

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 618 910**

51 Int. Cl.:

**C09J 189/00** (2006.01)

**B27N 3/00** (2006.01)

**B27D 1/00** (2006.01)

**D21J 1/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.09.2011 PCT/US2011/051819**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.03.2012 WO2012040037**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.09.2011 E 11827253 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.03.2017 EP 2619277**

54 Título: **Adhesivos de soja y compuestos hechos de los adhesivos**

30 Prioridad:

**20.09.2010 US 384603 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**22.06.2017**

73 Titular/es:

**OREGON STATE UNIVERSITY (100.0%)  
Office for Commercialization & Corporate  
Development A312 Kerr Administration Building  
Corvallis, OR 97331-2140, US**

72 Inventor/es:

**LI, KAICHANG**

74 Agente/Representante:

**SÁEZ MAESO, Ana**

ES 2 618 910 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**

Adhesivos de soja y compuestos hechos de los adhesivos

Referencia cruzada a la solicitud relacionada

5 Esta solicitud reivindica el beneficio y la prioridad de la Solicitud Provisional de los Estados Unidos No. 61/384,603 presentada el 20 de septiembre de 2010, la cual se incorpora en este documento como referencia en su totalidad.

Campo

La presente divulgación se refiere a adhesivos de soja para fabricar compuestos lignocelulósicos.

Antecedentes

10 Los compuestos basados en lignocelulósicos se forman a partir de piezas de pequeño tamaño de material celulósico que están unidas con un adhesivo (esto es, un aglutinante). En general, la madera sólida se fragmenta en trozos más pequeños tales como hilos, fibras y virutas. A continuación, se añade una composición adhesiva al componente de madera. La mezcla resultante se somete a calor y presión dando como resultado un compuesto. La mezcla adhesiva por lo general es el único componente no lignocelulósico.

15 Los adhesivos de madera más comúnmente utilizados son resinas de fenol-formaldehído (PF) y resinas de urea-formaldehído (UF). Existen al menos dos preocupaciones con las resinas PF y UF. En primer lugar, se generan compuestos orgánicos volátiles (VOC) durante la fabricación y el uso de compuestos de base lignocelulósica. Por ejemplo, la California Air Resources Board (CARB) estima que hasta 400 toneladas de formaldehído se emite a partir de productos compuestos de madera unidos con resinas UF cada año en California. Una creciente preocupación acerca del efecto de los VOC emisivos, especialmente el formaldehído, en la salud humana ha llevado a la necesidad de adhesivos más aceptables para el medio ambiente. En segundo lugar, las resinas PF y UF están hechas de productos derivados del petróleo. Las reservas de petróleo son naturalmente limitadas. La industria de compuestos de madera se beneficiaría enormemente del desarrollo de adhesivos libres de formaldehído a partir de recursos naturales renovables.

20 La proteína de soja se utilizó como un adhesivo de madera para la producción de madera contrachapada de los años 30 a los 60. Los adhesivos derivados de petróleo reemplazaron a los adhesivos de proteína de soja debido a la resistencia de unión relativamente baja y resistencia al agua de los adhesivos de proteína de soja. Sin embargo, la proteína de soja es un material barato, abundante y renovable que es ambientalmente aceptable.

Resumen

Una realización descrita en este documento se refiere a una composición adhesiva acuosa de acuerdo con la reivindicación 1.

30 Una divulgación a la que se hace referencia en este documento se refiere a una composición adhesiva acuosa que comprende (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) juntos constituyen al menos 50 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua.

35 También se describe en este documento una composición adhesiva acuosa que comprende (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) son los únicos componentes activos en la composición.

40 Otra divulgación a la que se hace referencia en este documento se refiere a una composición adhesiva acuosa que comprende el producto de reacción de (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) juntos constituyen al menos 50 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua.

También se describe en este documento una composición adhesiva acuosa que comprende el producto de reacción de (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) son los únicos componentes activos en la composición.

45 Una divulgación adicional se refiere a una composición adhesiva libre de formaldehído, en donde la composición está hecha de los siguientes ingredientes activos:

(a) proteína de soja; y

(b) óxido de magnesio; en donde

los componentes (a) y (b) juntos constituyen al menos 50 por ciento en peso de los ingredientes activos.

También se describe en este documento una mezcla en polvo que comprende (a) polvo de proteína de soja y (b) polvo de óxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) juntos constituyen al menos 50 por ciento en peso de la mezcla.

5 Una divulgación adicional se refiere a una mezcla en polvo que comprende (a) polvo de proteína de soja y (b) polvo de óxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) son los únicos componentes activos en la composición.

Una realización adicional descrita en este documento es un compuesto lignocelulósico de acuerdo con la reivindicación 7.

10 Una divulgación adicional a la que se hace referencia en este documento es un compuesto lignocelulósico que comprende al menos un primer sustrato lignocelulósico adherido a al menos un segundo sustrato lignocelulósico a través de una composición adhesiva, en donde la composición adhesiva comprende un producto de reacción de (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio.

Una divulgación adicional se refiere a una composición que comprende una mezcla que incluye (a) partículas lignocelulósicas trituradas (b) proteína de soja y (c) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio.

15 Se proporciona un método para fabricar un compuesto lignocelulósico de acuerdo con la reivindicación 8.

También se describe en este documento un método para fabricar un compuesto lignocelulósico que comprende:

poner en contacto al menos un sustrato lignocelulósico con un adhesivo que comprende (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio; y

unir el sustrato lignocelulósico en contacto con el adhesivo a al menos un otro sustrato lignocelulósico.

20 Otra divulgación a la que se hace referencia en este documento es un método para fabricar una composición adhesiva acuosa que comprende:

mezclar juntos (a) polvo de proteína de soja y (b) polvo de óxido de magnesio para formar una mezcla en polvo; y

mezclar la mezcla en polvo resultante con agua.

25 Un adicional descrito en este documento se refiere a una composición adhesiva acuosa que comprende (a) proteína de lupino y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) juntos constituyen al menos 50 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua.

30 Una divulgación adicional a la que se hace referencia en este documento es un compuesto lignocelulósico que comprende al menos un primer sustrato lignocelulósico adherido a al menos un segundo sustrato lignocelulósico a través de una composición adhesiva, en donde la composición adhesiva comprende un producto de reacción de (a) proteína de lupino y (b) óxido de magnesio.

Una divulgación adicional se refiere a una composición que comprende una mezcla que incluye (a) partículas lignocelulósicas trituradas (b) proteína de lupino y (c) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio.

35 También se describe en este documento un método para fabricar un compuesto lignocelulósico que comprende:

poner en contacto al menos un sustrato lignocelulósico con un adhesivo que comprende (a) proteína de lupino y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio; y

unir el sustrato lignocelulósico en contacto con el adhesivo a al menos un otro sustrato lignocelulósico.

Lo anterior resultará más evidente a partir de la siguiente descripción detallada.

40 Descripción detallada

Las realizaciones de la composición adhesiva se pueden fabricar haciendo reaccionar o mezclar una proteína de soja con óxido de magnesio. Tanto la proteína de soja como el óxido de magnesio están sustancialmente libres de formaldehído y no generan compuestos orgánicos volátiles en la preparación y uso del adhesivo de proteína de soja-óxido de magnesio para fabricar compuestos lignocelulósicos. De este modo, en ciertas realizaciones, la composición adhesiva está libre de formaldehído. La composición adhesiva se puede proporcionar como un sistema de dos partes en el que la proteína comprende una parte o envase y el óxido de magnesio comprenden la segunda parte o envase. Más preferiblemente, polvo de proteína de soja y polvo de óxido de magnesio se mezclan a fondo entre sí para formar una mezcla en polvo homogénea que es una primera parte de un sistema adhesivo de dos partes. La mezcla sólida de polvo de óxido de magnesio-proteína de soja se envía a los usuarios finales, ahorrando así el costo de transporte. Antes del

uso para fabricar compuestos lignocelulósicos, la mezcla de proteína de soja-magnesio en polvo se mezcla con agua (el agua es la segunda parte del sistema adhesivo de dos partes). De acuerdo con ciertas realizaciones, no se utilizan productos de base petroquímica en este nuevo sistema adhesivo y no se generan formaldehído u otros compuestos orgánicos volátiles en la preparación y uso de este adhesivo.

5 La proteína de soja es una proteína de ejemplo para uso en los adhesivos descritos en la presente memoria. La soja contiene aproximadamente 38% en peso de proteína con la porción restante que comprende carbohidratos, aceites, cenizas y humedad. Las semillas de soja se procesan para aumentar la cantidad de proteína de soja en el producto procesado. Se pueden utilizar productos de proteína de soja de cualquier forma en las composiciones adhesivas descritas. Los tres productos de proteína de soja más comunes son harina de soja, concentrado de proteína de soja y aislado de proteína de soja (SPI). Una diferencia entre estos productos es la cantidad de proteína de soja. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, la harina de soja puede incluir por lo general aproximadamente 45-55% en peso de proteína, el concentrado de proteína de soja incluye al menos aproximadamente 65% en peso de proteína (peso seco), y SPI incluye al menos aproximadamente 85% en peso de proteína (peso seco). De acuerdo con ciertas realizaciones de la composición adhesiva, la proteína de soja es harina de soja.

10  
15 Otra proteína para uso en los adhesivos descritos actualmente es la proteína de lupino. En ciertas realizaciones, la harina de lupino es la fuente para la proteína de lupino. De este modo, la harina de lupino se puede utilizar como un ingrediente en la fabricación de la composición adhesiva.

El óxido de magnesio es un mineral sólido inodoro blanco que se produce naturalmente. El óxido de magnesio también se llama comúnmente magnesia. El óxido de magnesio es de naturaleza higroscópica y reacciona con el agua para formar hidróxido de magnesio, pero es muy poco soluble en agua pura. El óxido de magnesio puede absorber fácilmente dióxido de carbono del aire para formar carbonato de magnesio. El óxido de magnesio se produce comercialmente a partir de minerales de magnesita o de agua de mar.

20 Desde 1930 hasta 1960, los adhesivos a base de soja se utilizaron ampliamente para fabricar madera contrachapada. El óxido de calcio o hidróxido de calcio se incorporó comúnmente en los adhesivos a base de soja como una base para ajustar el pH. El uso de óxido de calcio por lo general fue inferior al 10% en base sólida seca. Sin embargo, los paneles de madera contrachapada unidos con los adhesivos a base de soja tenían poca resistencia al agua, y a menudo se delaminaban cuando estaban empapados en agua. El presente inventor verificó que los paneles de madera contrachapada unidos con combinaciones de harina de soja y óxido de calcio no podían pasar la prueba de remojo de tres ciclos que se requiere para la aplicación interior de paneles de madera contrachapada. A menudo se necesitaba un tiempo largo de prensado en caliente tal como un tiempo de prensado en caliente de 30 minutos para fabricar un panel de madera contrachapada de 11/16" de grosor, cuando se utilizaban adhesivos a base de soja que contenían óxido de calcio para fabricar madera contrachapada, lo que hace que tales adhesivos a base de soja sean útiles en la producción moderna de madera contrachapada y otros paneles compuestos de lignocelulósicos donde el tiempo de prensado en caliente tiene que ser muy corto (aproximadamente 6 minutos de tiempo de prensado en caliente para fabricar paneles de madera contrachapada de 11/16"). El presente inventor encontró que la combinación de harina de soja y óxido de calcio se convirtió en agregados gruesos y, de este modo, no se pudo recubrir eficazmente sobre madera para servir como un adhesivo cuando el uso de óxido de calcio estaba por encima del 10%, tal como 11% en base sólida seca.

25 Se ha descubierto sorprendentemente que una combinación de proteína de soja y óxido de magnesio es un adhesivo de madera superior que se puede utilizar en la producción moderna de alta velocidad de paneles de compuestos lignocelulósicos. Los paneles de compuestos lignocelulósicos, tales como paneles de madera contrachapada unidos con un adhesivo de proteína de soja-óxido de magnesio, no sólo pueden pasar la prueba de remojo de tres ciclos requerida para la aplicación en interiores, sino también pasar la prueba de ebullición de dos ciclos requerida para una aplicación exterior.

30 Los ingredientes (por ejemplo, proteína de soja, óxido de magnesio y agua) de la composición adhesiva se pueden mezclar juntos en cualquier orden y a temperatura y presión estándar (esto es, aproximadamente 25°C y aproximadamente 1 atmósfera). Preferiblemente, la proteína de soja y el polvo de óxido de magnesio se mezclan previamente bien antes de mezclar con agua. Una mezcla de polvo de proteína de soja-óxido de magnesio puede ser fácilmente enviada a los clientes, lo que reduce los costos de transporte. La mezcla homogénea de proteína de soja y óxido de magnesio puede ser importante para el rendimiento superior de los adhesivos. En ciertas realizaciones, la mezcla de proteína de soja y óxido de magnesio es suficientemente homogénea para que el contenido de óxido de magnesio no varíe en más del 1% tras la mezcla de la masa. El contenido en sólidos de la mezcla adhesiva final resultante puede ser de 5 a 65% en peso, más particularmente de 25 a 50% en peso. Cada (o una sola) parte del sistema adhesivo podría proporcionarse al usuario final en forma de polvo que es diluido por el usuario final a las proporciones de mezcla apropiadas y contenidos sólidos.

35 En ciertas realizaciones, la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es de 10:1 a 3:1, especialmente de 8:1 a 4:1, o de 6:1 a 3:1, basado en el peso seco.

El valor de pH del adhesivo puede ser superior a 7. Por ejemplo, el pH de la composición adhesiva se puede aumentar hasta 11 mediante la adición de ciertos ingredientes tales como hidróxido de sodio, óxido de calcio y/o un borato. La viscosidad del adhesivo debe ser suficientemente baja para que el adhesivo pueda ser fácilmente recubierto o

pulverizado sobre sustratos lignocelulósicos. El uso del adhesivo depende del tipo de paneles compuestos de madera. Por ejemplo, el uso de adhesivos para madera contrachapada varía de 4 mg/cm<sup>2</sup> a 15 mg/cm en base a sólidos secos, dependiendo de las especies de madera y la rugosidad de las superficies de chapa.

5 En ciertas realizaciones, el óxido de magnesio y la proteína de soja son los ingredientes primarios de la composición en el sentido de que el óxido de magnesio y la proteína de soja juntos constituyen al menos 90 por ciento en peso y especialmente al menos 95 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua. En otras palabras, en ciertas realizaciones, el óxido de magnesio, la proteína de soja y el agua son los únicos tres ingredientes de la composición. En otras realizaciones, la composición adhesiva puede incluir óxido de magnesio, proteína de soja, agua y menos del 50% en peso de otros aditivos, basado en el peso total de la composición adhesiva. Por ejemplo, la  
10 composición adhesiva también puede incluir aditivos y agentes de carga que se encuentran en adhesivos tales como bactericidas, insecticidas, sílice, cera, harina de trigo, harina de corteza de árbol, harina de cáscara de nuez, borato, agente antiespumante, modificador de viscosidad (por ejemplo, metabisulfito de sodio) y similares. En ciertas realizaciones, la composición adhesiva puede incluir 0.5 por ciento en peso, o menos, de al menos un aditivo seleccionado entre un borato, óxido de calcio e hidróxido de sodio, basado en el peso seco. En realizaciones  
15 particulares, la composición adhesiva puede incluir 0.5 por ciento en peso seco, o menos, de un borato y óxido de calcio, basado en el peso combinado del borato y óxido de calcio.

En ciertas realizaciones, el óxido de magnesio y la proteína de soja son los únicos componentes adhesivos activos en la composición. Como se utiliza en este documento, "adhesivo activo" significa que el componente contribuye directamente a la unión adhesiva del sustrato.

20 El óxido de magnesio se puede proporcionar en forma de un producto de óxido de magnesio que incluye otros componentes además del óxido de magnesio. El contenido en peso de MgO en los productos de óxido de magnesio debe ser superior al 50%, más particularmente superior al 90%, incluso más particularmente más del 98%. Los productos de óxido de magnesio pueden contener hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio, óxido de calcio, carbonato de calcio, óxido de sílice, silicato de sodio y otros minerales. El tamaño de partícula de los productos de óxido  
25 de magnesio puede ser importante para el rendimiento superior de los adhesivos de proteína de soja-óxido de magnesio. Por ejemplo, el tamaño medio de partícula puede ser menor que malla 20, más particularmente menor que malla 100, e incluso más particularmente menor que malla 300.

De acuerdo con un enfoque, el componente de proteína de soja, el componente de óxido de magnesio, agua, y aditivos/agentes de carga se mezclan juntos un tiempo corto antes de su uso. La composición puede tener un tiempo  
30 abierto de hasta aproximadamente un día, más particularmente de hasta aproximadamente 5 días. Como se usa en este documento, "tiempo abierto" indica el tiempo desde la mezcla de las dos partes hasta el momento en que la composición mixta se cura hasta un punto en donde ya no es viable. En otro enfoque, todos los ingredientes de la composición adhesiva excepto el agua se mezclan previamente en un sistema de una parte que se suministra entonces a un usuario final. En el sistema de una parte, la composición adhesiva se puede mezclar con agua y luego se aplica a  
35 un sustrato.

Las composiciones adhesivas son termoendurecibles. En otras palabras, el calentamiento de la mezcla adhesiva forma enlaces covalentes entre las moléculas individuales de la composición adhesiva y enlaces covalentes y/o de hidrógeno entre moléculas de la mezcla adhesiva y las partículas lignocelulósicas. Dicho endurecimiento se produce por lo general durante la etapa de prensado en caliente de la formación de compuesto. De este modo, la temperatura de curado de la  
40 composición adhesiva se adapta de modo que coincida con las temperaturas de calentamiento utilizadas en la formación de compuesto. Tales temperaturas de curado pueden oscilar, por ejemplo, desde aproximadamente 80 a aproximadamente 220°C, más particularmente desde aproximadamente 100 a aproximadamente 160°C. La mezcla adhesiva por lo general no se calienta hasta después de haber sido aplicada a los sustratos lignocelulósicos.

45 Los compuestos lignocelulósicos que se pueden producir con los adhesivos descritos en este documento incluyen madera aglomerada, madera contrachapada, tableros de virutas orientadas (OSB), tableros de oblea, tableros de fibra (incluyendo tableros de fibra de densidad media y densidad alta), madera de troncos paralelos (PSL), madera en hebras laminada (LSL), madera de chapas laminada (LVL), y productos similares. En general, estos compuestos se fabrican mezclando primero materiales lignocelulósicos triturados con un adhesivo que sirve como aglutinante para adherir los materiales lignocelulósicos triturados en una masa densificada unitaria. Ejemplos de materiales lignocelulósicos  
50 apropiados incluyen madera, paja (incluyendo arroz, trigo y cebada), lino, cáñamo y bagazo. Los materiales lignocelulósicos triturados se pueden procesar en cualquier forma y tamaño de sustrato apropiados tales como astillas, escamas, fibras, hilos, obleas, recortes, virutas, aserrín, paja, tallos, recortes y mezclas de los mismos.

En ciertas realizaciones, el contenido de humedad de los sustratos lignocelulósicos puede variar desde 2 a 10%, 3 a 9%, 4 a 8%, o 6 a 8%. Para los sustratos lignocelulósicos con bajo contenido de humedad (por ejemplo, menos del 5% o menos del 3%), el pH de la composición adhesiva puede ser mayor (por ejemplo, 8 a 11, o 10 a 11).  
55

Los materiales lignocelulósicos se mezclan junto con la composición adhesiva que actúa como un aglutinante, y se forman en una configuración deseada para proporcionar un ensamblaje preunido. El ensamblaje preunido entonces se somete a calor y a presión elevada para proporcionar el producto compuesto lignocelulósico. Por ejemplo, el ensamblaje

preensablado puede ser sometido a temperaturas de aproximadamente 120 a 225°C en presencia de cantidades variables de vapor, generadas por liberación de humedad arrastrada de los materiales lignocelulósicos.

5 La cantidad de adhesivo mezclado con las partículas lignocelulósicas puede variar dependiendo, por ejemplo, del tipo de compuesto deseado, del tipo y cantidad de material lignocelulósico y de la composición adhesiva específica. En general, se puede mezclar de aproximadamente 1 a aproximadamente 15, más particularmente aproximadamente 3 a aproximadamente 10, por ciento en peso de adhesivo con el material lignocelulósico, basado en el peso total combinado de material adhesivo y lignocelulósico. La composición adhesiva mezclada se puede añadir a las partículas lignocelulósicas trituradas por pulverización o técnicas similares mientras que las partículas lignocelulósicas se vuelcan o se agitan en un mezclador o mezclador similar. Por ejemplo, una corriente de las partículas lignocelulósicas trituradas se puede intermezclar con una corriente de la composición adhesiva mezclada y después someterse a agitación mecánica.

15 En ciertas realizaciones, una composición de compuesto lignocelulósico se puede fabricar mezclando proteína de soja, óxido de magnesio y materiales lignocelulósicos triturados. Los componentes se pueden mezclar en cualquier orden. Por ejemplo, la proteína de soja y el óxido de magnesio se pueden mezclar previamente antes de mezclarse con los materiales lignocelulósicos triturados. Alternativamente, la proteína de soja y los materiales lignocelulósicos triturados se pueden mezclar previamente, u óxido de magnesio y los materiales lignocelulósicos triturados se pueden mezclar previamente.

20 Las composiciones adhesivas también se pueden usar para producir compuestos lignocelulósicos estratificados. La proteína de soja y el óxido de magnesio se pueden aplicar a al menos un sustrato lignocelulósico, que se une a continuación a al menos un otro sustrato lignocelulósico. La proteína de soja, el óxido de magnesio y el agua se pueden mezclar entre sí y luego aplicarse al compuesto lignocelulósico. Por ejemplo, las composiciones adhesivas se pueden usar para producir madera contrachapada o madera de chapas laminada (LVL). La composición adhesiva se puede aplicar sobre superficies de chapa por recubrimiento por rodillo, recubrimiento con cuchilla, recubrimiento por cortina o por pulverización. Una pluralidad de chapas se deposita entonces para formar láminas de espesor requerido. Las esteras o láminas se colocan entonces en una prensa calentada (por ejemplo, una platina) y se comprimen para efectuar la consolidación y el curado de los materiales en un tablero. El tablero de fibra se puede hacer por el método de prensado en húmedo/fieltro en húmedo, el método de prensado seco/en fieltro seco, o el método de fieltro en húmedo/prensado en seco.

30 Los adhesivos descritos en la presente invención proporcionan una fuerte unión entre los sustratos lignocelulósicos. Los adhesivos también proporcionan compuestos estructurales con alta resistencia mecánica. Además, los productos de proteína de soja, óxido de magnesio y las composiciones adhesivas están sustancialmente libres de formaldehído (incluyendo cualquier compuesto que pueda degenerar para formar formaldehído). Por ejemplo, el producto de proteína de soja y las composiciones adhesivas no contienen formaldehído (y compuestos que generan formaldehído).

35 Los ejemplos específicos que se describen a continuación son con fines ilustrativos y no deben considerarse limitativos del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

#### Ejemplo 1

##### Materiales

40 La harina de soja (SF) (contenido de humedad del 7%) fue proporcionada por Cargill Incorporated (Minneapolis, MN). El óxido de magnesio (MgO al 98% y malla 320) se adquirió de Contechem (Portland, OR). Se adquirieron óxido de magnesio (MgO al 98% y malla 200), hidróxido de magnesio, hidróxido de carbonato de magnesio pentahidratado ((MgCO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>-Mg(OH)<sub>5</sub>-5H<sub>2</sub>O) y óxido de calcio de Sigma-Aldrich (Milwaukee, WI). Las chapas de abeto amarillo, arce, abeto blanco y pino fueron un regalo de Columbia Forest Products (Portland, OR).

#### Ejemplo 2

Preparación de adhesivos de SF-MgO con la adición de SF a una mezcla de óxido de magnesio y agua

45 El siguiente es un procedimiento representativo para la preparación de adhesivos de SF-MgO con adición de SF a una mezcla de MgO y agua. Se mezclaron MgO (84.7 g) y agua (1656 mL) en un mezclador KitchenAid durante cinco minutos. Se añadieron SF (920 g, peso húmedo, 847 g de peso seco) a la mezcla y se mezcló adicionalmente durante 10 min. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

#### Ejemplo 3

50 Preparación de adhesivos de SF-MgO con la mezcla de SF y MgO antes de mezclar con agua

El siguiente es un procedimiento representativo para la preparación de adhesivos de SF-MgO con la mezcla de SF y MgO antes de mezclar con agua. Se mezclaron MgO (84.7 g) de SF (920 g, peso húmedo, 847 g de peso seco) en una bolsa de plástico. La mezcla resultante se añadió a agua (1656 mL) en un mezclador KitchenAid mientras se agitaba y se mezclaron durante 10 min. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

Ejemplo 4

Preparación de adhesivos de SF-Mg(OH)<sub>2</sub>

5 Los adhesivos de SF-Mg(OH)<sub>2</sub> se prepararon siguiendo los procedimientos de los ejemplos 2 y 3 excepto que MgO fue reemplazado por Mg(OH)<sub>2</sub> y la relación en peso seco entre harina de soja y Mg(OH)<sub>2</sub> fue 8:1. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

Ejemplo 5

Preparación de adhesivos de SF-MgCO<sub>3</sub>-Mg(OH)<sub>2</sub>

10 Los adhesivos SF-MgCO<sub>3</sub>-Mg(OH)<sub>2</sub> se prepararon siguiendo los procedimientos de los ejemplos 2 y 3 excepto que MgO se reemplazó por hidróxido de carbonato de magnesio pentahidratado y la relación en peso seco entre harina de soja y SF-MgCO<sub>3</sub>-Mg(OH)<sub>2</sub> fue 8:1. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

Ejemplo 6

Preparación de adhesivos de SF-CaO

15 Los adhesivos de SF-CaO se prepararon siguiendo los procedimientos de los ejemplos 2 y 3 excepto que MgO fue reemplazado por CaO y la relación en peso seco entre harina de soja y CaO fue 8:1. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

Ejemplo 7

Preparación de adhesivos de SF-MgSO<sub>4</sub>

20 Los adhesivos de SF-MgSO<sub>4</sub> se prepararon siguiendo el procedimiento del ejemplo 3, excepto que MgO fue reemplazado por MgSO<sub>4</sub> y la relación en peso seco entre harina de soja y MgSO<sub>4</sub> fue 8:1. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

Ejemplo comparativo 8

Preparación de adhesivos de SF-TiO<sub>2</sub>

25 Los adhesivos SF-TiO<sub>2</sub> se prepararon siguiendo los procedimientos del ejemplo 3, excepto que MgO fue reemplazado por TiO<sub>2</sub> y la relación en peso seco entre harina de soja y TiO<sub>2</sub> fue de 8:1. El contenido de sólidos totales del adhesivo resultante fue 36%.

Ejemplo 9

Preparación de madera contrachapada

30 Uno de los adhesivos a base de soja, tal como el adhesivo de SF-MgO, se aplicó a dos caras de una chapa de abeto blanco o de álamo amarillo (2 pies 32 pies, contenido de humedad 12%) mediante un recubridor de rodillos con una velocidad de dispersión de adhesivo de aproximadamente 8 mg/cm<sup>2</sup>. Para la fabricación de madera contrachapada de 7 capas, se colocaron tres chapas de abeto blanco revestidas con adhesivo entre dos chapas no revestidas en la siguiente disposición: arce/abeto blanco/pino/abeto blanco/pino/abeto blanco/arce con las direcciones de grano de dos chapas adyacentes perpendiculares entre sí. Para la fabricación de madera contrachapada de 5 capas, se colocaron dos chapas de álamo amarillo recubiertas con adhesivo entre dos chapas de álamo amarillo sin recubrimiento en la siguiente disposición: álamo amarillo/álamo amarillo/álamo amarillo/álamo amarillo/álamo amarillo con las direcciones de grano de dos chapas adyacentes perpendiculares entre sí. Las chapas de 7 capas apiladas y las chapas de 5 capas se pusieron sobre una mesa durante 5 minutos, se prensaron en frío a 100 psi durante 5 minutos, se pusieron de nuevo en una mesa durante 5 minutos y se prensaron en caliente a 150 psi a 120°C durante 6.5 minutos. Después de la prensa en caliente, los paneles se almacenaron en el entorno ambiente durante al menos 24 horas antes de que se evaluará su resistencia al corte y resistencia al agua.

Ejemplo 10

Prueba de remojo de tres ciclos

45 La resistencia al agua de los paneles de madera contrachapada se determinó con una prueba de remojo de tres ciclos de acuerdo con American National Standard for Hardwood and Decorative Plywood; Hardwood Plywood & Veneer Association; 2004 (ANSI/HPVA HP-1). La prueba de remojo de tres ciclos es el estándar comúnmente aceptado para evaluar la resistencia al agua de madera contrachapado interior (la madera contrachapada de tipo II). El siguiente es un procedimiento de prueba detallado definido por la norma. Veinte muestras de madera contrachapada (2 pulgadas x 5 pulgadas) cortadas de cada panel de madera contrachapada se remojaron en agua a 24±3°C durante 4 horas, y luego se secaron a 49°C a 52°C durante 19 horas. Todas las muestras fueron inspeccionadas para ver si fueron delaminados.

Este ciclo de remojo/secado se repitió hasta que se completaron tres ciclos. De acuerdo con la norma, un panel de madera contrachapada cumple con los requisitos de resistencia al agua para aplicaciones en interiores si el 95% de las muestras, esto es, 19 de las 20 muestras no se delaminan después del primer ciclo de remojo/secado y 85% de las muestras, esto es, 17 de las 20 muestras no se delaminan después del tercer ciclo de remojo/secado. La HP-1 de ANSI/HPVA proporciona específicamente la siguiente definición de delaminación: cualquier abertura continua entre dos capas tiene que ser más larga que dos pulgadas y más profunda que 0.25 pulgadas y más ancha que 0.003 pulgadas.

Ejemplo 11

Prueba de ebullición de dos ciclos

La prueba de ebullición de dos ciclos se realizó de acuerdo con el American National Standard for Hardwood and Decorative Plywood; Hardwood Plywood & Veneer Association; 2004 (ANSI/HPVA HP-1). La prueba de ebullición de dos ciclos es uno de los métodos comúnmente aceptados para evaluar la resistencia al agua del contrachapado exterior (el contrachapado de tipo I). El siguiente es un procedimiento de prueba detallado definido por la norma. Cuatro muestras de 76 mm por 76 mm de cada panel se sumergirán en agua hirviendo durante 4 horas y luego se secarán a una temperatura de  $63\pm 3^{\circ}\text{C}$ , durante 20 horas con suficiente circulación de aire para reducir el contenido de humedad de las muestras hasta un máximo de 12 por ciento del peso seco en estufa. Deberán hervirse nuevamente durante horas, secarse durante tres horas a una temperatura de  $63\pm 3^{\circ}\text{C}$ , y luego examinarse para determinar su delaminación. Cualquier delaminación observada superior a 25.4 mm de longitud continua constituye un fallo de las muestras. Dentro de cualquier lote dado de muestras de prueba, el 90% de las muestras individuales deben pasar.

Resumen de los resultados

En la relación en peso de SF/MgO de 10:1, tanto los paneles de 5 capas como los de 7 capas unidas con el adhesivo SF-MgO preparado a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 2 no pasaron la prueba de remojo de tres ciclos (Tabla 1). Sin embargo, a la misma relación en peso de 10/1 SF/MgO, sin muestras de paneles de 5 capas y 7 capas unidas con el adhesivo SF-MgO preparado del procedimiento mostrado en el Ejemplo 3 delaminado, esto es, tanto los paneles de 5 capas como de 7 capas pasaron la prueba de remojo de tres ciclos (Tabla 1). Tanto los paneles de 5 capas como los de 7 capas pasaron cada uno un panel pasando la prueba de ebullición de dos ciclos, esto es, ninguna muestra se delaminó después de la prueba de ebullición de dos ciclos. En la relación en peso de SF/MgO 8/1, los paneles de 5 capas o 7 capas unidos con adhesivos de SF-MgO preparados a partir de los procedimientos mostrados en ya sea el Ejemplo 2 o en el Ejemplo 3 no tenían ninguna muestra delaminada después de la prueba de remojo de tres ciclos, esto es, tanto los paneles de 5 capas como los de 7 capas pasaron la prueba de remojo de tres ciclos. Los paneles de 5 capas y 7 capas unidos con adhesivos de SF-MgO preparados a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 3, todos pasaron la prueba de ebullición de dos ciclos, mientras que los paneles de 5 capas y 7 capas unidos con adhesivos de SF-MgO preparados a partir del procedimiento que se muestra en el Ejemplo 2 solo cada uno tenía un panel fallado en la prueba de ebullición de dos ciclos. Todos estos resultados indicaron que el procedimiento de preparación mostrado en el Ejemplo 3 era superior al que se muestra en el Ejemplo 2. A una relación en peso de SF/MgO 6/1 o 4/1, todos los paneles de 5 capas y 7 capas pasaron tanto la prueba de remojo de ciclo como la prueba de ebullición de dos ciclos.

A la relación en peso de SF/Mg(OH)<sub>2</sub> de 8:1, tanto los paneles de 5 capas como los de 7 capas unidos con el adhesivo SF-Mg(OH)<sub>2</sub> preparado a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 4 no pasaron la prueba de remojo de tres ciclos. Todas las muestras se delaminaron completamente después del primer ciclo de remojo. En la relación en peso de SF/MgCO<sub>3</sub>-Mg(OH)<sub>2</sub> de 8:1, tanto los paneles de 5 capas como los de 7 capas unidos con el adhesivo SF/MgCO<sub>3</sub>-Mg(OH)<sub>2</sub> preparado a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 5 no pasó la prueba de remojo de tres ciclos. Todas las muestras se delaminaron completamente después del primer ciclo de remojo. Con la relación en peso de SF/CaO de 8:1, el adhesivo SF/CaO preparado a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 6 se convirtió en materiales muy grandes y no se pudieron recubrir sobre chapa, incluso a mano. En la relación en peso de SF/MgSO<sub>4</sub> de 8:1, tanto los paneles de 5 capas como de 7 capas unidos con el adhesivo SF/MgSO<sub>4</sub> preparado a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 7 no pasaron la prueba de remojo de tres ciclos. Todas las muestras se delaminaron completamente después del primer ciclo de remojo. En la relación en peso de SF/TiO<sub>2</sub> de 8:1, tanto los paneles de 5 capas como los de 7 capas unidos con el adhesivo SF-TiO<sub>2</sub> preparado a partir del procedimiento mostrado en el Ejemplo 8 no pasaron la prueba de remojo de tres ciclos. Todas las muestras se delaminaron completamente después del primer ciclo de remojo.

Tabla 1. Efectos de los procedimientos de preparación y la relación en peso de SF/MgO sobre la resistencia al agua de los paneles de madera contrachapada unidos con adhesivos de SF-MgO.

Procedimiento de preparación	Relación de peso de SF/MgO	Número del panel	Número de muestras fallidas/número total de muestras en prueba de remojo de tres ciclos		Número de muestras fallidas/número total de muestras en prueba de ebullición de dos ciclos	
			1 <sup>er</sup> ciclo	3 <sup>er</sup> ciclo	1 <sup>er</sup> ciclo	2 <sup>do</sup> ciclo

ES 2 618 910 T3

Ejemplo 2	10/1	5-capas*	1	1/20	5/20	1/4	1/4
			2	2/20	7/20	4/4	-
		7-capas**	1	3/20	7/20	1/4	3/4
			2	9/20	17/20	4/4	-
Ejemplo 3	10/1	5-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	1/4	4/4
		7-capas	1	0/20	0/20	0/4	1/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
Ejemplo 2	8/1	5-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	1/20	4/4	4/4
		7-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	1/4
Ejemplo 3	8/1	5-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
		7-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
Ejemplo 3	6/1	5-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
		7-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
Ejemplo 3	4/1	5-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
		7-capas	1	0/20	0/20	0/4	0/4
			2	0/20	0/20	0/4	0/4
*5-capas= álamo amarillo/álamo amarillo/álamo amarillo/álamo amarillo/álamo amarillo							
**7-capas= arce/abeto blanco/pino/abeto blanco/pino/abeto blanco/arce							

A la vista de las muchas realizaciones posibles a las que se pueden aplicar los principios de la invención descrita, se debe reconocer que las divulgaciones ilustradas son sólo ejemplos preferidos de la invención y no deben tomarse como limitativas del alcance de la invención.

Reivindicaciones

1. Una composición adhesiva acuosa que comprende:
  - (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio; o

5 un producto de reacción de (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio;

en donde los componentes (a) y (b) son los únicos componentes activos adhesivos en la composición y juntos constituyen al menos 75 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua, y la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es de 10:1 a 1:5, basada en el peso seco.
- 10 2. La composición de la reivindicación 1, en donde la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es de 10:1 a 3:1 opcionalmente de 8:1 a 4:1.
3. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la composición está libre de formaldehído.
4. La composición de la reivindicación 1, en donde el óxido de magnesio, la proteína de soja y el agua son los únicos ingredientes de la composición.
- 15 5. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende además un modificador de la viscosidad.
6. La composición de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende además harina de trigo.
7. Un compuesto lignocelulósico que comprende al menos un primer sustrato lignocelulósico adherido a al menos un segundo sustrato lignocelulósico a través de una composición adhesiva, en donde la composición adhesiva comprende un producto de reacción de (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) son los
 

20 únicos componentes activos adhesivos en la composición y juntos constituyen al menos 75 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua, y la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es 100:1 a 1:5, basado en el peso seco.
8. Un método para fabricar un compuesto lignocelulósico que comprende:
 

25 poner en contacto al menos un sustrato lignocelulósico con una composición adhesiva que comprende (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) son los únicos componentes adhesivos activos en la composición y juntos constituyen al menos 75 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua, y la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es de 100:1 a 1:5, basada en el peso seco; y

unir el sustrato lignocelulósico en contacto con el adhesivo con al menos un otro sustrato lignocelulósico.
- 30 9. El método de la reivindicación 8, en donde la unión comprende aplicar calor y presión a un ensamblaje del sustrato lignocelulósico en contacto con el adhesivo y el otro sustrato lignocelulósico.
10. El método de la reivindicación 8 o 9, en donde la composición adhesiva comprende un sistema de dos partes que incluye una primera parte que comprende la proteína de soja y el óxido de magnesio y una segunda parte que comprende agua, y el método comprende además mezclar la primera y la segunda parte conjuntamente no más de
 

35 aproximadamente 48 horas antes de poner en contacto la composición adhesiva con el sustrato lignocelulósico.
11. El método de la reivindicación 8 o 9, en donde los sustratos lignocelulósicos comprenden un sustrato de chapa de madera y el método comprende:
 

aplicar la composición adhesiva a al menos una superficie del sustrato de chapa de madera; formando un ensamblaje de los sustratos de chapa de madera aplicados con adhesivo; y

40 aplicar calor y presión al ensamblaje.
12. El método de la reivindicación 10, en donde la primera parte comprende una mezcla en polvo que incluye polvo de proteína de soja y polvo de óxido de magnesio.
13. Un método para fabricar un compuesto lignocelulósico que comprende:
 

45 poner en contacto materiales lignocelulósicos triturados con una composición adhesiva que comprende (a) proteína de soja y (b) óxido de magnesio o una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio, en donde los componentes (a) y (b) juntos constituyen al menos 75 por ciento en peso de la composición, excluyendo el peso del agua, y la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es de 100:1 a 1:5, basada en el peso seco; y

unir los materiales lignocelulósicos triturados en contacto con el adhesivo con otros materiales lignocelulósicos triturados.

14. El método de la reivindicación 8, 9 o 13, en donde los sustratos lignocelulósicos comprenden partículas lignocelulósicas trituradas y el método comprende:

- 5 mezclar aproximadamente 1 a aproximadamente 12 por ciento en peso de la composición adhesiva con una mezcla de las partículas lignocelulósicas trituradas, estando el por ciento en peso basado en el peso combinado de la composición adhesiva y las partículas lignocelulósicas trituradas;

formar la mezcla de partículas adhesivas/lignocelulósicas en una configuración predeterminada; y

aplicar calor y presión a la mezcla formada.

- 10 15. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 14, en donde el óxido de magnesio tiene un tamaño medio de partícula de menos de malla 20.

16. El compuesto o método de una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 15, en donde la relación en peso de la mezcla de la proteína de soja con el óxido de magnesio es de 10:1 a 1:5, opcionalmente de 8:1 a 4:1.