

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 757**

51 Int. Cl.:

C08L 1/00 (2006.01)

C08L 33/00 (2006.01)

C08K 5/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09710940 .9**

96 Fecha de presentación: **11.02.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2242797**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.10.2010**

54 Título: **Agentes ligantes libres de formaldehído para la producción de materiales de madera**

30 Prioridad:
11.02.2008 EP 08151282

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
03.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
03.05.2012

73 Titular/es:
BASF SE
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:
KÄSMAYR, Daniel y
NOZARI, Samira

74 Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 379 757 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Agentes ligantes libres de formaldehído para la producción de materiales de madera

La presente invención se refiere a un material que contiene lignocelulosa, obtenible mediante tratamiento de lignocelulosa A con un agente ligante B, como se define en las reivindicaciones.

5 Además, la presente invención se refiere a cuerpos moldeados que contienen el material que contiene lignocelulosa, método para la producción de materiales que contienen lignocelulosa, método para la producción de cuerpos moldeados empleando el material que contiene lignocelulosa, el empleo de materiales que contienen lignocelulosa para la producción de cuerpos moldeados así como el empleo de los cuerpos moldeados para la producción de muebles, de materiales de empaque, en la construcción de edificios o en terminados de interiores o en automóviles.

10 Los materiales a base de lignocelulosa son conocidos. Son ejemplos importantes de materiales que contienen lignocelulosa las partes de madera, como capas de madera, láminas de madera, virutas de madera, o fibras de madera, donde las fibras de madera dado el caso pueden provenir también de plantas que contienen fibras como lino, cáñamo, girasol, topinambur o colza.. Los materiales de partida para tales piezas de madera o partículas de madera son comúnmente palos de limpieza forestal, madera residual industrial y madera usada así como plantas
15 que contienen fibras de madera.

La preparación de los materiales deseados que contienen lignocelulosa, como partículas de madera, ocurre según métodos conocidos, ver por ejemplo M. Dunky, P. Niemt, Holzwerkstoffe und Leime, p. 91-156, editorial Springer Heidelberg, 2002.

20 Los cuerpos moldeados que contienen lignocelulosa, mencionados aquí también como materiales de madera en el caso de madera, son una alternativa barata y favorable en recursos frente a la madera maciza y han adquirido gran importancia, en particular en la construcción de muebles, materiales de construcción. Como materiales de partida para materiales de madera sirven por regla general láminas de madera de diferentes espesores, capas de madera, virutas de madera o fibras de madera de diferentes maderas. Tales piezas de madera o partículas de madera son comprimidas comúnmente a temperatura elevada con agentes ligantes naturales y/o sintéticos y dado el caso
25 mediante adición de otros aditivos, hasta dar materiales a base de madera en forma de placas o cuerdas. Son ejemplos de tales cuerpos moldeados o materiales a base de madera que contienen lignocelulosa las placas de fibra de densidad media (MDF), materiales de astillas de madera- como tablas de madera aglomerada y tablas de madera gruesa aglomerada (OSB, tableros de virutas orientadas) -, contrachapado - como contrachapado de madera- y madera encolada.

30 Como agentes ligantes se emplean por regla general agentes ligantes que contienen formaldehído, por ejemplo resinas de urea-formaldehído o resinas de urea-formaldehído que contienen melamina. Las resinas son producidas mediante policondensación de formaldehído con urea y/o melamina. El empleo de tales resinas de formaldehído puede conducir a que en el material a base de madera manufacturado está presente formaldehído libre. Mediante hidrólisis de los policondensados puede liberarse formaldehído adicional. El formaldehído libre presente en el
35 material a base de madera y el formaldehído liberado mediante hidrólisis durante la vida útil del material a base de madera pueden ser emitidos al ambiente.

Por encima de determinados valores límites, el formaldehído puede causar en las personas alergias, irritaciones en la piel, vías respiratorias u ojos. De allí que la reducción de la emisión de formaldehído en los componentes, sobre todo en interiores, es un desafío importante.

40 En el estado de la técnica se describen determinados agentes ligantes acuosos libres de formaldehído - entre otros para fibras de madera - a base de polímeros de ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados:

WO 97/31059 A1 (BASF Aktiengesellschaft) describe el empleo de un agente ligante acuoso libre de formaldehído de A) ácido policarboxílico y B) una alcanolamina con por lo menos dos grupos hidroxilo, como agente ligante para
45 fibras, recortes o virutas para la producción de cuerpos moldeados. En los ejemplos se describen como componente A) una solución acuosa de un copolimerizado 80 ácido acrílico / 20 ácido maleico y como componente B) trietanolamina así como describe el empleo del correspondiente agente ligante para la producción de tablas de madera aglomerada.

DE 102 53 498 A1 (BASF Aktiengesellschaft) describe una dispersión polimérica acuosa que es obtenible mediante
50 polimerización acuosa por emulsión de por ejemplo monómeros de acrilato y estireno en presencia de un polimerizado A2, por ejemplo a base de un copolímero de ácido acrílico/anhídrido maleico/componente de amina insaturado. La dispersión acuosa de polímero así obtenida es empleada para el encolado constructivo de madera.

5 WO 2006/82223 A1 (BASF Aktiengesellschaft) describe una dispersión acuosa de polímero determinada, obtenible mediante polimerización en emulsión por radicales libres, formada por ejemplo por polimerización de los monómeros de ácido metacrílico, N-metilacrilamida, metilmetacrilato, estireno y n-butilacrilato. Se reivindica el empleo de tales dispersiones de polímero, agentes ligantes para fibras celulósicas, para la producción de materiales de filtro o como papel crudo para láminas de adorno.

10 WO 2007/122089 A1 (BASF Aktiengesellschaft) describe una solución acuosa de polímeros que es obtenible mediante polimerización acuosa en emulsión por radicales libres de por ejemplo, ácido acrílico, monómeros de acrilato y estireno en presencia de un polimerizado A2, por ejemplo a base de un homopolímero de ácido acrílico. La dispersión de polímero así obtenible es empleada en los ejemplos como agente ligante para especímenes prensados de prueba de esterillas de fibra cáñamo/lino.

15 WO 2003/034778 (BASF Aktiengesellschaft) describe un sistema acuoso de agente ligante para materiales fibrosos o granulados a base de un polimerizado en emulsión EP, un polímero ácido SP así como un agente de curado de epóxido mono- o polifuncional, un método para la producción de cuerpos moldeados a base de este sistema acuoso de agente ligante y los materiales fibrosos o granulados así como el cuerpo moldeado disponible según el método, el cual se distingue entre otros por reducidas absorción de agua y pérdida por lixiviación.

20 US-A 3,998,768 describe una mezcla en polvo para revestimiento, como componente de laca clara en la producción de automóviles, que incluye un polímero con una elevada temperatura de transición al vidrio, un polímero con una baja temperatura de transición al vidrio, un compuesto de poliisocianato, un poliéster con grupos funcionales hidroxilo así como cantidades catalítica de un compuesto organometálico y el empleo de la mezcla en polvo para revestimiento.

Los agentes ligantes descritos en el estado de la técnica son asumidos como probablemente libres de formaldehído pero por ejemplo hay espacio para mejoramientos en términos de resistencia mecánica (por ejemplo resistencia a la tracción transversal) o comportamiento frente al agua (por ejemplo hinchamiento) de los cuerpos producidos con ellos.

25 Según ello, el objetivo de la presente invención fue superar las desventajas evidenciadas en el estado de la técnica. En particular deberían señalarse agentes ligantes libres de formaldehído, los cuales conducen a buenas propiedades mecánicas, como resistencia a la tracción transversal, y simultáneamente buena compatibilidad con el agua (expresado por ejemplo mediante bajos valores de hinchamiento) de los materiales a base de madera. Además, un agente ligante así debería ser producible de modo económico y poder ser procesado fácilmente.

30 El objetivo fue logrado mediante un material que contiene lignocelulosa, obtenible mediante tratamiento de partículas A de lignocelulosa con un agente ligante B, donde el agente ligante B contiene los siguientes componentes

Un componente acuoso (I) que contiene

(i) un polímero A, que está construido en los siguientes monómeros:

35 a) 80 a 100 % en peso de por lo menos un ácido mono y/o dicarboxílico etilénicamente insaturado (monómero(s) A1) y

b) 0 a 20 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros A1 (monómero(s) A2) y dado el caso

(ii) un entrelazador de bajo peso molecular con por lo menos dos grupos funcionales que son elegidos de entre hidroxilo, ácido carboxílico y sus derivados, amina primaria, secundaria y terciaria, epoxi

40 y un componente (II) como dispersión acuosa, que contiene

uno o varios polímero(s) M, los cuales están contruidos de los siguientes monómeros:

a) 0 a 50 % en peso de por lo menos un monómero etilénicamente insaturado, el cual contiene por lo menos un grupo epóxido y/o por lo menos un grupo hidroxialquilo (monómero(s) M1), y

45 b) 50 a 100 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros M1 (monómero(s) M2)

así como dado el caso aditivos comunes como componente (III).

El concepto de lignocelulosa es conocido por los expertos. Son ejemplos importantes de partículas de lignocelulosa A las piezas de madera (madera), como capas de madera, láminas de madera, virutas de madera, o fibras de madera, donde dado el caso las fibras de madera pueden provenir también de plantas que contienen fibra de madera, como lino, cáñamo, girasol, topinambur o colza.

- 5 Se prefieren como partículas de lignocelulosa A las partículas de madera, en particular fibras de madera o virutas de madera.

El agente ligante B contiene:

un componente acuoso (I) que contiene

(i) un polímero A, el cual está construido de los siguientes monómeros:

- 10 a) 80 a 100 % en peso de por lo menos un ácido mono y/o dicarboxílico etilénicamente insaturado (monómero(s) A1) y

b) 0 a 20 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros A1 (monómero(s) A2) y dado el caso

- 15 (ii) un entrelazador de bajo peso molecular con por lo menos dos grupos funcionales que son elegidos de entre hidroxilo, ácidos carboxílicos y sus derivados, aminas primarias, secundarias y terciarias, epoxi

y un componente (II) como dispersión acuosa, que contiene

uno o varios polímero(s) M, los cuales son construidos de los siguientes monómeros:

a) 0 a 50 % en peso de por lo menos un monómero etilénicamente insaturado, el cual contiene por lo menos un grupo epóxido y/o por lo menos un grupo hidroxialquilo (monómero(s) M1), y

- 20 b) 50 a 100 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros M1 (monómero(s) M2)

así como dado el caso aditivos comunes como componente (III).

El polímero A está construido en los siguientes monómeros:

- 25 a) 80 a 100 % en peso de por lo menos un ácido mono y/o dicarboxílico etilénicamente insaturado (monómero(s) A1) y

b) 0 a 20 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros A1 (monómero(s) A2).

- 30 La producción de los polímeros A es corriente para los expertos y ocurre en particular mediante polimerización en solución iniciada por radicales libres, por ejemplo en agua o en un solvente orgánico (ver por ejemplo A. Echte, Handbuch der Technischen Polymerchemie, capítulo 6, VCH, Weinheim, 1993 o B. Vollmert, Grundriss der Makromolekularen Chemie, volumen 1, editorial E. Vollmert, Karlsruhe, 1988).

- 35 Como monómeros A1 entran en consideración en particular ácidos mono y di carboxílicos que exhiben 3 a 6 átomos de C, α,β -monoetilénicamente insaturados, sus anhídridos posibles así como sus sales solubles en agua, en particular sus sales de metales alcalinos, como por ejemplo ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido citracónico, ácido tetrahidroftálico, o bien sus anhídridos, como por ejemplo anhídrido maleico, así como las sales de sodio o potasio de los ácidos anteriormente mencionados. Se prefieren particularmente ácido acrílico, ácido metacrílico y/o anhídrido maleico, donde se prefieren en particular ácido acrílico y las di-combinaciones de ácido acrílico y anhídrido maleico o ácido acrílico y ácido maleico.

- 40 Como monómero(s) A2 entran en consideración compuestos etilénicamente insaturados que pueden ser copolimerizados por radicales libres de modo simple con monómero(s) A1, por ejemplo etileno; monómeros vinilaromáticos, como estireno, α -metilestireno, o-cloroestireno o viniltoluenos; halogenuros de vinilo, como cloruro de vinilo o cloruro de vinilideno; ésteres de vinilalcohol y ácidos monocarboxílicos que exhiben 1 a 18 átomos de C, como vinilacetato, vinilpropionato, vinil-n-butirato, vinillaurato y vinilestearato; ésteres de ácidos mono y dicarboxílicos que exhiben preferiblemente 3 a 6 átomos de C α,β -monoetilénicamente insaturados, como en particular ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico y ácido itacónico, con el general alcanos
- 45

- que exhiben 1 a 12, preferiblemente 1 a 8 y en particular 1 a 4 átomos de C, como de modo particular acrilato y metacrilato de metilo, -etilo, -n-butilo, -iso-butilo, -pentilo, -hexilo, -heptilo, -octilo, -nonilo, -decilo y -2-etilhexilo, fumarato y maleato de dimetilo o -di-n-butilo; nitrilos de ácidos carboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados como acrilonitrilo, metacrilonitrilo, fumarodinitrilo, maleicodinitrilo así como dienos conjugados en C₄₋₈, como 1,3-butadieno (butadieno) e isopreno. Los monómeros mencionados forman por regla general los monómeros principales los cuales, referido al peso total de monómeros A2, se combinan en una proporción de ≥ 50 % en peso, preferiblemente ≥ 80 % en peso y en particular preferiblemente ≥ 90 % en peso o incluso forman la cantidad total de los monómeros A2. Como regla, estos monómeros exhiben en agua a condiciones normales (20 °C, 1 atm (absoluta)) una solubilidad que es solamente moderada a baja.
- 5 Otros monómeros A2, que bajo las condiciones antes mencionadas exhiben una solubilidad elevada en agua, son aquellos que bien sea contienen por lo menos un grupo ácido y/o su correspondiente anión o bien contienen por lo menos un grupo amino-, amido-, ureido- o N-heterocíclico y/o sus derivados de amonio con un protón o grupo alquilo en el nitrógeno. Como ejemplos se mencionan acrilamida y metacrilamida; además ácido vinilsulfónico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropano-sulfónico, ácido estirenosulfónico y sus sales solubles en agua así como N-vinilpirrolidona;
- 15 2-vinilpiridina, 4-vinilpiridina; 2-vinilimidazol; 2-(N,N-dimetilamino)etilacrilato, 2-(N,N-dimetilamino) etilmetacrilato, 2-(N,N-dietilamino)etilacrilato, 2-(N,N-dietilamino)etilmetacrilato, 2-(N-tert.-butilamino) etilmetacrilato, N-(3-N',N'-dimetilaminopropil)metacrilamida y 2-(1-omidazolin-2-onil)etilmetacrilato.

- Comúnmente los antes mencionados monómeros A2 solubles en agua están presentes solamente como monómeros modificadores en cantidades de ≤ 10 % en peso, preferiblemente ≤ 5 % en peso y en particular
- 20 preferiblemente ≤ 3 % en peso, referido al peso total de monómeros A2.

- Otros monómeros A2, que normalmente elevan la firmeza interior de las películas de una matriz de polímero, exhiben normalmente por lo menos un grupo epoxi-, hidroxil-, N-metilol- o carbonilo, o por lo menos dos dobles enlaces etilénicamente insaturados no conjugados. Son ejemplo de esto monómeros que exhiben dos radicales vinilo, monómeros que exhiben dos radicales vinilideno así como monómeros que exhiben dos radicales alquenilo.
- 25 En ello, son particularmente ventajosos los di-ésteres de alcoholes divalentes con ácidos monocarboxílicos β -monoetilénicamente insaturados entre los cuales se prefieren los ácidos acrílico y metacrílico. Son ejemplos de tales monómeros que exhiben dos dobles enlaces etilénicamente insaturados no conjugados los alquilenglicoldiacrilatos y -dimetacrilatos, como etilenglicoldiacrilato, 1,2-propilenglicoldiacrilato, 1,3-propilenglicoldiacrilato, 1,3-butilenglicoldiacrilato, 1,4-butilenglicoldiacrilato y etilenglicoldimetacrilato, 1,2-propilenglicoldimetacrilato, 1,3-propilenglicoldimetacrilato, 1,3-butilenglicoldimetacrilato, 1,4-butilenglicoldimetacrilato así como divinilbenceno, vinilmetacrilato, vinilacrilato, alilmetacrilato, alilacrilato, dialilmaleato, dialilfumarato, metilénbisacrilamida, ciclopentadienilacrilato, trialilcianurato o trialilisocianurato. En este resumen, son de particular importancia también los metacrilatos y acrilatos C₁-C de hidroxialquilo como n-hidroxietil-, n-hidroxipropil- o n-hidroxibutilacrilato y -metacrilato así como compuestos, como diacetonaacrilamida y acetilacetoxietilacrilato o bien -metacrilato.
- 30

- Frecuentemente los monómeros A2 entrelazadores antes mencionados son empleados en cantidades de ≤ 10 % en peso, sin embargo preferiblemente en cantidades de ≤ 5 % en peso, referido en cada caso a la cantidad total de monómeros A2. En particular, sin embargo preferiblemente no se emplea en la producción de A ninguno de tales monómeros entrelazadores A2.
- 35

- De acuerdo con la invención, de modo ventajoso la proporción copolimerizada de monómero A2 en el polímero A es de ≤ 10 % en peso o ≤ 5 % en peso.
- 40

En particular, de modo ventajoso el polímero A no contiene copolimerizado ningún monómero A2.

- Los polímeros A preferidos son obtenibles mediante polimerización en solución iniciada por radicales libres, solamente de monómeros A1, de modo particularmente preferido de 65 a 100 % en peso, muy particularmente preferido de 70 a 90 % en peso de ácido acrílico con particularmente preferido 0 a 35 % en peso, muy particularmente preferido 10 a 30 % en peso de ácido maleico o anhídrido maleico.
- 45

De modo ventajoso el polímero A exhibe un peso molecular promedio ponderado Mw en el rango de 1000 g/mol a 100000 g/mol.

- El ajuste del peso molecular promedio ponderado Mw en la producción de polímero A es familiar para los expertos y ocurre ventajosamente mediante polimerización en solución acuosa iniciada mediante radicales libres en presencia de compuestos que transfieren cadenas de radicales, los denominados reguladores de cadena de radical. También la determinación del peso molecular promedio ponderado Mw es familiar para los expertos y ocurre por ejemplo por medio de cromatografía de permeación en gel.
- 50

Son productos comerciales adecuados para los polímeros A por ejemplo los productos Sokalan® de BASF SE, los cuales se basan por ejemplo en ácido acrílico y/o ácido maleico.

Dado el caso, el componente (I) contiene un entrelazador (ii) de bajo peso molecular con por lo menos dos grupos funcionales que son elegidos de entre hidroxilo, ácido carboxílico y sus derivados, aminas primarias, secundarias y terciarias, epoxi.

- 5 Tales entrelazadores bien adecuados son aquellos con un peso molecular en el rango de 30 a 500 g/mol. Como ejemplo se mencionan: alcanolaminas, como trietanolamina; ácidos carboxílicos, como ácido cítrico, ácido tartárico, ácido butanotetracarboxílico; alcoholes como azúcares, por ejemplo fructosa, glucosa, sacarosa, sorbitol o melaza, o como glicerina, glicol; epóxidos, como bisfenol-A o bisfenol-F.

En una forma de operar, en componente (I) no contiene tales entrelazadores (ii) de bajo peso molecular.

- 10 En otra forma de operar el agente ligante B contiene preferiblemente el componente (I), un entrelazador (ii) de bajo peso molecular con por lo menos dos grupos funcionales hidroxilo.

En otras formas de operar, el agente ligante B contiene preferiblemente el componente (I), un entrelazador (ii) de bajo peso molecular con un peso molecular en el rango de 30 a 500 g/mol y con por lo menos dos grupos funcionales hidroxilo.

- 15 En otra forma de operar, el agente ligante B contiene preferiblemente el componente (I), un entrelazador (ii) de bajo peso molecular con un peso molecular en el rango de 30 a 500 g/mol, el cual es un azúcar, preferiblemente fructosa, glucosa, sacarosa, sorbitol o melaza.

La cantidad de entrelazador (ii) de bajo peso molecular en las formas de operar arriba mencionadas, está en el rango de 1 % en peso a 100 % en peso, preferiblemente 5 % en peso a 50 % en peso, referido en cada caso a la suma de los componentes (I) y (II) como sustancia pura, no diluida o bien como sustancia seca.

- 20 El polímero M está construido de los siguientes monómeros:

a) 0 a 50 % en peso de por lo menos un monómero etilénicamente insaturado, el cual contiene por lo menos un grupo epóxido y/o por lo menos un grupo hidroxialquilo (monómero(s) M1), y

b) 50 a 100 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros M1 (monómero(s) M2).

- 25 El polímero M es obtenible mediante polimerización en emulsión iniciada por radicales libres en un medio acuoso, de los correspondientes monómeros M1 y/o M2. El polímero M puede estar presente en una fase o en varias fases, puede tener una construcción de núcleo/concha.

- 30 La ejecución de las polimerizaciones en emulsión iniciadas por radicales libres, de monómeros etilénicamente insaturados en un medio acuoso es descrita previamente en muchos casos y por ello suficientemente conocida por los expertos (ver por ejemplo: polimerización en emulsión en Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Vol. 8, páginas 659 ss. (1987); D.C. Blackley, in High Polymer Latices, Vol. 1, páginas 35 de. (1966); H. Warson, The Applications of Synthetic Resin Emulsions, capítulo 5, páginas 246 ss. (1972); D. Diederich, Chemie in unserer Zeit 24, páginas 135 a 142 (1990); Emulsion Polymerisation, Interscience Publishers, Nueva York (1965); DE-A 40 03 422 y Dispersionen synthetischer Hochpolymerer, F. Hölscher, editorial Springer, Berlin (1969)).

- 35 Las reacciones de polimerización en emulsión acuosa iniciadas por radicales libres ocurren comúnmente de modo que los monómeros etilénicamente insaturados, mediante el empleo de sustancias auxiliares dispersantes, se distribuyen de modo disperso en el medio acuoso en forma de gotitas de monómero y se polimerizan por medio de un iniciador de polimerización por radicales libres.

- 40 Como monómero(s) M1 entran en consideración en particular glicidilacrilato y/o glicidilmetacrilato así como hidroxialquilacrilatos y -metacrilatos con grupos hidroxialquilo C₂ a C₁₀, en particular grupos hidroxialquilo C₂ a C₄ y preferiblemente grupos hidroxialquilo C₂ y C₃, por ejemplo 2-hidroxiethylacrilato, 2-hidroxiethylmetacrilato, 3-hidroxiethylacrilato, 3-hidroxiethylmetacrilato, 4-hidroxiethylacrilato y/o 4-hidroxiethylmetacrilato. Se emplean con particular ventaja uno o varios, preferiblemente uno o dos, de los siguientes monómeros M1: 2-hidroxiethylacrilato, 2-hidroxiethylmetacrilato, glicidilacrilato, glicidilmetacrilato.

- 45 De acuerdo con la invención, es posible dado el caso colocar previamente una parte de la cantidad total de monómeros M1 en el recipiente de polimerización. También es posible dosificar la cantidad total o la, dado el caso, cantidad residual remanente de monómeros M1 durante la reacción de polimerización. La cantidad total o la, dado el caso, cantidad residual remanente de monómeros M1 puede ser dosificada al recipiente de polimerización de modo discontinuo en una o en varias porciones o de modo continuo con flujos constantes o cambiantes de masa. En particular, la dosificación de monómeros M1 ocurre de modo ventajoso durante la reacción de polimerización en
- 50

forma continua con flujos constantes de masa, en particular como componente de una emulsión acuosa de monómeros.

Como monómero(s) M2 entran en consideración en particular compuestos etilénicamente insaturados que pueden formar copolímeros por radicales libres de modo sencillo con monómero(s) M1, por ejemplo etileno; monómeros 5 vinilaromáticos, como estireno, α -metilestireno, o-cloroestireno o viniltoluenos; halogenuros de vinilo, como cloruro de vinilo o cloruro de vinilideno; ésteres de vinilalcohol y ácidos mono carboxílicos que exhiben 1 a 18 átomos de C, como vinilacetato, vinilpropionato, vinilon-butirato, vinilaurato y vinilsteurato; ésteres de preferiblemente ácidos mono y dicarboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados que exhiben 3 a 6 átomos de C, como en particular ácido 10 acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico y ácido itacónico, con en general alcanoles que exhiben 1 a 12, preferiblemente 1 a 8 y en particular 1 a 4 átomos de C, como de modo particular acrilato y metacrilato de metilo, -etilo, -n-butilo, -iso-butilo, -pentilo, -hexilo, -heptilo, -octilo, -nonilo, -decilo y -2-etilhexilo, fumarato y maleato de dimetilo o -di-n-butilo; nitrilos de ácidos carboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados como acrilonitrilo, metacrilonitrilo, fumarodinitrilo, maleicodinitrilo así como dienos conjugados en C_{4-8} , como 1,3-butadieno (butadieno) e isopreno. Los monómeros mencionados forman por regla general los monómeros principales los cuales, referido al 15 peso total de monómeros A2, se combinan en una proporción de $\geq 50\%$ en peso, preferiblemente $\geq 80\%$ en peso y en particular preferiblemente $\geq 90\%$ en peso. Normalmente, estos monómeros exhiben en agua a condiciones normales ($20\text{ }^\circ\text{C}$, 1 atm (absoluta)) una solubilidad que es solamente moderada a baja.

Los monómeros M2, que bajo las condiciones antes mencionadas exhiben una solubilidad elevada en agua, son aquellos que bien sea contienen por lo menos un grupo ácido y/o su correspondiente anión o bien contienen por lo 20 menos un grupo amino-, amido-, ureido- o N-heterocíclico y/o sus derivados de amonio con un protón o grupo alquilo en el nitrógeno. A modo de ejemplo se mencionan ácidos mono y dicarboxílicos α, β monoetilénicamente insaturados que exhiben 3 a 6 átomos de C y sus amidas, como por ejemplo ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, acrilamida y metacrilamida; además ácido vinilsulfónico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido estirenosulfónico y sus sales solubles en agua así como N-vinilpirrolidona, 2- 25 vinilpiridina, 4-vinilpiridina, 2-vinilimidazol, 2-(N,N-dimetilamino) etilacrilato, 2-(N,N-dimetilamino)etilmetacrilato, 2-(N,N-dietilamino)etilacrilato, 2-(N,N-dietilamino) etilmetacrilato, 2-(N-tert.-butilamino)etilmetacrilato, N-(3-N',N'-dimetilaminopropil)metacrilamida, 2-(1-imidazolin-2-onil)etilmetacrilato y ureidometacrilato. En el caso normal, los monómeros M2 solubles en agua antes mencionados están presentes solamente como monómeros modificadores en cantidades de $\leq 10\%$ en peso, preferiblemente $\leq 5\%$ en peso y en particular preferiblemente $\leq 3\%$ en peso, 30 referido al peso total de monómeros M2.

Los monómeros M2, que normalmente elevan la firmeza interior de las películas de una matriz de polímero, exhiben normalmente por lo menos un grupo N-metilol- o carbonilo, o por lo menos dos dobles enlaces etilénicamente insaturados no conjugados. Son ejemplo de esto los monómeros que exhiben dos radicales vinilo, monómeros que exhiben dos radicales vinilideno así como monómeros que exhiben dos radicales alquenilo. En ello, son 35 particularmente ventajosos los diésteres de alcoholes divalentes con ácidos monocarboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados entre los cuales se prefieren los ácidos acrílico y metacrílico. Son ejemplos de tales monómeros que exhiben dos dobles enlaces etilénicamente insaturados no conjugados los alquilenglicoldiacrilatos y -dimetacrilatos, como etilenglicoldiacrilato, 1,2-propilenglicoldiacrilato, 1,3-propilenglicoldiacrilato, 1,3-butilenglicoldiacrilato, 1,4-butilenglicoldiacrilato y etilenglicoldimetacrilato, 1,2-propilenglicoldimetacrilato, 1,3- 40 propilenglicoldimetacrilato, 1,3-butilenglicoldimetacrilato, 1,4-butilenglicoldimetacrilato así como divinilbenzeno, vinilmetacrilato, vinilacrilato, alilmetacrilato, alilacrilato, dialilmaleato, dialilfumarato, metilbisacrilamida, ciclopentadienilacrilato, trialilcianurato o trialilisocianurato. En este resumen, son también de importancia también los compuestos como diacetonaacrilamida y acetilacetoxietilacrilato o bien -metacrilato. Frecuentemente los monómeros M2 entrelazadores previamente mencionados son empleados en cantidades de $\leq 10\%$ en peso, preferiblemente en 45 cantidades de $\leq 5\%$ en peso y preferiblemente en particular en cantidades de $\leq 3\%$ en peso, referido en cada caso a la cantidad total de monómeros A2. Sin embargo, frecuentemente no se emplea ninguno de tales monómeros entrelazadores M2.

De acuerdo con la invención, es posible colocar dado el caso una parte o la totalidad de la cantidad de monómeros M2 en el recipiente de polimerización. También es posible dosificar la cantidad total o la, dado el caso, cantidad residual remanente de monómeros M2 durante la reacción de polimerización. La cantidad total o la, dado el caso, 50 cantidad residual remanente de monómeros M2 puede ser en ello dosificada al recipiente de polimerización de modo discontinuo en una o varias porciones o de modo continuo con flujos de masa constantes o cambiantes. En particular, de modo ventajoso la dosificación de los monómeros M2 ocurre durante la reacción de polimerización continuamente con flujos de masa constantes, en particular como componente de una emulsión acuosa de 55 monómero.

Para la producción de la dispersión acuosa de los componentes (II) se emplean frecuentemente sustancias auxiliares dispersantes, los cuales mantienen distribuidas dispersas en la fase acuosa tanto las gotitas de monómero como también las partículas de polímero obtenidas mediante la polimerización iniciada por radicales libres, y garantizan de este modo la estabilidad de la mezcla acuosa de polímero generada. Como tales, entran en

consideración tanto los coloides protectores empleados comúnmente para la ejecución de polimerizaciones en emulsión acuosa por radicales libres como también los emulsificantes.

5 Son coloides protectores adecuados por ejemplo copolimerizados que contienen polivinilalcoholes, derivados de celulosa o vinilpirrolidona. En Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, volumen XIV/1, Makromolekulare Stoffe, páginas 411 a 420, editorial Georg-Thieme, Stuttgart, 1961 se encuentra una detallada descripción de otros coloides protectores adecuados.

10 Evidentemente pueden emplearse también mezclas de emulsificantes y/o coloides protectores. Frecuentemente se emplean como sustancias auxiliares dispersantes exclusivamente emulsificantes, cuyos pesos moleculares relativos a diferencia de los coloides protectores están comúnmente por debajo de 1000. Ellos pueden ser tanto de naturaleza aniónica, catiónica o no iónica. Evidentemente, en el caso del empleo de mezclas de sustancias superficialmente activas, los componentes individuales tienen que ser compatibles mutuamente, lo cual en caso de duda puede ser comprobado mediante pequeñas pruebas previas. En general, son compatibles mutuamente los emulsificantes aniónicos y con los emulsificante no iónicos. Igualmente aplica también para los emulsificantes catiónicos, mientras que los emulsificantes aniónicos y catiónicos la mayoría de las veces no son mutuamente compatibles.

15 Los emulsificantes comunes son por ejemplo mono-, di- y tri-alkilfenoles etoxilados (grado EO: 3 a 50, radical alquilo C₄ a C₁₂), alcoholes grasos etoxilados (grado EO: 3 a 50; radical alquilo: C₈ a C₃₆) así como sales de metales alcalinos y de amonio de alquilsulfatos (radical alquilo: C₈ a C₁₂), de semiésteres de ácido sulfúrico de alcoholes etoxilados (grado EO: 3 a 30, radical alquilo: C₁₂ a C₁₈) y alquifenoles etoxilados (grado EO: 3 a 50, radical alquilo: C₄ a C₁₂), de ácidos alquilsulfónicos (radical alquilo: C₁₂ a C₁₈) y de ácidos alquilarilsulfónicos (radical alquilo: C₉ a C_{con}). En Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, volumen XIV/1, Makromolekulare Stoffe, páginas 192 a 208, editorial Georg-Thieme, Stuttgart, 1961.

Para el método acorde con la invención se emplean preferiblemente emulsificantes no iónicos y/o aniónicos.

25 Por regla general, la cantidad de agentes auxiliares dispersantes empleados, en particular emulsificantes, es de 0,1 a 5 % en peso, preferiblemente 1 a 3 % en peso, referido en cada caso la cantidad total de la mezcla de monómeros M.

30 De acuerdo con la invención, es posible colocar dado el caso una parte o la cantidad total de agente auxiliar dispersante en el recipiente de polimerización. También es posible dosificar la cantidad total o la, dado el caso, cantidad residual remanente de agente auxiliar dispersante, durante la reacción de polimerización. La cantidad total o la, dado el caso, cantidad residual remanente de agente auxiliar dispersante puede en ellos el dosificar el recipiente de polimerización de modo discontinuo en una o varias porciones, o de modo continuo con flujos de masa constantes o cambiantes. De modo particularmente ventajoso, la dosificación del agente auxiliar dispersante durante la reacción de polimerización ocurre de modo continuo con flujos constantes de masa, en particular como componente de una emulsión acuosa de monómeros.

35 Los polímeros M preferidos contienen a) 0,01 a 50 % en peso de por lo menos un monómero etilénicamente insaturado, el cual contiene por lo menos un grupo epóxido y/o por lo menos un grupo hidroxialquilo (monómero(s) M1) y b) 50 a 99,99 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómero M1 (monómero(s) M2).

40 De modo particularmente preferido, tales polímeros M son obtenibles mediante polimerización en solución iniciada por radicales libres de 10 a 30 % en peso, preferiblemente 15 a 22 % en peso de ésteres de ácido acrílico y/o ácido metacrílico con alcoholes C₁₋₈ -preferiblemente metanol, n-butanol, 2-etilhexanol - con 40 a 70 % en peso, preferiblemente 55 a 65 % en peso de estireno y de 5 a 50 % en peso, preferiblemente 20 a 30 % en peso de 2-hidroxietilacrilato y/o 2-hidroxietilmetacrilato y/o glicidilacrilato y/o glicidilmetacrilato, donde la suma de los componentes es 100 % en peso.

45 Otros polímeros M preferidos no contienen monómero(s) M1 y son obtenibles mediante polimerización en solución iniciada por radicales libres de 80 a 99 % en peso, preferiblemente 85 a 95 % en peso de ésteres de ácido acrílico y/o ésteres de ácido metacrílico con alcoholes C₁₋₈ -preferiblemente metanol, n-butanol, 2-etilhexanol - con 0 a 5 % en peso, preferiblemente 1 a 3 % en peso de ureidometacrilato y de 0,5 a 5 % en peso, preferiblemente 1 a 4 % en peso de ácidos mono y dicarboxílicos que exhiben 3 a 6 átomos de C α,β -monoetilénicamente insaturados - preferiblemente ácido acrílico, ácido metacrílico- y/o amidas de estos ácidos, donde la suma de los componentes es 100 % en peso.

Preferiblemente, tales polímeros tienen una construcción de núcleo/concha (distribución isotrópica de las fases, por ejemplo forma de piel de cebolla) o una construcción Janus (distribución anisotrópica de las fases).

ES 2 379 757 T3

Mediante la variación focalizada de tipo y cantidad de los monómeros M1 y M2 es posible para los expertos, de acuerdo con invención, producir mezclas acuosas de polímeros, cuyos polímeros M exhiben una temperatura de transición al vidrio T_g o bien un punto de fusión en el rango de -60 a 270 °C.

5 De modo ventajoso, la temperatura de transición al vidrio T_g del polímero M está en el rango de 10 °C a 120 °C y preferiblemente en el rango de 40 °C a 80 °C.

Se entiende por temperatura de transición al vidrio T_g , el valor límite de la temperatura de transición al vidrio, al cual tiende ésta según G. Kanig (Kolloid-Zeitschrift & Zeitschrift für Polymere, vol. 190, p. 1, igualdad 1) a medida que aumenta el peso molecular. La temperatura de transición al vidrio o bien el punto de fusión son determinados según el método DSC (calorimetría de barrido diferencial, 20 K/min, medición del punto medio, DIN 53765).

10 Los valores T_g para los homopolimerizados de la mayoría de los monómeros son conocidos y son citados por ejemplo en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, tomo 5, Vol. A21, página 169, VCH Weinheim, 1992; otras fuentes de temperatura de transición al vidrio de homopolimerizados son por ejemplo J. Brandrup, E.H. Immergut, Polymer Handbook, 1ª Ed., J. Wiley, Nueva York 1966, 2ª Ed. J.Wiley, Nueva York 1975, y 3ª Ed. J. Wiley, Nueva York 1989).

15 Los componentes acordes con la invención (I) y (II) exhiben comúnmente contenidos de materia seca de polímero (cantidad total de polímero A o cantidad total de polímero M) de ≥ 10 y ≤ 70 % en peso, frecuentemente ≥ 20 y ≤ 65 % en peso y regularmente ≥ 40 y ≤ 60 % en peso, referido al respectivo componente acuoso (I) o (II).

20 El diámetro promedio de partículas, promedio numérico, determinado mediante la dispersión cuasielástica de luz (norma ISO 13321) (promedio z acumulado) del polímero M en el componente acuoso (II) está por regla general entre 10 y 2000 nm, frecuentemente entre 20 y 1000 nm y regularmente entre 50 y 700 nm o bien 80 a 400 nm.

La relación en peso del polímero A : polímero M está en el rango de 1 : 10 a 10 : 1, preferiblemente en el rango de 3 : 1 a 1 : 3 de modo particularmente preferido en el rango de 3 : 2 a 2 : 3. Los datos de peso se refieren en cada caso a las sustancias puras, no diluidas, o bien a la materia seca.

25 El valor de pH del agente ligante B está en el rango de 0 a 4, preferiblemente en el rango de 1,5 a 3. El valor deseado de pH del agente ligante B es ajustado por regla general mediante la combinación de los componentes (I) y (II) y dado el caso de componente (III).

30 El valor de pH del agente ligante B en el lugar de la acción puede ser ajustado al valor deseado en el rango de 0 a 4, preferiblemente en el rango de 1,5 a 3, de manera común mediante adición de ácidos inorgánicos u orgánicos, por ejemplo ácidos minerales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácidos sulfónicos orgánicos, ácidos carboxílicos como ácido fórmico o ácido acético o bases orgánicas o inorgánicas, por ejemplo hidróxido de sodio (acuoso o en ausencia de solvente), óxido de calcio o carbonato de calcio (en cada caso acuoso o en ausencia de solvente) o amoníaco, acuoso o en ausencia de solvente.

35 En general, puede emplearse el agente ligante B mezclado listo, con los rangos de pH arriba mencionados. El valor deseado de pH- como se describió arriba- puede ser también ajustado, en lo cual se aplican sobre el sustrato que contiene lignocelulosa, separadamente los componentes individuales del agente ligante B y los ácidos o bases arriba descritos. Mediante la elección de los valores de pH de los componentes del agente ligante B y de los ácidos o bases añadidos, el experto puede combinar estos de modo que se ajusta el valor deseado de pH en el sustrato que contiene lignocelulosa.

40 Bajo el concepto de aditivo como componente (III) se entienden todos los aditivos conocidos por los expertos, por ejemplo ceras, emulsiones de parafina, aditivos inhibidores de llama, agentes humectantes, sales. Estos aditivos pueden ser añadidos en una cantidad de 0 a 20 % en peso, preferiblemente 0 a 5 % en peso, en particular 0 a 1 % en peso, referido al contenido de materia seca del sustrato A que contiene lignocelulosa, por ejemplo madera absolutamente seca (atro).

45 El material que contiene lignocelulosa es obtenido por regla general poniendo en contacto las partículas de lignocelulosa A, preferiblemente partículas de madera A, con el agente ligante B. Tales métodos, denominados de encolado, son conocidos para la producción de materiales convencionales de madera con resinas comunes aminoplásticas y se describen por ejemplo en "Taschenbuch der Spanplatten Technik" H.-J. Deppe, K. Ernst, 4ª ed., 2000, editorial DRW Weinbrenner GmbH&Co., Leinfelden-Echterdingen, capítulo 3.3.

50 El agente ligante B puede ser puesto en contacto con diferentes tipos de partículas de lignocelulosa A, preferiblemente partículas de madera A, preferiblemente mediante atomizado de B sobre A.

5 El agente ligante B puede ser puesto en contacto en mezcla lista con A, preferiblemente puede ser atomizado. También pueden ser puestos en contacto los componentes (I) y (II) y dado el caso (III) sin mezclarse, por consiguiente separadamente, con A, preferiblemente pueden ser atomizados. La última variante mencionada se ofrece por ejemplo cuando los componentes (I) y (II) y dado el caso (III) en mezcla lista, entran en reacciones químicas indeseadas y/o cambios físicos indeseados, por ejemplo coagulación, floculación.

En el encolado se emplea comúnmente la mezcla de agente ligante acorde con la invención en cantidades tales que en 100 g completamente secos de fibras o virutas se emplean de modo ventajoso 0,1 a 50 g, preferiblemente 0,1 a 30 g, particularmente preferido 0,5 a 15 g y en particular 3 a 10 g de agente ligante.

10 Además, la presente invención se refiere a cuerpos moldeados que contienen un material que contiene lignocelulosa obtenible mediante tratamiento de lignocelulosa A con un agente ligante B, como se describió arriba. Tales cuerpos moldeados son definidos en lo que sigue como cuerpos moldeados acordes con la invención; ellos pueden tomar una forma espacial regular o irregular, por ejemplo esfera, cuadrado. Los cuerpos moldeados preferidos de acuerdo con la invención son planos, de modo particularmente preferido en forma de una placa.

15 Otros cuerpos moldeados acordes con la invención son aquellos en los cuales el material que contiene la lignocelulosa es madera, en lo que sigue nombrados también como materiales de madera acordes con la invención. Estos pueden tomar una forma espacial regular o irregular, por ejemplo esfera, cuadrado. Los materiales de madera preferidos de acuerdo con la invención son planos, de modo particularmente preferido en forma de una placa.

20 La producción de los cuerpos moldeados acordes con la invención, preferiblemente los materiales de madera acordes con la invención ocurre del modo común, como se describe por ejemplo en "Taschenbuch der Spanplatten Technik" H.-J. Deppe, K. Ernst, 4ª ed., 2000, editorial DRW Weinbrenner GmbH & Co., Leinfelden-Echterdingen, capítulo 3.5.

Comúnmente se produce primero el material que contiene lignocelulosa acorde con la invención, preferiblemente madera, por ejemplo en forma de fibras, viruta, chapas o cuerdas, como se describió arriba.

25 A continuación se comprime el material que contiene lignocelulosa acorde con la invención, preferiblemente madera, por ejemplo en forma de fibras, viruta, chapas o cuerdas según un método común, hasta dar cuerpos moldeados, preferiblemente materiales a base de madera acordes con la invención.

30 Para esto, se genera una estera de fibra/viruta comúnmente mediante espolvoreado del material que contiene lignocelulosa acorde con la invención—preferiblemente madera, de modo particularmente preferido madera en forma de virutas o fibras -sobre un soporte, y comúnmente se comprime ésta a temperaturas de 80 °C a 250 °C y a presiones de 5 a 50 bar hasta dar cuerpos moldeados, preferiblemente materiales a base de madera acordes con la invención (ver por ejemplo: " Taschenbuch der Spanplatten Technik" H.-J. Deppe, K. Ernst, 4ª ed., 2000, editorial DRW Weinbrenner GmbH & Co., Leinfelden-Echterdingen, páginas 232 - 254. "MDF - Mitteldichte Faserplatten" H.-J. Deppe, K. Ernst, 1996, editorial DRW Weinbrenner GmbH & Co., Leinfelden-Echterdingen, páginas 93 - 104). Los tiempos de prensado en las placas son por regla general de 7 a 40 seg/mm de espesor de placa, preferiblemente están en el rango de 12 a 26 seg/mm de espesor de placa.

35 Como materiales a base de madera acordes con la invención particularmente preferidos, entran en consideración todos los materiales, que están contruidos a partir de tiras de madera, por ejemplo placas de chapas o tablero de fibra prensada, materiales a base de madera producidos de virutas de madera, por ejemplo placas de viruta o placas OSB, así como materiales a base de fibra de madera como placas LDF, MDF y HDF.

40 De modo ventajoso se producen materiales a base de madera que contienen agentes ligantes libres de formaldehído según el método acorde con la invención. Se prefieren placas OSB, de fibra de madera y de viruta.

45 Además, la presente invención se refiere al empleo de cuerpos moldeados acordes con la invención, preferiblemente los materiales a base de madera acordes con la invención para la producción de muebles, de materiales de empaque, en la construcción de casas, en la construcción con fibra prensada para paredes o en la actualización de interiores, por ejemplo como laminados, aislantes, elementos para paredes o techos, o también en automóviles.

Ejemplos

1. Componentes (I) y (II)

50 El componente (I) era una solución acuosa común en el mercado de un polímero A acorde con la invención, obtenible mediante polimerización en agua en solución iniciada por radicales libres, de 70 % en peso de ácido acrílico y 30 % en peso de anhídrido maleico. El componente (I) no contenía otro componente entrelazador, como

multialcanolaminas, por ejemplo trietanolamina. El peso molecular promedio ponderado M_w era de 80.000 g/mol. El contenido de materia seca fue de 45 % en peso.

- 5 El componente (II) era una dispersión acuosa común en el mercado de un polímero M acorde con la invención, obtenible mediante polimerización en emulsión iniciada por radicales libres, en agua de 59 % en peso de estireno y 12 % en peso de metilmetacrilato, 5 % en peso de n-butilacrilato, 16 % en peso de hidroxietilacrilato y 8 % en peso de glicidilmetacrilato. El tamaño promedio de partículas era 140 nm. El valor de pH fue 1,9. El contenido de materia seca fue de 46 % en peso.

2. Listas de mezclas de agentes ligantes empleados.

BM1: Componente (I) descrito bajo 1. con 30 % en peso de trietanolamina.

- 10 BM2 y BM3: mezcla de polímeros de ácido poliacrílico / estireno -mas dispersión de polímero a base de acrilato producida según WO 2007/122089 A1.

BM4: 1 acorde con la invención: mezcla de 1 (referida al respectivo contenido de materia seca) de componentes (I) y (II) descritos bajo 1: pH = 2.0, T_g = 60°C.

BM5: goma UF común en el mercado (goma de urea-formaldehído).

- 15 BM6 y BM7: 1 acorde con la invención: mezcla de 1 (referida al respectivo contenido de materia seca) de componentes (I) y (II): pH = 2.0 donde para BM6: T_g = 30°C;

y para BM7: T_g = 10°C. BM6 y BM7 tienen cualitativamente la misma composición que el componente (II) descrito bajo 1., pero se diferencia en la temperatura de transición al vidrio T_g .

- 20 BM8: 6 de acuerdo con la invención: mezcla de 4 (referido al respectivo contenido de materia seca) componentes (I) y (II) descritos bajo 1.: pH = 2.0, T_g = 60°C.

BM9: mezcla de acuerdo con la invención de BM8 más 10 % en peso de sacarosa (referido al contenido de materia seca de los componentes (I) y (II) en el BM8)

3. Métodos de medición de resultados de medición

La determinación de la resistencia a la tracción transversal ocurrió según EN 319.

- 25 La determinación del valor de hinchamiento ocurrió según EN 317.

Los resultados se compilan en las tablas 1 y 2b, 2c.

4. Producción y prueba de los materiales a base de madera acordes con la invención

4.1 Producción de mini-placas de viruta y su evaluación en hinchamiento

- 30 Se encolaron en el mezclador Eirich 174 g de viruta de abeto (a 20°C, 65% de humedad del aire climatizado) con las correspondientes cantidades de agente ligante (ver tabla 1, columna de encolado; se indican las cantidades de materia seca del agente ligante referidas a la madera absolutamente seca) y se comprimieron en formas (50mm x 50mm x 19mm) con 40 kN a 190 °C. En la tabla se indican los tiempos de compresión.

El valor de hinchamiento y concretamente el hinchamiento, fueron determinados después de incubación en agua caliente 20°C después de 2 h y se indican relacionado con el espesamiento original de las piezas moldeadas.

- 35 Los resultados de estos ensayos son representados en la tabla 1

Tabla 1: valores de hinchamiento de mini- placas de viruta

Agente ligante	Tiempo de compresión [s/mm]	Encolado [% en peso absolutamente seco]	Valor de hinchamiento (después de 2h)
BM1	15	9 %	Ningún ligado [a]
BM2	15	9%	14%
BM3	15	9 %	11 %
BM4 (invención)	9	6 %	11 %
BM4 (invención)	10,5	6 %	10 %
BM4 (invención)	12	6 %	9 %

[a] no se produjo ninguna placa, las virutas de madera se aglomeraron.

- 5 Las investigaciones del valor de hinchado muestran que, incluso en encolado más bajo y con tiempos de compresión más cortos, la mezcla de agente ligante acorde con la invención es superior a la de otras gomas libres de formaldehído como BM1 o producidas según WO 2007/122089 A1 (B2 y BM3).

4.2 Producción de placas de viruta de laboratorio y su evaluación en tracción transversal e hinchamiento

- 10 Se produjeron placas de viruta del laboratorio de modo análogo a las placas de viruta convencionales que contienen resina aminoplástica. Se trabajó sin placa de presión pero con papel separado. Los especímenes de prueba para la resistencia a la tracción transversal y los valores de hinchado fueron tomados de las respectivas mismas placas. Se toman más detalles de la tabla 2a.

Tabla 2a: parámetros de la producción de placas de viruta de laboratorio

Ensayo →	Dimensión	1 (comparac.)	2	3
Agente ligante →	----	BM5	BM6	BM7
Porción pesada de viruta: absolutamente seca/encolada	g	500/530	500/530	500/530
Tipo de viruta abeto (u= 2,6%)	---	Viruta B	Viruta B	Viruta B
Goma de resina sólida	% en peso	67,0	46,0	46,0
Goma de resina sólida en el licor	% en peso	50,0	43,8	43,8
Resina sólida en la viruta absolutamente seca	% en peso	9,0	9,0	9,0
Licor encolado atomizado	g	90,0	102,7	102,7
Humedad de la viruta, encolada	% en peso	9,7	11,7	12,1
Presión de compresión (perfil)	N/mm ²	4 / 2 / 1	4 / 2 / 1	4 / 2 / 1
Tiempo de compresión (perfil) a 210 °C	s	60 / 30 / 120	60 / 30 / 120	60 / 30 / 120

Tabla 2b: medida de la resistencia a la tracción transversal

Ensayo →	Dimensión	1 (comparac.)	2	3
Agente ligante →	----	BM5	BM6	BM7
Espesor en la prueba	mm	8,7	8,7	8,7
Densidad [a]	Kg/m ³	621	581	572
Desviación estándar de la densidad	+/- Kg/m ³	44,9	44,7	51,7
Resistencia a la tracción transversal V20	N/mm ²	0,60	0,38	0,39
Desviación estándar de la resistencia a la tracción transversal	+/- N/mm ²	0,1	0,09	0,09
[a] Valor medio de 8 mediciones				

Tabla 2c: medición del hinchamiento [a]

Ensayo →	Dimensión	1 (comparac.)	2	3
Agente ligante →	----	BM5	BM6	BM7
Espesor en la prueba	Mm	8,7	8,7	8,7
Densidad [b]	Kg/m ³	639	595	586
Desviación estándar de la densidad	+/- Kg/m ³	29,3	41,4	46,3
Hinchamiento después de 2 h	%	25,0	18,9	20,5
Desviación estándar de hinchamiento después de 2 h	+/- %	2,4	1,5	0,7
Hinchamiento después de 24 h	%	28,2	21,8	24,4
Desviación estándar de hinchamiento después de 24 h	+/- %	2,7	1,9	1,4
[a] Panel recortado de 50 x 50 mm. El espesor de la inflamación, esto es, del hinchamiento, fue determinado después de la incubación a 20 °C agua caliente después de 2 horas o 24 horas y con relación al espesor original indicado de las pellas.				
[b] Valor medio de 7 mediciones				

5 Los ensayos muestran que la resistencia a la tracción transversal de las placas acordes con invención (ensayos 2 y 3) es un poco más baja que la de las placas de viruta a base de goma- resina aminoplástica (ensayo 1, comparación). Sin embargo la resistencia a la tracción transversal de las placas acordes con invención cumple la norma de placas de viruta corrientes (valor de comparación de resistencia a la tracción transversal de placas de viruta corrientes = 0,4 para una densidad de 650 kg/m³).

10 En el balance de resistencia a la tracción transversal y valor de hinchado, son superiores las placas acordes con la invención frente a las placas de viruta a base de goma- resina aminoplástica (ensayo 1, comparación): bajos valores de hinchado para una resistencia a la tracción transversal todavía buena.

4.3 Producción de placas delgadas de laboratorio MDF y prueba en tracción transversal

Se produjeron a escala técnica (30 cm x 30 cm) placas de fibra de densidad media con espesor de 3 mm, de modo análogo a las placas convencionales de fibra que contienen resinas aminoplásticas. Se encolaron las fibras de madera en un mezclador Lödige con 6 % en peso de agente ligante BM8 o bien BM9 absolutamente seco.

15 Los especímenes de prueba para la resistencia a la tracción transversal y los valores de hinchado fueron tomados en las mismas respectivas placas. Se toman más detalles de la tabla 3.

Tabla 3: Valores de medición de los especímenes de prueba producidos con BM8 y BM9

Agente ligante	Contenido total de sacarosa [a] [% en peso]	Espesor deseado Mm	Tiempo de compresión S	Espesor mm	Densidad kg/m ³	Resistencia a la tracción transversal	
						N/mm ²	Relativo
BM 8	0	3	24	3,5	664	0,26	100%
			30	3,5	660	0,28	100%
			36	3,5	643	0,26	100%
			60	3,4	660	0,29	100%
BM 9	9	3	24	3,4	661	0,32	123%
			30	3,3	685	0,38	138%
			36	3,3	665	0,35	135%
			60	3,4	668	0,40	137%
[a] fracción de la sacarosa [% en peso] en la mezcla total de componente (I) + componente (II) + sacarosa, referido al respectivo contenido de materia seca.							

20 Los ensayos muestran que la resistencia a la tracción transversal de las placas de fibra acordes con la invención puede ser elevada en más de 20%, mediante adición de 10 % en peso (referido al contenido de materia seca del agente ligante) de un componente (ii) de sacarosa.

REIVINDICACIONES

1. Un material que contiene lignocelulosa, obtenible mediante tratamiento de partículas A de lignocelulosa con un agente ligante B, donde el agente ligante B contiene los siguientes componentes.

Un componente acuoso (I) que contiene

5 (i) un polímero A, que está construido en los siguientes monómeros:

a) 80 a 100 % en peso de por lo menos un ácido mono y/o dicarboxílico etilénicamente insaturado (monómero(s) A1) y

b) 0 a 20 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros A1 (monómero(s) A2) y dado el caso

10 (ii) un entrelazador de bajo peso molecular con por lo menos dos grupos funcionales que son elegidos de entre el grupo de hidroxilo, ácido carboxílico y sus derivados, amina primaria, secundaria y terciaria, epoxi

y un componente (II) como dispersión acuosa, que contiene

uno o varios polímero(s) M, los cuales están contruidos de los siguientes monómeros:

15 a) 0 a 50 % en peso de por lo menos un monómero etilénicamente insaturado, el cual contiene por lo menos un grupo epóxido y/o por lo menos un grupo hidroxialquilo (monómero(s) M1), y

b) 50 a 100 % en peso de por lo menos otro monómero etilénicamente insaturado, el cual se diferencia de los monómeros M1 (monómero(s) M2)

así como dado el caso aditivos comunes, como componente (III).

2. Material que contiene lignocelulosa según la reivindicación 1, donde las partículas de lignocelulosa A son madera.

20 3. Material que contiene lignocelulosa según la reivindicación 1 o 2, donde la relación en peso de polímero A : polímero M está en el rango de 1 : 10 a 10:1.

4. Cuerpos moldeados que contienen un material que contiene lignocelulosa, como se definió en las reivindicaciones 1 a 3.

5. Cuerpos moldeados según la reivindicación 4, en forma de una placa.

25 6. Cuerpos moldeados según la reivindicación 5, donde la placa es una placa de viruta, placas de fibra o placa o OSB (tableros de virutas orientadas).

7. Método para la producción de un material que contiene lignocelulosa, como se definió en las reivindicaciones 1 a 3, en el cual se ponen en contacto partículas de lignocelulosa A con el agente ligante B.

8. Método según la reivindicación 7, donde la puesta en contacto es un atomizado de B sobre A.

30 9. Método para la producción de cuerpos moldeados, como se definió en las reivindicaciones 4 a 6, mediante compresión de un material que contiene lignocelulosa, como se definió en las reivindicaciones 1 a 3, y moldes adecuados.

10. El empleo del material que contiene lignocelulosa, como se definió en las reivindicaciones 1 a 3, para la producción de cuerpos moldeados.

35 11. Empleo del cuerpo moldeado, como se definió en las reivindicaciones 4 a 6, para la producción de muebles, de materiales de empaque, en construcción de casas o en restauración de interiores o en automóviles.