

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 396 335**

51 Int. Cl.:

D21J 1/00 (2006.01)

D21J 1/06 (2006.01)

D21J 1/08 (2006.01)

D21J 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.09.2004 E 04761839 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.10.2012 EP 1664434**

54 Título: **Material compuesto de resina de fibra de lignocelulosa**

30 Prioridad:

22.09.2003 US 666266

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

20.02.2013

73 Titular/es:

**TEMBEC INDUSTRIES INC. (100.0%)
800 RENE-LEVESQUE BLVD. WEST SUITE 1050
MONTREAL, QUEBEC H3B 1X9, CA**

72 Inventor/es:

SCOBIE, MICHAEL, A., N.

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 396 335 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

Material compuesto de resina de fibra de lignocelulosa

Campo de la invención

5 La invención se refiere a un método para preparar un material de fibra de lignocelulosa seco y conformado y a un aparato para la producción de un material de fibra de lignocelulosa seco y conformado de acuerdo con las partes del preámbulo de las reivindicaciones 1 a 23.

Antecedentes de la invención

10 Actualmente, el acero al carbono es un material de elección para la mayoría de las aplicaciones de infraestructuras exteriores debido a sus propiedades de resistencia superiores y su coste relativamente reducido por peso unitario. No obstante, con frecuencia, se reconocen las limitaciones del acero, que incluyen problemas de corrosión y mantenimiento, peso excesivo y coste de edificación elevado. A modo de ejemplo, se estima que en la construcción de puentes, en los próximos 25 años, más de 50 % de los puentes de América del Norte precisará reparación exhaustiva o sustitución completa debido a la pérdida de financiación de la infraestructura prolongada. La mayoría de la ingeniería civil principal y las autoridades gubernamentales han expresado su pérdida de entusiasmo a la hora de abordar este problema con los aceros tradicionales debido a que pretenden evitar la misma situación crítica en el futuro. Por este motivo, se están buscando nuevos materiales avanzados que puedan competir con las resistencias de tracción/impacto y el coste de instalación inicial del acero, mientras que al mismo tiempo proporcionen más beneficios en términos de resistencia al peso, vida útil y coste de mantenimiento.

20 En otras zonas, tal como mercados de equipamiento de procesamiento industrial, en los cuales la resistencia al peso resulta importante, se desea la sustitución del acero por una alternativa apropiada. Por ejemplo, los núcleos de rodillos industriales de gran tamaño para máquinas de secado de pasta papelera y papel están fabricados de acero. Debido a la flexibilidad del acero, un rodillo fabricado a partir del mismo debe ser suficientemente grueso para superar su propio peso muerto con el fin de extenderse una determinada distancia con una flexión mínima bajo carga. Este peso extremo acelera el fallo de apoyo, y da lugar a una instalación de rodillo lenta y dificultosa y retirada. La sustitución del acero con un material que presente menos flexión con respecto a la misma longitud en la fracción de peso debería proporcionar ventajas de coste importantes en cuanto a instalación y mantenimiento.

Por tanto, existe una necesidad de materiales que puedan ser sustitutos del acero en los entornos estructurales que proporcionen mejores proporciones de resistencia con respecto a peso, una instalación más sencilla y menores costes de instalación y mantenimiento.

30 En la patente de EE.UU. N.º. 3895998, se describe un proceso para la producción de un artículo conformado a partir de lodo de papel, que comprende depositar una capa de una suspensión acuosa del lodo y controlar el contenido de agua de la suspensión por medio de la presión aplicada de manera que se produzca una capa aglomerada consistente que presente un grado de resistencia a la humedad, y un contenido de agua de 40 a 85 % en peso, basado en el peso total de la capa y conformar la capa bajo presión con secado para producir un artículo conformado. No obstante, el proceso descrito únicamente aplica presión en una dirección para llevar a cabo la eliminación de agua del lodo.

Sumario de la invención

40 Es un objeto de la presente invención proporcionar un material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa que presente mejores proporciones de resistencia con respecto a peso que el acero, para su uso como miembro estructural formado a partir del mismo.

Es otro objeto proporcionar procesos para preparar dicho material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa.

Es otro objeto proporcionar un material de fibra de lignocelulosa, seco, minimamente defectuoso y conformado para su uso en la fabricación de dicho material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa.

45 Otro objeto es proporcionar procesos para la fabricación de dicho material de fibra de lignocelulosa, seco, minimamente defectuoso y conformado.

Los inventores han encontrado que reduciendo los grados de fisuras, huecos y similares, es decir defectos, en el material de fibra de lignocelulosa seco de espesor menor que 5 mm, preferentemente de al menos 2 cm, es posible obtener un producto útil de acuerdo con la invención.

50 Por consiguiente, la invención proporciona en un aspecto, un método de preparación de un material de fibra de lignocelulosa seco y conformado que comprende aplicar compresión multi-dimensional a dicha suspensión.

En un aspecto preferido, la invención proporciona un método de preparación de un material de fibra de lignocelulosa, seco, minimamente defectuoso y conformado como se ha definido anteriormente.

Por la expresión "minimamente defectuoso" se entiende en la presente memoria descriptiva que la inspección visual de cualquier superficie interior de corte transversal o exterior de la forma de fibra, conformada y seca revela que al menos 90 % y, preferentemente 95 % del área superficial no presenta fisuras o huecos.

5 Preferentemente, el material de fibra de lignocelulosa, seco y minimamente defectuoso se encuentra esencialmente libre de fisuras o huecos.

10 La fibra de lignocelulosa para su uso en la práctica de la invención presenta una longitud media de fibra de aproximadamente menos que 1,0 cm. En caso de fibras de madera dura, la longitud media preferida es seleccionada entre aproximadamente 0,5-1,0mm, y en el caso de fibras de madera blanda, la longitud media es seleccionada entre aproximadamente 1,0-4,0 mm, y en el caso de fibras que no sean de madera, la longitud media de fibra es seleccionada entre 0,5-10 mm.

Preferentemente, la suspensión de la etapa (a) presenta una consistencia de fibras de entre 0,1 -10 % peso/peso; y el material deshidratado producido en la etapa (b) presenta una densidad aparente seca de entre 0,1-0,9 g/cm³.

15 Aunque todavía de valor, aumentar la consistencia de las fibras provoca que las fibras se agrupen, y la formación pobre tiende a producir fisuras y huecos que, de manera final, conducen a puntos de debilidad en el producto resultante.

20 Para distinguir la presente invención del material de fibra de lignocelulosa en forma de hojas de papel y cartones de espesor relativamente pequeño, la invención va destinada a la producción y uso de material de fibra de lignocelulosa seco de una forma 3-dimensional importante, presentando un espesor de al menos 5 mm y, preferentemente, minimamente defectuoso. Preferentemente, el material es tal que presenta un espesor de al menos 2 cm al tiempo que presenta una longitud y/o anchura mayor.

25 De este modo, en un aspecto, la presente invención produce una forma de fibra 3-dimensional "minimamente defectuosa" a partir de una suspensión de pasta papelera/agua, mediante el control de su densidad aparente. De este modo, "minimamente defectuoso" incluye la ausencia sustancial de regiones de huecos o fisuras en las cuales se juntan dos planos de fibras separados pero no interactúan de forma estrecha y, de este modo, no se unen. Los inventores han encontrado que las fisuras se forman cuando las regiones de la suspensión de pasta de papel se deshidratan de forma demasiado rápida y provocan que las fibras de estas zonas se plieguen sobre sí mismas para formar fronteras discretas que dan lugar a que las fibras no se encuentren disponibles para el entremezclado de fibras adyacentes y la unión. De manera inevitable, esto provoca debilidad en el material impregnado final. Se pueden formar regiones de huecos cuando las áreas de baja consistencia quedan atrapadas dentro de la forma de la fibra y, finalmente, se abre tras el secado.

30 De manera opcional, la forma de fibra resultante puede impregnarse por presión con una resina termoestable en la cual se controle la profundidad de impregnación con el fin de optimizar la resistencia al peso, al tiempo que se minimiza la cantidad de resina usada y, de esta forma, el coste. Una vez que la forma ha sido impregnada, se puede usar una etapa de conformación final para garantizar las dimensiones exactas y que se forme una superficie impermeable suave. Posteriormente se cura la forma impregnada, por ejemplo, en un horno convencional. Sobre todo, este proceso conduce a una gran flexibilidad en términos de forma, dimensión, resistencia y coste.

35 Los inventores han descubierto que se requiere una buena distribución de fibras y formación dentro de la fibra de lignocelulosa 3-D para producir un producto fuerte y eficaz. También resulta deseable que la aleatoriedad de la orientación de las fibras y el enredo entre fibras resulte máximo. Los inventores piensan que el motivo por el cual los materiales compuestos de resina de fibra de lignocelulosa tradicionales han sufrido la pérdida de resistencia es que la resina y la fibra se han combinado sin formación de la fibra estructurada.

40 Se puede llevar a cabo la etapa de deshidratación, con una velocidad apropiada para dar lugar a la densidad aparente seca correcta, por cualquier medio apropiado, preferentemente, un medio de compresión que ejerce una fuerza de compresión de aproximadamente 0,345-68,948 N/cm² (0,5-100 psig). Preferentemente, en una realización, se bombea la suspensión al interior de la denominada cubeta de formación que presenta placas laterales superiores no perforadas y fijas, una parte inferior perforada y que se puede retirar, una parte superior de émbolo sólido o perforado de accionamiento mecánico y placas laterales inferiores sólidas de accionamiento mecánico. Se permite que la suspensión se deshidrate en sentido vertical, por medio de la placa inferior, simplemente por gravedad hasta que alcance su estado de libertad natural. Posteriormente, se lleva a cabo una compresión vertical por medio del émbolo hasta que se alcance la profundidad deseada. Con el émbolo ahora en posición estacionaria, se lleva a cabo la compresión horizontal por medio de las placas laterales inferiores hasta alcanzar la densidad de fibras deseada, preferentemente de 0,1-0,9 g/cm³. Esta compresión multi-dimensional da lugar a una formación óptima de fibras. De manera ideal, cualquier placa perforada se encuentra cubierta por un alambre tejido con el fin de favorecer una deshidratación uniforme y facilitar una separación de fibra/placa más sencilla. Preferentemente, las placas laterales inferiores sólidas se encuentran cubiertas por un polímero de baja fricción, tal como, por ejemplo, Teflon® con el fin de favorecer también una separación fácil. Se pueden preparar objetos de cualquier forma y tamaño mediante la elección cuidadosa de las formas inferior, lateral y de émbolo.

Una vez que se ha alcanzado la densidad de pasta papelera deseada, se desengranan las placas inferiores y

laterales y el material de fibra es empujado por la placa inferior. A continuación, se transporta el material hasta un horno de secado convencional que opera preferentemente a 60-120°C con un tiempo de secado típicamente de 4-24 horas, dependiendo del tamaño del material. La finalidad de la etapa de secado es retirar considerablemente toda el agua del material, para maximizar la unión de hidrógeno entre las fibras de lignocelulosa y, de este modo, la resistencia del material. Esto resulta importante para la etapa de impregnación de resina posterior. Se ha comprobado que si la velocidad de secado es demasiado rápida, pueden tener lugar tensiones en el material y se pueden provocar fisuras y, finalmente, puntos de fallo no deseados en el material compuesto de fibra/resina curado final.

En otro aspecto, la invención proporciona un material de fibra de lignocelulosa, seco y conformado fabricado por medio de un proceso como se ha definido anteriormente.

Preferentemente, el material de lignocelulosa seca se encuentra considerablemente libre de fisuras y huecos.

Ejemplos de fibras de lignocelulosa para su uso en la práctica de la invención se pueden seleccionar entre el grupo que consiste en fibras que no proceden de madera y fibras procedentes de madera virgen, blanqueadas, no blanqueadas, secas, no secas, refinadas, no refinadas, kraft, de sulfito, mecánicas y recicladas. Ejemplos de fibras que no son de madera incluyen residuos agrícolas, borra de algodón, bagazo, cáñamo, yute, hierbas y similares.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un método para fabricar un material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa que comprende las etapas que se han definido anteriormente y que además comprende las etapas de

(d) impregnar dicho material de fibra conformado y seco con una resina líquida termoestable bajo presión eficaz, durante un período de tiempo eficaz para llevar a cabo la impregnación de dicha resina en dicho material de fibra, conformado y seco, a una velocidad deseada y hasta un grado para producir un material tratado con resina; y

(e) curar dicha resina en dicho material tratado con resina para producir dicho material compuesto.

En la producción del material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa de acuerdo con la invención, se impregna el material de fibra de lignocelulosa, mínimamente defectuoso y de 3-D, como se ha definido y fabricado anteriormente, bajo condiciones controladas con una resina líquida termoestable. Típicamente, se coloca el material de fibra seco en una cámara de impregnación, que, típicamente se llena con una resina líquida termoestable a la temperatura deseada, de aproximadamente 5-25°C, hasta el punto en el cual es material siempre va a encontrarse sumergido, incluso después de lograr el grado de impregnación deseado. La cámara se cierra y se introduce aire a presión en el interior de la fase superior con el fin de presurizar el interior de la cámara hasta el nivel deseado de, digamos, 0-68,948 N/cm² (0-100 psig). La presión de aire y la duración de tiempo son los parámetros principales usados para controlar la velocidad y la profundidad deseada de impregnación de la resina en el interior del material de fibra conformado.

Dependiendo del tamaño del material de fibra y de la forma, se escoge una presión con el fin de garantizar que, generalmente, el tiempo requerido se encuentra dentro de un intervalo práctico de aproximadamente 5-90 minutos. Si la velocidad es demasiado rápida, generalmente, el proceso es difícil de controlar; mientras que si es demasiado lenta, la eficacia del proceso de ve afectada. Para un tipo de resina concreto y una densidad de fibra dada, una combinación particular de presión/temperatura/tiempo da lugar, generalmente, a la misma velocidad de impregnación. De igual forma, parece que la presión y el tiempo tienen un impacto significativo sobre la migración de los materiales de peso molecular diferente encontrados dentro de la resina. Esto es importante porque el material de resina de peso molecular elevado da lugar a una resistencia elevada y una mejor formación de piel sobre el producto final conformado.

Tras el tiempo de impregnación, se libera la presión de la cámara, se drena el exceso de resina y se retira el material impregnado. Se ha comprobado que una vez que el material ya no se encuentra más en contacto con la resina, se detiene la impregnación, y se produce una línea de impregnación muy definida y se observa dentro de la forma del material compuesto. La observación de esta línea de demarcación durante la práctica de la invención proporciona más evidencias del control estrecho y, últimamente, una predicción más satisfactoria de las características de resistencia del producto compuesto final. Es este potencial en cuanto a una estructura de fases de dos masas diferenciadas en el interior del material el establece la diferencia frente a otros materiales compuestos.

De manera sorprendente, se ha descubierto que durante la impregnación de resina, no tuvo lugar ningún hinchamiento importante del material de fibra de lignocelulosa. Sin pretender quedar ligado a teoría alguna, esto se explica probablemente por los enlaces de hidrógeno ya que una vez que se ha producido la forma de la fibra y se ha evaporado el agua polar, ha tenido lugar la unión entre los grupos hidroxilo de la fibra de lignocelulosa adyacente. Se piensa que esto es lo que proporciona a la masa de fibra de lignocelulosa sus características de resistencia. Cuando la resina relativamente no polar entra en contacto con la lignocelulosa, existe escaso incentivo para la ruptura de estos enlaces de hidrógeno y, como resultado de ello, la estructura mantiene su forma.

Con el fin de garantizar que se consiguen las dimensiones exactas y que se forma una buena piel impermeable, se puede hacer pasar el material impregnado, de manera opcional, a través de una prensa final de conformación. La

configuración de la prensa puede ser un troquel para estructuras que se encuentran en forma apta para extrusión o una prensa de tipo sandwich para formas que sean uniformes.

5 Preferentemente, el material impregnado y conformado se coloca posteriormente en un horno de curado a una temperatura, generalmente de aproximadamente 50-90°C, durante 4-24 horas con el fin de curar por completo la resina. Es preciso mantener la temperatura de curado inicial, de la manera más preferida, por debajo de 100°C debido al espesor del material conformado objeto de curado, y debido a que el agua es liberada de la resina, en el caso de las resinas de formaldehído de fenol durante el proceso de curado. Al comienzo del proceso de curado, la resina de la superficie externa es la primera en experimentar curado y formar una capa impermeable. 10 Posteriormente, la resina del interior de la forma comienza a experimentar curado una vez que se ha formado esta capa externa. Si el agua queda atrapada dentro de la forma y alcanza la temperatura de más de 100°C, se produce la ebullición, se crea presión y la forma sellada se rompe antes que la humedad haya tenido tiempo suficiente para escapar por medio de permeabilidad natural. Se puede aumentar la temperatura de curado más allá de 100°C con el fin de maximizar la polimerización y, de este modo, la resistencia.

15 Por consiguiente, en otro aspecto la invención proporciona un material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa y conformado cuando se fabrica por medio del proceso descrito anteriormente en el presente documento.

Preferentemente, el material se encuentra esencialmente libre de fisuras y huecos.

20 En otro aspecto, la invención proporciona un aparato para la producción de un material de fibra de lignocelulosa, seco y conformado, con una forma que presenta un espesor de al menos 5 mm, comprendiendo dicho aparato un medio de compresión multi-dimensional que, preferentemente, es capaz de ejercer una fuerza seleccionada entre 0,345-68,948 N/cm² (0,3-100 psig).

Ejemplos preferidos del medio de compresión multi-dimensional comprenden un medio de placa superior accionada por un pistón vertical y un medio de placa lateral inferior accionada por un pistón horizontal.

El aparato que se ha definido anteriormente en el presente documento comprende un medio de drenaje por gravedad.

25 En otro aspecto, la invención proporciona un aparato para preparar un material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa, comprendiendo dicho aparato la descripción que se ha hecho anteriormente en el presente documento; y además comprendiendo (iv) un medio de impregnación para impregnar dicho material de fibra, conformado y seco con una resina líquida termoestable, bajo presión eficaz, durante un período de tiempo eficaz para llevar a cabo la impregnación de dicha resina en dicho material de fibra conformado y seco, con una velocidad deseada y en el grado deseado para producir un material tratado con resina; y 30

(v) un medio de curado para curar dicha resina en dicho material tratado con resina con el fin de producir dicho material compuesto

35 Preferentemente, el aparato anteriormente mencionado de acuerdo con la invención para producir dicho material compuesto de resina-fibra comprende además un medio de prensado-conformación para producir el prensado-conformación de dicha pieza de material tratado con resina sobre dicho medio de revestimiento. Preferentemente, el medio de prensado-conformación se selecciona entre un medio de extrusión y un medio de intercalado.

Breve descripción de los dibujos

Con el fin de que se pueda comprender mejor la invención, a continuación se describen realizaciones preferidas, únicamente a modo de ejemplo, con referencia a las dibujo adjuntos, en los cuales

40 La Figura 1 es una diagrama esquemático de un aparato y un proceso de acuerdo con la invención; y

La Figura 2 es un croquis de un material compuesto conformado de acuerdo con la invención.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

Ejemplos

45 Haciendo referencia a la Figura 1, esta muestra, de manera general, como 10 un proceso y un aparato para llevar a cabo un proceso para preparar un material compuesto de resina-fibra de lignocelulosa conformado. El sistema 10 tiene un tanque de mezcla 12 de suspensión, con un dispositivo de agitación 14 asociado y que tiene un conducto 16 de entrada de alimentación de pasta papelera, un conducto de agua 18, y un conducto 20 de salida de pasta papelera en forma de suspensión, para transferir la pasta 22 de una consistencia deseada en una cubeta de formación 24. En la presente realización, la cubeta 24, presenta lados 26 rectangulares verticales y rectos, que con 50 la parte 28 inferior perforada definen la forma deseada del material deshidratado 30.

Dentro de la cubeta 24 hay una placa 27 superior accionada por pistón vertical y dos placas 32 laterales inferiores accionadas por pistón horizontales que se aplican con una tasa eficaz hasta un grado eficaz de compresión para

producir el material deshidratado 30 que no presenta, esencialmente, o que presenta defectos menores. Todos los pistones están accionados por un medio de cilindro de presión (no mostrado).

5 El material deshidratado 30 se transfiere a un horno 34 de secado de fibras al aire, en cuya interior el material 30 es secado a una temperatura eficaz durante un período de tiempo para proporcionar un material 36 de fibra de lignocelulosa esencialmente seco y minimamente defectuoso. El material 36 es transferido a una cámara de impregnación 38 que tiene una entrada de resina 40 y una entrada 42 de aire presurizado. La configuración de la cámara de impregnación puede ser cualquier cámara de presión o estanque atmosférico.

El material 30 se seca para dar el material 36 que no presenta más de 30 % en peso/peso de contenido de agua, o, preferentemente, no más de 15 % peso/peso de agua.

10 Haciendo referencia a la Figura 2, se produce un material 44 compuesto de resina-fibra de lignocelulosa conformado en la cámara 38 por medio de alimentación de resina a partir de la entrada 40 sumergiendo totalmente la forma 38 e impregnando la forma 38 bajo alimentación con presión de aire a través del conducto 42 a una presión seleccionada de 0-68,948 N/cm² (0-100 psig) durante un período de tiempo seleccionado. Los parámetros principales de impregnación son (i) la naturaleza de las resinas, típicamente, fenol-formaldehído de pesos moleculares deseados, y
15 fibras de pasta papelera, (ii) presión de aire, (iii) temperatura, típicamente de 20-30°C, y (iv) duración de tiempo, típicamente 10-60 minutos dependiendo del grado de impregnación deseado. Estos parámetros se pueden determinar de forma sencilla por medio de estudios de calibración simples dependiendo de las características de resistencia deseadas de la forma.

20 De manera óptima, se puede llevar a cabo la conformación adicional de 44 por medio de una prensa de conformación 46, antes del curado en el horno de curado 48, para dar lugar al producto 50 final compuesto, que presenta una dimensión final de 3 m de longitud, 20 cm de anchura y 5 cm de espesor, mostrado como 50 en la Figura 2.

Ejemplo 1

25 Como material de partida, se mezclaron 140 gramos de pasta papelera de sulfito de calidad de papel blanqueado con agua a 50°C en un Desintegrador Británico para producir una suspensión de consistencia de 2,5 %. A continuación, se vertió la suspensión al interior de una cubeta de formación perforada y se cubrió la cubeta con agua. Sin presión externa, existe únicamente un mínima pérdida de agua. Se mezcló de nuevo la suspensión en la cubeta para garantizar una buena aleatorización. Se ajustó el émbolo y se empujó hacia abajo de forma manual para comenzar la etapa de deshidratación. Una vez que el eje del émbolo había descendido de manera suficiente, se
30 comprimió la suspensión bajo un mecanismo de tornillo para obtener una densidad aparente en seco de 0,45 g/cm³. Se retiró la placa inferior y se empujó la forma de fibra húmeda, con forma de bloque rectangular de 20 cm de longitud, 10 cm de anchura y 5 cm de espesor, fuera de la parte inferior y se colocó en el interior de un horno a 85°C durante 8 horas para el secado.

35 El bloque seco se cortó en 6 piezas, cuatro de ellas fueron marcadas como 3A, 3B, 3C, 3D y se pesaron. Una por una, a continuación se colocaron cada una de las piezas en una cámara de impregnación de presión y se sumergieron en una resina termoestable de formaldehído y fenol identificada como TXIM 383. Se selló la cámara y se presurizó durante un período de tiempo designado después de lo cual se liberó la presión y se retiró la pieza.

40 Posteriormente, se colocaron las piezas impregnadas en un horno a 90°C durante 20 horas con el fin de garantizar el curado completo. Se pesó cada pieza de nuevo y posteriormente se cortó transversalmente para inspeccionar visualmente la profundidad de impregnación y las diferencias en los patrones entre los lados cortados y los lados no cortados originales. La Tabla 1 muestra los resultados.

Tabla 1

ID muestra	Presión (psi) N/cm ²	Tiempo (min)	Peso inicial de pasta papelera secada al aire (g)	Peso final del material compuesto seco (g)	Inspección visual
3A	(30) 20,684	2,0	22,2	40,5	Lado sin cortar - profundidad de 3 mm - lado cortado - profundidad de 6 mm
3B	(30) 20,684	3,0	19,9	42,3	Lado sin cortar - profundidad de 5 mm - lado cortado - profundidad de 8 mm

ES 2 396 335 T3

ID muestra	Presión (psi) N/cm ²	Tiempo (min)	Peso inicial de pasta papelera secada al aire (g)	Peso final del material compuesto seco (g)	Inspección visual
3C	(30) 20,684	4,0	20,2	42,7	Lado sin cortar - profundidad de 5 mm - lado cortado - profundidad de 9 mm
3D	(15) 10,342	3,0	23,4	35,0	Lado sin cortar - profundidad de 2 mm - lado cortado - profundidad de 8 mm

El resumen de los resultados es el siguiente:

Esta serie demuestra la viabilidad de controlar de forma estrecha la profundidad de impregnación basándose en la presión y el tiempo. La reducción de la presión dio como resultado definitivo una región de impregnación más fina, pero parece que la densidad no se vio afectada.

- 5 Velocidad media de impregnación durante 30 psi fue: lado no cortado - 1,5 mm/min, lado cortado - 2,6 mm/min.
Velocidad media de impregnación durante 15 psi fue: lado no cortado - 0,7 mm/min, lado cortado - 2,7 mm/min.

Ejemplo 2

- 10 Usando la preparación de muestra del Ejemplo 1, se produjeron dos bloques de fibras de densidades diferentes (densidad de fibra de la serie 2: 0,53 m/cm³, densidad de fibra de la serie 1: 0,46 g/cm³), se segmentaron, se impregnaron con resina TXIM 383 y posteriormente se curaron las piezas impregnadas. La diferencia con estos grupos fue que se lograron presiones mayores. La Tabla 2 lista los resultados.

Tabla 2

ID muestra	Presión (psi) N/cm ²	Tiempo (min)	Peso inicial de pasta papelera secada al aire (g)	Peso final del material compuesto seco (g)	Inspección visual
2C	(90-100) 62,05-68,948	2,5	20,7	45,2	Núcleo ligero no impregnado
2A	(90-100) 62,05-68,948	5,0	22,6	49,0	Completamente impregnado
2B	(110) 75,84	7,5	20,4	51,5	Completamente impregnado
2D	(90-100) 62,05-68,948	10,0	23,8	49,3	Completamente impregnado
1A	(100) 68,948	0,5	22,9	43,3	Núcleo grande impregnado
1B	(100) 68,948	1,0	21,2	48,1	Núcleo ligero no impregnado
1C	(100) 68,948	1,5	19,6	50,8	Completamente impregnado
1D	(100) 68,948	2,0	21,9	51,1	Completamente impregnado

El resumen de las observaciones es el siguiente:

Durante la impregnación, parece que el hinchamiento de las fibras es mínimo.

- 15 Toda la serie 2 se impregnó de forma casi completa. Esto indica que se requiere menos tiempo de impregnación en estas condiciones.

La serie 1 demostró una impregnación menos completa y una profundidad de impregnación muy uniforme.

5 A partir de la inspección de los cortes transversales de la serie 1, existen dos tipos de áreas impregnadas: un área malva alrededor del perímetro externo y un área marrón hacia el centro. Existe un área de transición entre las regiones sólidas malva y marrón. Si se asume que el área malva es resina más densa, entonces la conclusión es que una presión menor y un tiempo más prolongado permitirían una zona de impregnación más finas pero más densa.

Ejemplo 3

10 Usando la misma preparación que en el Ejemplo 1, se sometieron a ensayo otras tres formulaciones de resina de formaldehído de fenol con el fin de observar cualesquiera diferencias durante la impregnación y el curado. Se usaron muestras de las otras tres series anteriores de conformación de fibras bajo dos condiciones de presión de impregnación y tiempo. A continuación se listan las viscosidades de resina junto con la temperatura de impregnación. La Tabla 3 describe los resultados.

TXIM 387: viscosidad 252 cps @ 25C

TXIM 389: viscosidad 148 cps @ 25C

15 TXIM 391: viscosidad 272 cps @ 25C

Temperatura de impregnación: 21C.

Tabla 3

Código de resina	ID de muestra	Presión (psi) N/m ²	Tiempo (min)	Peso inicial de pasta papelera AD (g)	Peso final BD (g)	Porcentaje de incremento (%)
TXIM 387	1E	(15) 10,34	4	19,7	29,4	33
TXIM 389	2E	(15) 10,34	4	20,3	32,0	58
TXIM 391	3E	(15) 10,34	4	21,4	32,0	50
TXIM 387	1F	(30) 20,68	2	24,1	35,9	49
TXIM 389	2F	(30) 20,68	2	24,7	41,6	68
TXIM 391	3F	(30) 20,68	2	25,6	38,6	51

Los resultados son los siguientes:

20 TXIM 389 de menor viscosidad impregnó mucho más rápido, pero el porcentaje de material de peso molecular reducido parece ser más elevado (es decir, región marrón de mayor tamaño). Esto puede dar como resultado un peso más elevado y una resistencia menor.

Parece que EBH 04 mejorado (TXIM 383) a 20,68 N/m² (30 psi) durante 2 min (a partir del Ejemplo 1), a partir de una comparación visual, dio lugar a mejores resultados en términos de formación de piel, y migración del material de peso molecular elevado al interior de la matriz de fibra.

25 **Ejemplo 4**

30 Se llevó a cabo un análisis de resistencia comparativo y rudimentario entre el material compuesto de resina PF/fibra de madera y muestras diferentes de madera y acero. Las muestras sometidas a ensayo fueron; pino blanco sólido, abedul blanco sólido, arce sólido, LVL polar (madera contrachapada laminada) y acero al carbono. Se llevó a cabo la comparación sobre la base de la misma huella y peso totales iguales (es decir, varió el espesor). La huellas fue un rectángulo de aproximadamente 6 centímetros cuadrados. Durante cada ensayo, se empleó una fuerza flexural de tres-púas usando una pinza de sujeción manual. Se apretó a mano la pinza de sujeción hasta que se aplicó la fuerza máxima, o hasta que tuvo lugar el fallo catastrófico. Se asumió que la fuerza máxima permanecía igual, dado que la persona que realizó los ensayos fue siempre la misma. La Tabla 4 describe los resultados.

Tabla 4

Muestra	Fuerza máxima alcanzada (si/no)	Descripción del efecto
Pino blanco	No	Fallo catastrófico (CF)
Abedul blanco	Si	Deformación y fractura pero no CF
Arce	Si	Sin efecto
LVL polar	Si	Deformación y fractura pero no CF
Acero al carbono	Si	Deformación y fractura pero no CF
Material compuesto fibra/PF	Si	Sin efecto

Las principales conclusiones fueron las siguientes:

5 El material compuesto, de acuerdo con la invención, fue más fuerte, en el sentido de que no tuvo lugar deformación o fractura, en comparación con todas las muestras exceptuando arce. No obstante, debido a que la comparación solo se podría llevar a cabo hasta el punto de fuerza máxima, no fue posible determinar la diferencia entre el material compuesto y arce.

Parece que el material compuesto es más rígido que el acero al carbono, debido a que el mismo de carbono se deformó. Esto es importante, desde el punto de vista de que la principal finalidad del material compuesto es competir con el acero.

10 **Ejemplo 5**

Se produjo una serie de muestras de material compuesto con el mismo método general que se describe en el Ejemplo 1, con el fin de medir el módulo de tracción y flexural básico del material y la resistencia. Se produjeron las muestras usando únicamente compresión en la dirección Z, y como consecuencia de ello, el objetivo principal no fue optimizar la resistencia, sino comparar las diferentes fuentes de fibra así como también el efecto de la densidad aparente de la preforma con el fin de determinar las relaciones generales. El método y el aparato usados para las mediciones de resistencia conformaron los estándares de la industria para los materiales tradicionales de madera y los materiales compuestos de madera. Los resultados se muestran en las Tablas 5A y 5B. La nomenclatura ID de la muestra es la siguiente:

- 20 A- pasta papelera de sulfito de viscosidad elevada
- B- pasta papelera de sulfito
- C- pasta papelera mezclada kraft SW/HW
- D- pasta papelera kraft HW
- F- pasta papelera de sulfito de viscosidad media a elevada
- BR- blanqueado y sometido a re-suspensión
- 25 UBR- no blanqueado y sometido a re-suspensión
- UBND- no blanqueado y nunca secado
- 1-40- forma nº. 1 con una densidad aparente de preforma de 0,40 g/cm³
- 1-25- forma nº. 1 con una densidad aparente de preforma de 0,25 g/cm³
- 2-40- forma nº. 2 con una densidad aparente de preforma de 0,40 g/cm³
- 30 2-25- forma nº. 2 con una densidad aparente de preforma de 0,25 g/cm³

Las conclusiones principales fueron las siguientes:

La densidad aparente de fibra más elevada dio lugar a valores más elevados d módulo flexural, resistencia flexural y resistencia a la tracción del material compuesto final.

35 Parece que existe menos relación entre la densidad aparente de la pre-forma y el módulo de tracción. No existe indicación evidente de que un tipo de fibra usado fuera muy superior a los otros. Esto es positivo en el sentido de que el proceso no se encuentra limitado a un tipo específico de fibra de celulosa.

Tabla 5A

ID de muestra	Resistencia flexural (MPa)	Módulo flexural (GPa)
A BR 1-40	39,9	2,4
B BR 1-40	31,3	2,0
D BR1-40	38,1	2,4
E BR 1-40	39,4	2,7
F UBR 1-40	25,2	2,1
F UBND 1-40	25,3	3,9
A BR 1-25	27,8	1,3
B BR 1-25	10,4	1,9
D BR 1-25	16,5	1,8
E BR 1-25	27,3	1,3
F UBND 1-25	27,2	2,3

Tabla 5B

ID de muestra	Resistencia flexural (MPa)	Módulo flexural (GPa)
A BR 2-40	25,0	1,4
B BR 2-40	34,4	1,4
D BR 2-40	23,6	1,0
E BR 2-40	23,3	1,1
F UBR 2-40	25,2	2,2
F UBND 2-40	24,7	2,1
A BR 2-25	16,4	1,4
B BR 2-25	8,0	1,1
D BR 2-25	13,5	1,3
E BR 2-25	17,3	1,7
FUBR 2-25	14,7	1,4
F UBND 2-25	15,8	1,5

Ejemplo 6

5 Se produjo una serie de muestras compuestas empleando una drenaje por gravedad (en la dirección Z descendente) y compresión multi-dimensional (en primer lugar en la dirección Z seguido de la dirección X) durante la etapa de preformación. Posteriormente, se sometió la preforma seca a impregnación con resina por flotación a presión atmosférica en una disolución de resina/agua 80/20. Hasta este momento, todas las preformas previas se prepararon por medio de drenaje-Z seguido de compresión-Z similar a los métodos empleados durante la fabricación de papel. El motivo para esta serie fue someter a ensayo la nueva teoría de que para tres objetos reales 3-
10 dimensionales, la compresión multi-dimensional daría como resultado una buena formación con cambios dimensionales aceptables y predecibles entre los estados de preforma y final curado. La preforma estudiada fue un bloque rectangular de X cm de espesor, Y cm de longitud y Z cm de altura. La Tabla 6 muestra los resultados.

Tabla 6

Muestra ID	Peso de preforma (BDg)	Densidad de preforma (g/cm ³)	Densidad curada (g/cm ³)	Dimensiones de la preforma (cm)			Cambio dimensional a partir del estado de preforma (%)					
							Impregnado			Curado		
				X	Y	Z	X	Y	Z	X	Y	Z
1	112	0,17	1,01	4,0	21,0	7,7	12,5	0	1,3	0	0	-2,6
2	109	0,18	1,04	3,9	20,2	7,6	0	1,5	6,0	2,6	-1,0	-1,3
3	110	0,19	0,91	4,1	20,1	7,2	4,9	2,0	8,3	-2,4	1,0	4,2
4	149	0,20	1,03	4,7	21,0	7,7	2,1	0	1,3	-2,1	-1,0	-2,6
5	180	0,30	0,92	4,2	19,8	7,3	11,9	1,5	5,5	4,8	0,5	1,4

Las principales conclusiones son las siguientes:

5 Durante la impregnación, independientemente de la densidad de la preforma, de manera general los bloques experimentaron los aumentos dimensionales más grandes en las direcciones X y Z; las direcciones en las cuales tuvo lugar la compresión. A partir de esto, se puede concluir que la compresión no crea cierta tensión de fibras que es liberada de algún modo durante la impregnación.

10 Tras el curado, los bloques experimentaron contracción. Los cambios dimensionales oscilaron alrededor de cero. Dada la forma bastante bruta de los bloques y la técnica de medición, se puede concluir que tuvieron lugar cambios mínimos entre la forma de la preforma y la del material final curado. Esto es importante, en el sentido de que las dimensiones de la preforma deberían constituir una representación razonablemente exacta de las dimensiones finales del material compuesto.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un método para fabricar un material (36) de fibra de lignocelulosa, seco y conformado, comprendiendo dicho método
- 5 (a) proporcionar una suspensión (22) acuosa de pasta papelera de fibra de lignocelulosa que tiene una consistencia eficaz;
- (b) deshidratar dicha suspensión para proporcionar un material deshidratado (30) a una velocidad de deshidratación eficaz, bajo presión eficaz para evitar o reducir la formación de fisuras y huecos dentro de dicho material (30); y
- 10 (c) secar una cantidad eficaz de dicho material deshidratado (30) a una temperatura eficaz y durante un período de tiempo para proporcionar dicho material (36) de fibra de lignocelulosa, seco y conformado de una forma que presenta un espesor de al menos 5 mm,
- que se caracteriza por que la etapa de deshidratación comprende aplicar compresión multi-dimensional a dicha suspensión.
- 15 2. Un método de fabricación del material (36) de fibra de lignocelulosa seco y conformado que se define en la reivindicación 1 en el que dicho material (36) de fibra de lignocelulosa seco y conformado es minimamente defectuoso.
3. El método que se define en la reivindicación 1 o en la reivindicación 2, en el que dicho material (36) de fibra de lignocelulosa seco y conformado se encuentra esencialmente libres de fisuras.
- 20 4. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicho material de fibra de lignocelulosa (36) tiene una longitud media de fibra de menos de 1,0 cm.
5. El método que se define en la reivindicación 4, en el que dicho material (36) de fibra de lignocelulosa es una madera dura y dicha longitud media de fibra está seleccionada entre aproximadamente 0,5-1,0 mm.
6. El método que se define en la reivindicación 4, en el que dicho material (36) de fibra de lignocelulosa es una madera blanda y dicha longitud media de fibra está seleccionada entre aproximadamente 1,0-4,0 mm.
- 25 7. El método que se define en la reivindicación 4 en el que dicho material (36) de fibra de lignocelulosa no es de madera y dicha longitud media de fibra está seleccionada entre aproximadamente 0,5-10 mm.
8. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en el que dicha suspensión (22) acuosa de pasta papelera de fibra de lignocelulosa de la etapa (a) tiene una consistencia de fibra de entre 0,1-10 % en peso/peso.
- 30 9. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que dicho material deshidratado (30) producido por medio de la etapa (b) presenta una densidad aparente en seco de entre 0,1-0,9 g/cm³.
10. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en el que dicha etapa (b) de deshidratación se lleva a cabo por medio de un medio de deshidratación (24) apropiado para producir dicho material deshidratado (30) de forma apropiada.
- 35 11. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en el que dicha forma presenta un espesor de al menos 2 cm.
12. El método que se define en la reivindicación 9, en el que dicha deshidratación bajo al etapa (b) comprende llevar a cabo drenaje por gravedad seguido de dicha compresión multi-dimensional.
- 40 13. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en el que dicha compresión comprende una fuerza de compresión de aproximadamente 0,207-206,84 N/cm² (0,3-100 psi).
14. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que dicha pasta (22) papelera de fibra de lignocelulosa se selecciona entre el grupo que consiste en fibras que no son de madera y madera blanqueada, no blanqueada, seca, no seca, refinada, no refinada, kraft, de sulfito, mecánica, reciclada y virgen.
- 45 15. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que dicha etapa de secado (c) comprende secado al aire.
16. El método que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15 en el que dicha etapa de secado (c) se lleva a cabo a una temperatura y durante un período de tiempo con el fin de retirar el agua para producir dicho material deshidratado (30) que presenta un contenido de agua de no más que 30 % en peso/peso de agua.
17. El método que se define en la reivindicación 16, en el que dicha etapa de secado (c) se lleva a cabo a una

temperatura y durante un período de tiempo para retirar el agua con el fin de producir dicho material deshidratado (30) que presenta un contenido de agua de no más de 10 % en peso/peso de agua.

18. El método que se define en la reivindicación 1 que comprende de manera adicional las etapas de

5 (d) impregnar dicho material (36) de fibra conformado y seco con una resina termoestable líquida bajo una presión eficaz, durante un período de tiempo eficaz para llevar a cabo la impregnación de dicha resina en dicho material (36) de fibra conformado y seco, a una velocidad deseada y hasta un grado deseado para producir el material tratado con resina (44); y

(e) curar dicha resina en dicho material (44) tratado con resina para producir dicho material compuesto (50).

10 19. El método que se define en la reivindicación 18, en el que dicha etapa de impregnación (d) se lleva a cabo a una temperatura de 5°-25°C.

20. El método que se define en la reivindicación 18 que además comprende someter a presión-conformar dicho material (44) tratado con resina antes de la etapa de curado (e).

21. El método que se define en la reivindicación 20, en el que dicha etapa de presión-conformación comprende someter a extrusión dicho material (44) o a intercalado dicho material (44).

15 22. El método que se define en la reivindicación 18, en el que dicha etapa de curado (e) se lleva a cabo de manera inicial a una temperatura eficaz o por debajo de aproximadamente 100°C.

23. Un aparato (10) para la producción de un material (36) de fibra de lignocelulosa, seco y conformado de una forma que presenta un espesor de al menos 5 mm, comprendiendo dicho aparato

20 (i) un medio (12) para proporcionar una suspensión acuosa de pasta papelera de fibra de lignocelulosa de consistencia eficaz;

(ii) un medio de deshidratación (24) para deshidratar dicha suspensión para proporcionar un material deshidratado (30), a una velocidad de deshidratación eficaz bajo una presión eficaz para evitar o reducir la formación de fisuras o huecos dentro de dicho material (30); y

25 (iii) un medio de secado (34) para secar una cantidad eficaz de dicho material deshidratado (30), a una temperatura eficaz y durante un período de tiempo para proporcionar dicho material (36) de fibra de lignocelulosa, seco y conformado de una forma que presenta un espesor de al menos 5 mm,

que se caracteriza por que el medio de deshidratación (24) comprende un medio (27, 32) de compresión multidimensional.

30 24. El aparato (10) que se define en la reivindicación 23 en el que dicho medio de compresión (27, 32) proporciona de manera operativa una fuerza de compresión seleccionada entre 0,206-206,84 N/cm² (0,3-100 psig).

25. El aparato (10) que se define en la reivindicación 23 o en la reivindicación 24 en el que dicho medio (27, 32) de compresión multidimensional comprende un medio (27) de placa superior de accionamiento por pistón vertical y un par de medios (32) opuestos, de placa lateral inferior de accionamiento por pistón horizontal.

35 26. El aparato (10) que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 23 a 25 que comprende un medio de drenaje por gravedad.

27. El aparato (10) que se define en la reivindicación 23 que además comprende:

40 (iv) un medio de impregnación (38) para impregnar dicho material (36) de fibra conformado y seco con una resina termoestable líquida, bajo presión eficaz, durante un período de tiempo eficaz para llevar a cabo la impregnación de dicha resina en dicho material (36) de fibra conformado y seco, a una velocidad deseada y hasta un grado deseado para producir un material (44) tratado con resina deseado; y

(v) curar dicha resina en dicho material (44) tratado con resina para producir dicho material compuesto (50).

28. El aparato (10) que se define en la reivindicación 27 que además comprende un medio de presión-conformación (46).

45 29. El aparato (10) que se define en la reivindicación 28 en el que dicho medio de presión-conformación (46) está seleccionado entre un medio de extrusión y un medio de intercalado.

Figura 1

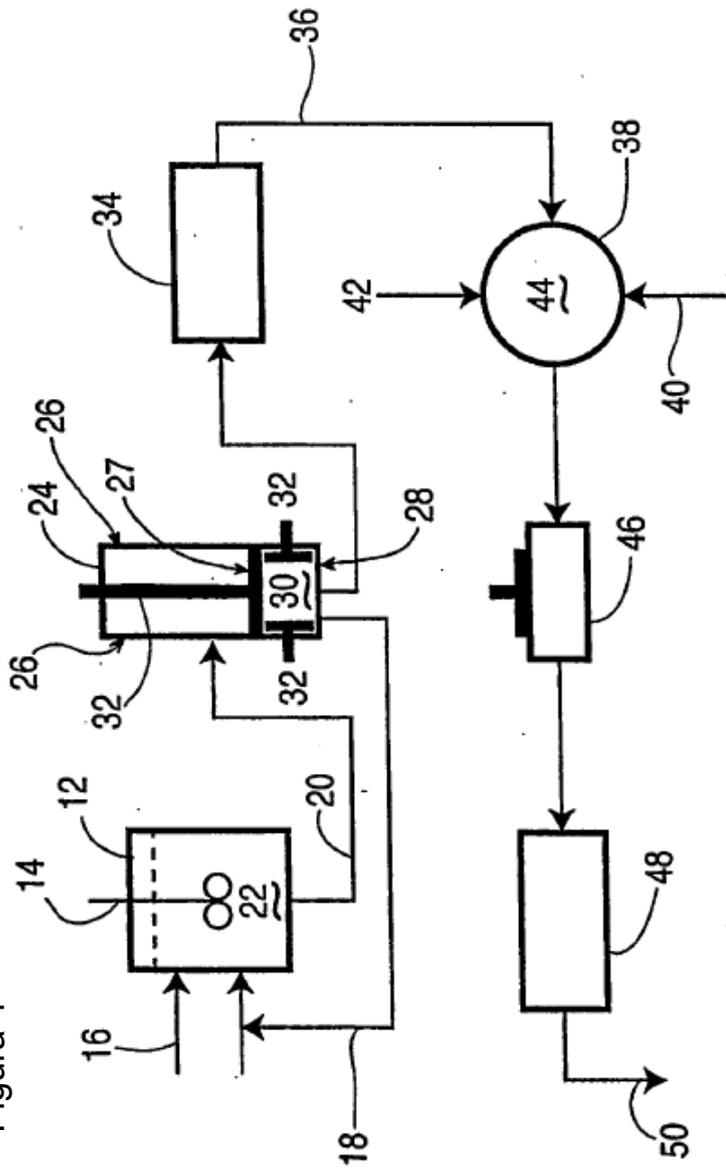


Figura 2

