

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO	12 A1
	21	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
		6-12-77

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
76 36751	7-12-76	Francia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
54 TITULO DE LA INVENCION		
UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN ENDURECEDOR PARA RESINA AMINOPLAS-TO.		
71 SOLICITANTE (S)		
PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
25 boulevard de l'Amiral Bruix - 75116 PARIS (FRANCIA)		
72 INVENTOR (ES)		
Bernard Druet; André Lozowski y Jean-Claude Brial, todos de nacionalidad francesa.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

**POOR
QUALITY**

1 La presente invención se refiere a un endurecedor
para colas y ligantes aminoplastos obtenido a partir de
ácidos y anhídridos procedentes de los efluentes resultan-
tes de la fabricación del anhídrido ftálico a partir de
5 la oxidación catalítica del orto-xileno o del naftaleno.

Es conocido por el certificado de adición francés
No. 2.200.341 utilizar ácido o anhídrido ftálico como en-
durecedor para colas y ligantes aminoplastos. Sin embargo
debido a la escasa solubilidad en el agua de estos produc-
tos es necesario utilizarlos en solución en un disolvente.
10

En la patente francesa No. 2.268.047 se describen
como endurecedores de las resinas aminoplastos las mono-
amidas de los ácidos maleicos o fumáricos. Estos productos
presentan el inconveniente de necesitar una realización
15 compleja y costosa.

Los endurecedores actualmente más utilizados en
estos tipos de resinas son lo más corriente ácidos solubles
en agua o sales de amonio como el cloruro, el bromuro, el
sulfato, el fosfato, el oxalato, etc. Como consecuencia de
20 su reacción con el formol lábil disponible en estas colas o
ligantes, aportan la acidez necesaria para un endurecimien-
to en frío o en caliente.

De acuerdo con la presente invención se obtiene de
forma muy simple y poco costosa un endurecedor para resina
aminoplasto que presenta todas las calidades requeridas.
25 Este endurecedor se caracteriza porque se obtiene por neu-
tralización a un pH comprendido entre 4,50 y 5,40 de los
efluentes acuosos, cuya densidad a 30°C se ajusta entre
1,130 y 1,030 y preferentemente entre 1,050 y 1,110, pro-
cedente de la fabricación del anhídrido ftálico a partir de
30

1 la oxidación catalítica del orto-xileno o del naftaleno.

En la fabricación del anhídrido ftálico de acuerdo con el procedimiento citado, los efluentes provienen de la torre de abatido o de la torre de lavado con agua de los gases que salen del reactor de síntesis. La composición de ácidos o de anhídridos de estos efluentes acuosos es variable y depende del funcionamiento de la unidad de fabricación.

10 En general la composición de estos efluentes acuosos para 100 partes en peso de materias orgánicas secas es la siguiente en partes en peso:

- Anhídrido maleico..... del 43 al 90
- Acido fumárico..... del 0 al 3
- Acido citracónico..... del 3 al 7,5
- 15 - Acido benzoico..... del 1 al 4,5
- Anhídrido ftálico..... del 5,5 al 38
- Ftalida..... del 0,5 al 4

20 El peso de las materias orgánicas secas se determina por secado en estufa a 95°C durante 2 horas de 3 g. de efluentes acuosos.

Puede ser necesario ajustar la densidad de estos efluentes acuosos mediante adición de agua previamente a su neutralización. Con miras a su transformación en endurecedor para colar y ligantes aminoplastos estos efluentes acuosos se neutralizan a los pH definidos anteriormente de preferencia:

- mediante amoniaco;
- mediante una o varias aminas de fórmula general:



1 en la cual R_1 , R_2 , R_3 representan un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono y eventualmente portador de grupo fenoxi o alcoxi de 1 a 2 átomos de carbono, R_1 , R_2 y/o R_3 son idénticos o diferentes

5 - o también mediante una amina cíclica con 4 o 5 átomos de carbono y que pueden comprender en su molécula un átomo de oxígeno, azufre y/o nitrógeno.

10 Como ejemplo de aminas se pueden citar la monometilamina, la n-butilamina, la dimetilamina, la metilhexilamina, la trimetilamina, la piperidina, la pirrolidina, la morfolina.

Sin embargo por razones económicas el amoniaco sigue siendo el agente de neutralización más interesante.

15 Los efluentes así tratados pueden ser utilizados tal cual como endurecedores de los ligantes y colas aminoplastos, sin embargo es preferible filtrarlos con el fin de eliminar las impurezas sólidas presentes en los efluentes iniciales.

20 Estos endurecedores pueden prepararse en continuo o de forma discontinua. Para prepararlos en continuo, basta con añadir agua de dilución y el agente de neutralización preferentemente en solución acuosa en los efluentes que salen de la torre de lavado con agua a unos caudales regulados con el fin de obtener una solución final con la densidad a 30°C y el pH indispensables para el objeto de la invención.

25 De acuerdo con el procedimiento en forma discontinua es por ejemplo posible añadir sucesivamente o simultáneamente a los efluentes agitados en un reactor provisto de un sistema de refrigeración el agua y el agente de neutra-

1 lización en cantidades suficientes para la obtención de la
densidad a 30°C y del pH de acuerdo con el objeto de la in-
vención. De forma general, la temperatura de reacción se
mantiene por debajo de 60°C.

5 Las soluciones de endurecedor así obtenidas se con-
servan en el almacenado. Las soluciones permanecen claras
hasta una temperatura aproximada a los 0°C. A temperaturas
inferiores se produce una cristalización fácilmente elimi-
nable por simple calentamiento.

10 Para comodidad de almacenado puede resultar intere-
sante recuperar el endurecedor en forma de polvo. Basta en
este caso con recuperar el endurecedor de los efluentes
tratados mediante cristalización, por evaporación a seque-
dad o por cualquier otro medio conocido. El polvo obtenido
15 puede volverse fácilmente al estado en solución acuosa a
la temperatura ambiente y presenta las mismas calidades de
endurecedor que la solución acuosa de efluentes tratados.

20 Las soluciones de efluentes tratados en las condi-
ciones de la invención están listas para su uso y se utili-
zan por lo general a razón de 1,5 a 15% en peso con rela-
ción al peso de materias secas de la resina aminoplasto
utilizada, determinándose las materias secas de la resina
aminoplasto mediante secado en estufa a 120°C durante 2
horas de 1 g. de resina aminoplasto comercial.

25 Este tipo de endurecedor es adecuado particularmen-
te para las resinas urea-formol, melamina-formol, melamina-
urea-formol, modificadas o no, por adición de fenol en su
preparación.

30 Además de sus excelentes calidades como endurecedor
para ligantes y colas aminoplastos, los efluentes tratados

1 presentan el enorme interés de valorizar técnicamente las
aguas residuales de la fabricación del anhídrido ftálico
por oxidación catalítica del orto-xileno o del naftaleno.
Industrialmente, estas aguas residuales plantean un proble-
5 ma de eliminación; debido al peligro de contaminación estas
aguas no pueden ser tiradas. Las aguas son por lo general
destruidas por evaporación y calcinación o también tratadas
químicamente o biológicamente antes de ser tiradas, lo cual
presenta una pérdida de producto, y una manipulación rela-
10 tivamente costosa.

Los siguientes ejemplos ilustran el objeto de la
invención.

EJEMPLO 1

15 En 35 kg de efluentes acuosos procedentes de la fa-
bricación de anhídrido ftálico por oxidación catalítica de
orto-xileno y con la composición siguiente para 100 partes
en peso de materias orgánicas secas:

- Anhídrido maléico..... 77
- Acido citracónico..... 5
- 20 - Acido benzoico..... 3
- Anhídrido ftálico..... 14
- Ftalida..... 1

se añaden 10 litros de agua a 50°C con el fin de obtener
una densidad a 30°C de 1,087.

25 El extracto seco de esta solución es del 29,4% y el
pH de 1,15.

Se añaden seguidamente a 20°C, 8,2 kg de amoniaco
al 26% en peso. El pH de la solución obtenida es de 5.

30 La solución final después de la filtración constitu-
ye el endurecedor I A.

1

EJEMPLO 2

5

2 kg de endurecedor I A del Ejemplo 1 se evaporan a sequedad en las condiciones siguientes: presión 20 mm de mercurio - temperatura: 70°C. Se obtienen entonces 480 g. de residuo que, después de triturado, se presenta bajo la forma de un polvo gris; este polvo se disuelve seguidamente en agua a 25°C a razón de 120 g. por 380 g de agua. La solución así obtenida tiene un pH de 4,6 y constituye el endurecedor I B.

10

EJEMPLO 3

En 45 kg de efluentes acuosos con una densidad a 30°C de 1,086 y la composición siguiente para 100 partes en peso de materias orgánicas secas:

15

- Anhídrido maléico..... 62,7
- Acido citracónico..... 4,1
- Acido benzoico..... 2,4
- Anhídrido ftálico..... 30
- Ftalida..... 0,8

20

se añaden 7,9 kg de amoniaco al 26% en peso. La solución obtenida, que tiene un pH de 5,1 y una densidad a 20°C de 1,085, constituye el endurecedor II.

EJEMPLO 4

25

En 36 kg de efluentes, con una composición en materias orgánicas idénticas a la del ejemplo 1, se añade 1 litro de agua a 50°C. La densidad de la solución obtenida es de 1,107 a 30°C.

30

El extracto seco de la solución es del 36%. Se realiza seguidamente una neutralización mediante 7,8 kg de amoniaco al 26% en peso y una filtración sobre papel.

La solución final, con un pH de 5, constituye el endurecedor III.

1

EJEMPLO 5

Se procede como en el ejemplo 1 con, partiendo de 36 kg de efluentes, la misma composición en materias orgánicas, pero sustituyendo 8,3 kg de amoniaco al 26% en peso por 9,5 kg de monometilamina al 40% en peso en agua.

5

La solución obtenida, que tiene un pH de 4,6 constituye el endurecedor IV.

EJEMPLO 6

Se procede como en el ejemplo 5, pero sustituyendo 9,5 kg de monometilamina por 10,5 kg de morfolina.

10

La solución obtenida, con un pH de 4,6, constituye el endurecedor V.

EJEMPLO 7

Se procede como en el ejemplo 6, pero sustituyendo 10,5 kg de morfolina por 12,5 kg de diisopropilamina. La solución final con un pH de 4,7 constituye el endurecedor VI.

15

EJEMPLO 8

A 100 partes en peso de una resina melamina-urea-formol comercial, con un extracto seco del 65%, se añaden sucesivamente 18 partes en peso de una emulsión acuosa de parafina al 45% en peso, 7 partes, en peso de endurecedor IA o VI y 1,8 partes en peso de agua. La emulsión acuosa de parafina utilizada en un producto comercial preparado a partir de parafina con punto de fusión comprendido entre 55°C y 80°C.

20

25

Se mide entonces el tiempo de gelificación a 100°C; definiéndose este como el tiempo medido, desde la introducción de 6 g. de la mezcla precedente contenida en un tubo de ensayo, hasta el comienzo de la gelificación.

30

1 Se prepara de la misma forma una mezcla adherente
téstigo añadiendo a 100 partes en peso de resina, 18 partes
en peso de una emulsión de parafina al 45% en peso, 5,3
5 partes en peso de una solución de cloruro de amonio al 15%
en peso, 1 parte en peso de amoniaco concentrado 22^oBé y
2,5 partes en peso de agua.

Los tiempos de gelificación encontrados con los dis-
tintos endurecedores se consignan en la tabla dada a conti-
nuación:

	Tiempos de gelificación en segundos a 100 ^o C.
10 Mezcla conteniendo el endurecedor I A.....	68
Mezcla conteniendo el endurecedor VI.....	69
15 Mezcla conteniendo el cloruro de amonio....	70

20 Se proyecta mediante pulverización sobre 100 partes
en peso de virutas de madera, mezcla de alamo y abedul, al
6% de humedad, 22 partes en peso de una de las mezclas adhe-
sivas. Se trabajan las virutas en mate que se cuecen segui-
damente a 162^oC bajo una presión de 25 daN/cm². La duración
de compresión es de 4 minutos para un espesor de panel de
20 mm, o 12 segundos por milímetro.

25 Los paneles así elaborados se someten seguidamente
a las pruebas de la norma francesa CTB-H.

Los resultados obtenidos, medios de 10 ensayos, se
representan en la tabla siguiente:

30

1	Características mecánicas de los paneles.	Mezcla conteniendo el endurecedor I A	Mezcla conteniendo el endurecedor VI	Mezcla conteniendo cloruro de amonio.
	Espesor bruto (mm)	19,6	19,5	19,6
5	Densidad	0,688	0,687	0,688
	Resistencia a la tracción transversal en seco (kg/cm ²)	11,5	11,3	10,8
	Resistencia a la tracción transversal después del ciclo V313 (kg/cm ²)	6,3	6,2	5,2
10	Hinchamiento con agua a 20°C después de 24 h. (%)	2,5	2,7	3
	Hinchamiento después del ciclo V313 (%)	3,6	3,8	4,3

15 Se observa que los resultados obtenidos con los endurecedores a base de sub-productos procedentes de la fabricación del anhídrido ftálico son claramente superiores a los que proporciona el cloruro de amonio, en particular después del ciclo V313.

20 EJEMPLO 9

25 Para cada endurecedor, se preparan 2 mezclas adhesivas: una, denominada E, está prevista para el encolado de capas exteriores de un panel de partículas; la otra, denominada I está prevista para la capa interior. Estas mezclas adhesivas se obtienen añadiendo a 100 partes en peso de una resina melamina-urea-formol comercail con un extracto seco de 65% de las cantidades variables, expresadas en partes en peso, de emulsión de parafina, agua, amoniaco, de endurecedor IV o V o de una solución acuosa de cloruro de amonio al 15% en peso.

30 Se miden los tiempos de gelificación.

1 Las composiciones de las mezclas adhesivas y los tiempos de gelificación encontrados se representan en la tabla dada a continuación:

5	Mezcla adhesiva	Endurecedor IV		Endurecedor V		Cloruro de amonio.	
		I	E	I	E	I	E
	Resina melamina-urea-formol	100	100	100	100	100	100
	Emulsión de parafina al 45% en peso en agua	5	5	5	5	5	5
10	Amoniaco 20% en peso	0	0	0	0	0,3	0,8
	Endurecedor	8	5	8	5	8	5
	Agua	7	12	7	12	7	12

15	Tiempos de gelificación a 100°C en segundos	90	112	84	105	60	83

20 Se fabrican paneles de partículas con 3 capas, obteniéndose las capas exteriores con virutas finas de abedul con una humedad del 4%, y la capa interna con virutas basta de una mezcla de álamo y de abedul con una humedad del 4,8%.

25 El encolado de las virutas se realiza por pulverización de la mezcla adherente seleccionada, de tal forma que las virutas que sirven a las capas exteriores, contienen un 14% en peso de ligante seco con relación al peso de madera seca, y que las virutas para las capas exteriores contengan, en cuanto a las mismas, un 12%.

30 La torta se conforma superponiendo una capa de virutas finas, una capa de virutas gruesas y una capa de virutas finas encoladas, con el fin de que exista un 30% en

1 2 x 15% en peso de virutas finas por un 70% en peso de virutas gruesas y que se obtenga después del prensado un panel con una densidad comprendida entre 0,670 y 0,720.

5 La torta se somete seguidamente a una compresión de 25 daN/cm² a 170°C durante 5 minutos 30 segundos.

Los paneles así elaborados se someten seguidamente a las pruebas de las normas francesas CTB-H y NF B 51 262 de Septiembre 1972, siendo esta última relativa a la resistencia a la tracción después del ciclo V100.

10 Los principales resultados obtenidos, medios de 10 ensayos, se representan en la tabla siguiente:

Características mecánicas de los paneles.	Endurecedor IV	Endurecedor V	Cloruro de amonio
15 Espesor bruto (mm)	19,59	18,45	18,40
Densidad	0,692	0,693	0,673
Resistencia a la tracción transversal en seco (kg/cm ²)	10,8	11,1	9,7
20 Resistencia a la tracción transversal después del ciclo V 100 (kg/cm ²)	2,1	2,1	1,9
Hinchamiento después del ciclo V 100 (%)	20,5	21	21
Hinchamiento después de 24 h.en agua a 20°C (%)	6,0	5,9	6,0
25 Flexión en seco (kg/cm ²)	161	161	134

30 Se observa que los paneles realizados con los endurecedores IV y V cumplen con las normas anteriormente citadas, y tienen mejores cualidades mecánicas que los elaborados con el cloruro de amonio como endurecedor.

1 EJEMPLO 10

5 Sobre muestras de contrachapados de 10 mm de espesor, se aplican 180 g/m² de una mezcla de 100 partes en peso de resina de melamina-urea-formol modificada con fenol tal como la descrita en el ejemplo 3 de la patente francesa No. 2.172.841 y de 3 partes en peso de una solución de endurecedor del ejemplo 1.

10 Las muestras se someten a una presión de 7 kg/cm², a 120°C, durante 12 minutos. Los contrachapados obtenidos presentan una superficie lisa y dura, sin fisura.

15 A título comparativo, se repite la operación precedente sustituyendo el endurecedor por 2,1 partes en peso de ácido fórmico 2 N. La superficie de los contrachapados obtenidos aparece recubierta de innumerables pequeñas fisuras.

15 EJEMPLO 11

La utilización del endurecedor tal como el descrito en el ejemplo 1 mejora la cinética del endurecimiento de las colas.

20 El fin de esta medida es el de predecir si la cola conducirá o no a despegados a la salida de la prensa, en los chapados o encolados estructurales sometidos a tensiones muy importantes al nivel de montaje de las piezas de madera.

Para medir la cinética del endurecimiento se procede de la forma siguiente:

25 - En un recipiente metálico, se introducen 100 g. de resina urea-formol comercial al 65% de materias secas y se calienta a 80°C. Se la coloca seguidamente en un baño termostático a 80°C y se añade el endurecedor agitando la cola. Tan pronto como se termina la adición de endurecedor, se
30 dispara el cronómetro y se mide el tiempo de gelificación

1 de la mezcla adhesiva.

5 Una vez que la mezcla se ha gelificado, se procede inmediatamente a la medición de la "subida en dureza", definiéndose esta como la variación con el transcurso del tiempo de la carga, situada en el plato de un medidor de penetración y necesario para observar el hundimiento de un vástago con 1 mm² de sección en la resina endurecida.

10 Los resultados consignados en la tabla dada a continuación se obtienen con el cloruro de amonio en comparación.

	Endurecedor % en peso	Solución cloruro de amonio al 15% en peso		Endurecedor del Ejemplo 1	
		10	5	10	5
15	Tiempos de gelificación a 80°C (segundos)	18	13	9	8
	Peso en kg - T° 80°C				
	1 mm después del gel	0,6	0,5	0,8	0,8
	2 mm " " "	0,8	0,7	1,4	1,2
20	3 mm " " "	1,0	0,8	1,8	1,3
	4 mm " " "	1,2	1,1	2,1	1,5
	5 mm " " "	1,5	1,3	2,4	1,7

EJEMPLO 12

25 A 100 partes en peso de una cola urea-formol comercial con un contenido en materias secas del 65%, se añaden 40 partes en peso de harina de centeno, 30 partes en peso de agua y 10 partes en peso de endurecedor I A, .III, I B, o comparativos, este último está constituido por 30 partes en peso de hexametileno tetramina, 50 partes en peso de

30

1 urea, 20 partes en peso de cloruro de amonio y 100 partes en peso de agua. La mezcla se homogeiniza y se utiliza para el pegado de contrachapados.

5 Se realizan paneles de contrachapados de 5 pliegues con ayuda de laminados de madera de okumé al 5% de humedad y de cada una de las mezclas adhesivas anteriormente definidas.

10 El encolado se realiza extendiendo, con ayuda de un rodillo, 200 g. de una de las mezclas adhesivas por metro cuadrado de laminado de madera. Los 4 pliegues exteriores se pegan sobre la superficie interna, el pliegue central no se pega.

15 El panel se conforma superponiendo los 5 pliegues cruzándolos de forma que las fibras de 2 pliegues contiguos queden situadas perpendicularmente; el conjunto queda sometido a una compresión de 25 daN/cm², a 110°C durante 5 minutos.

20 Se evalua la calidad de encolado de los paneles así elaborados atribuyéndo una nota de 0 a 10 según el aspecto del despegado con cuchilla, después de la inmersión de las muestras durante 72 horas en agua a 20°C, o después de la inmersión durante 3 horas en a gua a 70°C seguido de una inmersión durante 21 horas en agua a 20°C (ensayo A 70).
25 La nota 0 corresponde a un desprendimiento total en el plano del encolado y la nota 10 se atribuye cuando el arrancamiento se produce en el pliegue de la madera, permanediendo el plano de la cola totalmente cubierto de fibras de madera.

30 Los resultados, medios sobre 10 muestras, se representan a continuación:

1

Mezcla adhesiva que comprende el

Comparativo	Endurecedor I A	Endurecedor I B	Endurecedor III
-------------	-----------------	-----------------	-----------------

5

Nota después del ensayo A70	3,3	4,3	4,1	4,6
Nota después de 72 horas de inmersión en agua a 20°C	4,8	5,2	5,1	5,1

10

Estos resultados demuestran también la superioridad del endurecedor a base de efluentes procedentes de la síntesis del anhídrido ftálico con relación al endurecedor de cloruro de amonio.

EJEMPLO 13

15

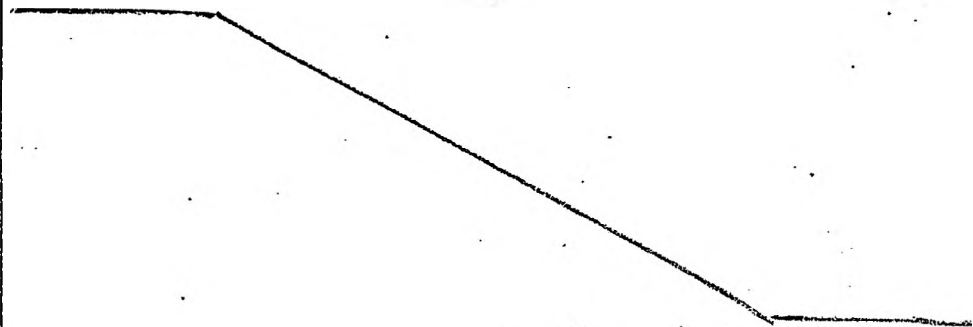
Se procede como en el ejemplo 9 en lo que se refiere a la fabricación de las mezclas adhesivas E e I. Se añade a 100 partes de una resina urea-formol comercial con un extracto seco del 67,5% cantidades variables de emulsión de parafina, agua, amoniaco, endurecedor II, I B, o una solución de cloruro de amonio al 15% en peso en agua.

20

Se miden los tiempos de gelificación a 100°C.

Las composiciones de las mezclas adhesivas y los tiempos de gelificación encontrados se detallan en la tabla dada a continuación:

25

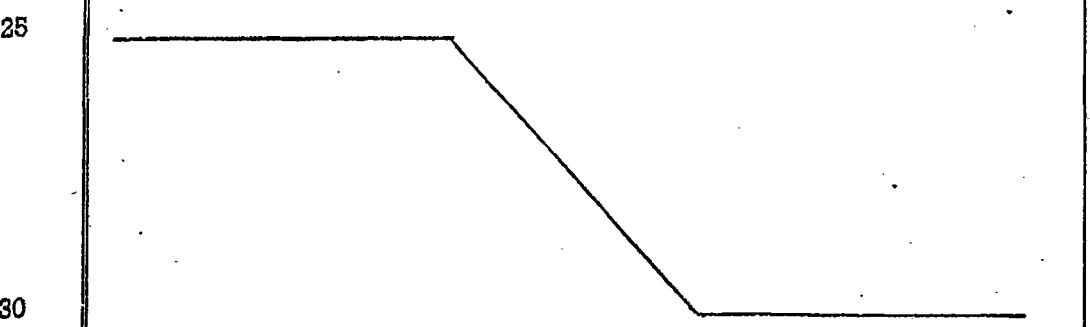


30

1	Mezcla adhesiva	Endurecedor		Endurecedor		Endurecedor de		
		II		I B		cloruro de		
		I	E	I	E	I	E	
5	Resina urea-formol al 67,5%	100	100	100	100	100	100	
	Emulsión de parafina 45%	5	5	5	5	5	5	
	Amoniaco 20%	0	0	0	0	0,5	1	
	Agua	5	10	5	10	5	10	
	Endurecedor	7	3	7	3	7	3	
10	Tiempos de gelificación a 100°C (segundos)		70	99	68	95	70	110

15 Se procede del mismo modo que en el ejemplo 9 para la fabricación de paneles de partículas con 3 capas, pero adoptando un porcentaje de encolado del 11% en lugar del 14% para las capas exteriores y el 8% en lugar del 12% para la capa interior. La torta, conformada, se somete a una compresión de 25 daN/cm² a 165°C durante 4 minutos 30 segundos en lugar de 25 daN/cm² a 170°C durante 5 minutos 30 segundos.

20 Las principales características mecánicas de los paneles así obtenidos, medias de 10 ensayos, se representan en la tabla siguiente:



	Características mecánicas de los paneles	Endurecedor 2	Endurecedor 1 b	Endurecedor de cloruro de amonio
1	Espesor bruto (mm)	18,73	18,72	18,76
	Densidad	0,657	0,658	0,656
5	Resistencia a la tracción transversal en seco (kg/cm ²)	7,9	8,0	7,1
	Flexión en seco (kg/cm ²)	135	140	121
10	Resistencia a la trac- ción transversal después de la inmersión en agua a 40°C durante 2 h. 30 (kg/cm ²)	2,4	2,4	2,2
	Hinchamiento después de 24 h. en agua a 20°C (%)	12,8	12,5	12,6
15	Hinchamiento después de 2 h. 30 min. en agua a 40°C (%)	14,7	14,6	14, 7

20 Se observan que las características mecánicas de los paneles elaborados con los endurecedores a base de efluentes procedentes de la fabricación de la anhídrida ftálica, son superiores a las de los paneles fabricados con cloruro de amonio.

EJEMPLO 14

25 A 100 partes de una resina comercial melamina-formol con un contenido en materias secas del 55%, se añade 1 parte de endurecedor del ejemplo 1 y se homogeniza la mezcla.

30 Se impregna papel decorado, que pesa 110 g/m², con ayuda de la mezcla precedente hasta obtener un porcentaje de absorción de la resina del 60% en peso, luego se seca hasta obtener una humedad residual del 5 al 7%, determinada mediante secado en estufa de 5 minutos a 160°C.

1 Este papel así tratado, se aplica seguidamente sobre un panel de partículas y el conjunto se somete a una presión de 15 kg/cm² a 150°C durante unos tiempos comprendidos entre 70 y 180 segundos.

5 A título de comparación, se realizan las mismas operaciones que las descritas anteriormente, pero sustituyendo el catalizador del ejemplo 1 por una cantidad equivalente de una solución acuosa al 15% en peso de ácido fórmico.

10 En los dos casos, se obtienen a la salida de la prensa, unos materiales encolados con una superficie perfectamente lisa; se determina entonces la resistencia a la fisuración de estos materiales después del secado en estufa a 85°C durante 14 horas.

Los principales resultados se detallan a continuación:

15	Ensayo de secado en estufa a 85°C	Aspecto superficial con el endurecedor del ejemplo 1	Aspecto superficial con el endurecedor ácido fórmico.
	Tiempo de prensado 70 s	sin fisuras	sin fisuras
	90 s	" "	" "
20	120 s	" "	ligeras fisuras
	150 s	" "	numerosas fisuras
	180 s	" "	" "

25 Estos resultados muestran también la superioridad del endurecedor del ejemplo 1 sobre el endurecedor de ácido fórmico.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

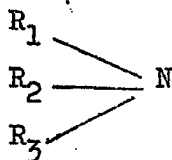
1
5
1. - Un procedimiento para producir un endurecedor para resina aminoplasto, que comprende someter a reacción de neutralización, a un pH comprendido entre 4,50 y 5,40, unos efluentes acuosos procedentes de la fabricación del anhídrido ftálico a partir de la oxidación catalítica del orto-xileno o del naftaleno, cuya densidad a 30°C se ajusta entre 1,130 y 1,030, con una base derivada del amoniaco.

10
2. - Un procedimiento según la reivindicación 1, donde los efluentes acuosos contiene por 100 partes en peso de materias orgánicas secas:

- de 43 a 90 partes de anhídrido maleico
- de 0 a 3 partes de ácido fumárico
- de 3 a 7,5 partes de ácido citracónico
- de 1 a 4,5 partes de ácido benzoico
- de 5,5 a 38 partes de anhídrico ftálico
- de 0,5 a 4 partes de ftalida

15
20
3. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, donde la base derivada del amoniaco es amoniaco.

4. - Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, donde la base derivada del amoniaco es una amina de fórmula:



en la cual R_1 , R_2 , R_3 , representan un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono, R_1 , R_2 y/o R_3 siendo idénticos o diferentes.

30
5. - Un procedimiento según la reivindicación 4,

1 donde el radical alquilo de la amina contiene grupos fenoxi
o alcoxi de 1 a 2 átomos de carbono.

5 6.- Un procedimiento según una de las reivindica-
ciones 1 a 2, donde la base derivada del amoniaco es una
amina cíclica que contiene 4 ó 5 átomos de carbono.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 6,
donde la amina cíclica contiene en su molécula un átomo de
oxígeno, azúfre y/o nitrógeno.

10 8.- Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN ENDURECEDOR PARA RESINA
AMINOPLASTO.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de veintiuna pági-
nas mecanografiadas.

Madrid, 6 de Diciembre de 1977
BERNARDO UNGRIA
P.P.

20

25

30

