoluble.

10

17. Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque la dispersión acuosa comprende aproximadamente 5 partes de un jabón metálico insoluble, una parte de un jabón metálico soluble y hasta 150 partes de agua.

15


18. Procedimiento según las reivindicaciones 16 ó 17, caracterizado porque el jabón metálico insoluble se prepara in situ en una solución de una sal soluble del mismo jabón.

20

19. Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque el jabón metálico insoluble oleato férrico preparado por agitación de una solución de cloruro férrico en una solución de un ligero exceso molar de una solución de oleato potásico.

25

20. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque durante una primera operación de moldeo de una serie de operaciones, el jabón metálico se aplica a la superficie o superficies del molde y a continuación, y durante las operaciones sucesivas, el jabón metálico se aplica por lo menos en parte a la superficie de la mezcla antes del moldeo.



21. Procedimiento para producir cuerpos o láminas compuestas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5

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

Madrid - 4 MAR. 1977

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. M. GÓMEZ ACEGO Y POMBO  
P. F. Firmado: L. Gasto Fernández

