

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 470**

51 Int. Cl.:

C08G 12/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.04.2014 E 14164347 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.02.2017 EP 2930195**

54 Título: **Composición de aglutinante para placas que contienen fibras y un procedimiento para su preparación**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.06.2017

73 Titular/es:

**SWISS KRONO TEC AG (100.0%)
Museggstrasse 14
6004 Luzern, CH**

72 Inventor/es:

**DR. KALWA, NORBERT y
PFEIFFER, SABRINA**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 620 470 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

Composición de aglutinante para placas que contienen fibras y un procedimiento para su preparación

5 La presente invención se refiere a una composición de aglutinante novedosa de acuerdo con la reivindicación 1, al uso de la composición de aglutinante de acuerdo con la reivindicación 11 y a un procedimiento para la producción de la composición de aglutinante de acuerdo con la reivindicación 12.

10 Las materias derivadas de la madera (HWS), tales como por ejemplo placas de material derivado de la madera, se producen desde hace décadas con aglutinantes a base de duroplásticos como aglutinante. Los aglutinantes duroplásticos que se usan, a este respecto, con más frecuencia se basan en resinas de formaldehído, tales como, por ejemplo, resinas de urea-formaldehído, resinas de melamina-urea-formaldehído y resinas de fenol-formaldehído.

15 Las resinas que contienen formaldehído se producen mediante una combinación de reacciones de adición y condensación de formaldehído con los otros componentes (urea, melamina, fenol). Las colas formadas por las reacciones de polimerización mencionadas contienen por regla general mezclas de monómeros, oligómeros y polímeros.

20 Las resinas o colas que contienen formaldehído mencionadas se mezclan en la producción de materias derivadas de la madera con partículas de madera o fibras de madera y se endurecen en prensas a palatina o continuas (prensas Conti) bajo presión y temperatura. Debido a las condiciones que predominan durante el procedimiento de prensado, tales como temperatura elevada, valor pH, humedad y similares, no obstante, puede producirse una disociación de las resinas usadas en sus compuestos de origen correspondientes. Esto se aplica sobre todo para colas o resinas que contienen formaldehído a base de urea y urea-melamina. De manera correspondiente, en el caso de la
25 rediseñación mencionada de las resinas se produce la liberación de formaldehído, que, no obstante, se considera cancerígena.

30 Por este motivo es deseable usar adhesivos o aglutinantes libres de formaldehído en la producción de materias derivadas de la madera. Las alternativas posibles a las resinas que contienen formaldehído se basan en isocianatos, tales como, por ejemplo, difenilmetano diisocianato polimérico (PMDI) o adhesivos basados en proteína. Estos aglutinantes alternativos presentan, no obstante, la desventaja de la disponibilidad limitada y precios elevados.

35 Un enfoque alternativo para la facilitación de aglutinantes libres de formaldehído se describe en el documento WO 2011/138 458 y el documento WO 2014/027 115. En este caso se plantea un aglutinante, que se produce mediante la reacción de hidratos de carbono con poliaminas. Como hidratos de carbono se usan en particular monosacáridos tales como glucosa, fructosa y otros, que se forman mediante la transformación con una poliamina primaria. El polímero de azúcar-amina así formado puede usarse como adhesivo. No obstante, los condensados así producidos son solo parcialmente solubles en agua, por lo que pueden usarse solo difícilmente para la producción de placas de materia derivada de la madera, ya que aproximadamente todos los aglutinantes conocidos poseen una solubilidad
40 en agua relativamente buena. Una desventaja adicional de los polímeros azúcar-amina libres de formaldehído descritos es su capacidad relativamente reducida para la reticulación, por lo que se consiguen solo de manera insuficiente propiedades aglutinantes elevadas.

45 De manera correspondiente, actualmente no es posible prescindir por completo de aglutinantes que contienen formaldehído debido a la disponibilidad insuficiente de colas o resinas alternativas. Un problema adicional surge cuando los aglutinantes alternativos conocidos hasta ahora no pueden usarse para todas las tecnologías de instalaciones en la producción de materias derivadas de la madera, en particular placas de materia derivada de la madera. En el tratamiento de aglutinantes PMDI tiene que aplicarse, por ejemplo, mediante tecnología de instalaciones costosa en las prensas continuas un agente separador adecuado sobre las bandas de acero, las
50 cuales se encuentran en el lado superior e inferior de la prensa.

Debido a los problemas mencionados de aglutinantes alternativos adecuados para placas que contienen fibras se realizan, por tanto, grandes esfuerzos que mejoran los aglutinantes o adhesivos que contienen formaldehído usados en la actualidad.

55 Un enfoque posible consiste, por ejemplo, en la reducción de la proporción de formaldehído en el adhesivo. Esto puede efectuarse, por ejemplo, mediante la reducción de la relación molar entre formaldehído y urea o urea-melamina, ya que la altura de la emisión del formaldehído se influye de manera considerable por esta relación molar. Por este motivo se guió la relación entre formaldehído y urea o urea-melamina cada vez más en dirección a una
60 relación equimolar (es decir, una relación molar de 1 : 1). A este respecto es desventajoso, no obstante, que la reactividad de los aglutinantes o adhesivos se reduzca, de modo que la proporción de aglutinante en las materias derivadas de la madera tenga que aumentarse para conseguir una resistencia de placa necesaria. De manera correspondiente, la desventaja de este enfoque consiste en que las colas o aglutinantes serán más lentos y la cantidad del encolado tenga que aumentarse, lo que a su vez está unido a costes elevados.

65

Una posibilidad adicional de reducir el contenido de formaldehído en los aglutinantes consiste, por un lado, en la adición de eliminadores de formaldehído, que provocan, no obstante, costes adicionales y pueden influir de manera desventajosa en las propiedades del producto. Estos eliminadores de formaldehído son normalmente compuestos que pueden reaccionar con formaldehído y, por tanto, forman una parte del formaldehído liberado durante el procedimiento de tratamiento, en particular durante el procedimiento de prensado, en la placa. Los eliminadores de formaldehído conocidos son, por ejemplo, urea o bisulfito. Una desventaja del uso de eliminadores de formaldehído consiste, no obstante, en que gracias a su adición se reduce parcialmente la reactividad de la cola o el aglutinante, o en que mediante los eliminadores de formaldehído usados llegan sustancias a las placas de materia derivada de la madera, que en el uso de las placas o su retirada deben considerarse críticas. Así se sabe, por ejemplo, que las placas de materia derivada de la madera que contienen una cantidad de sal elevada poseen a menudo una humedad de compensación mayor y, con ello, en caso de cambios climáticos están sometidas a mayores cambios de dimensión. De manera correspondiente, las desventajas del uso de eliminadores de formaldehído pueden resumirse como sigue: los eliminadores de formaldehído adicionales provocan mayores costes, la adición de eliminadores de formaldehído requiere una adaptación de la tecnología de tratamiento, cambios de dimensión elevados de las placas de materia derivada de la madera producidas con eliminadores de formaldehído.

De manera correspondiente, la demanda de adhesivos que presentan una pequeña emisión de formaldehído es alta, aunque al mismo tiempo pueden instalarse de manera sencilla en las instalaciones de elaboración y tecnologías de elaboración existentes sin actuar de manera desventajosa sobre placas de materia derivada de la madera producidas con el aglutinante.

Así se desarrollaron enfoques alternativos adicionales para el sistema de aglutinante.

El documento DE 3 943 488 describe el uso de mezclas de reacción binarias a partir de urea y mono- y disacáridos sólidos, usándose el azúcar respectivamente de manera escasa y urea como amida en exceso. Los carbamatos formados en esta reacción pueden realizar una reacción con formaldehído y correspondientemente actuar como eliminadores de formaldehído.

El documento US 4.339.361 describe una resina de fenol-formaldehído como aglutinante, que se produce a partir de fenol, formaldehído, una amida y un azúcar. Las etapas de procedimiento tienden a que en primer lugar se configure una resina de fenol-formaldehído, a la cual se añaden azúcar y amida.

El documento GB 2 191 207 A se refiere a un sustitutivo para resinas de amina-fenol, que puede componerse de una solución acuosa a partir de un aldehído con una amida y un azúcar o derivado del azúcar.

Por el documento US 1.949.831 se conoce una transformación de un azúcar con un aldehído y la posterior adición de urea.

No obstante, existe igual que antes una demanda muy grande de adhesivos, que se optimizan por lo que respecta a la emisión de formaldehído. La presente invención tiene, por tanto, el objetivo técnico de facilitar un adhesivo o una composición de aglutinante que presente una escasa emisión de formaldehído y que, además, tanto pueda tratarse de manera habitual como conduzca a parámetros de producto tecnológicos comparativamente buenos.

El objetivo planteado se logra mediante una composición de aglutinante con las características de la reivindicación 1 así como mediante un procedimiento para la producción de la composición de aglutinante de acuerdo con la reivindicación 12.

De manera correspondiente se facilita de acuerdo con la presente invención una composición de aglutinante, en particular para placas que contienen fibras, que pueda producirse en un procedimiento de varios pasos. El procedimiento de varios pasos para la producción de la composición de aglutinante de acuerdo con la invención comprende, a este respecto, las siguientes etapas:

a) reacción de al menos un mono- y/o disacárido con al menos una amida de fórmula general $R^1\text{-CONH}_2$,

- siendo R^1 alcoxi, carboxi, amino sustituido y no sustituido, ariloxi, aciloxi, alquilcarbonilo, alquilo sustituido y no sustituido, arilo sustituido y no sustituido, alquenilo sustituido y no sustituido, alquinilo sustituido y no sustituido, cicloalquilo sustituido y no sustituido, cicloalquenilo sustituido y no sustituido, que pueden estar interrumpidos por -O- o -NH-, siendo la relación en peso del al menos un mono- o disacárido y la al menos una amida de 3:1 a 1:1; y

b) adición de al menos un aldehído o al menos un equivalente de aldehído a la mezcla de la etapa a).

En la primera etapa de reacción a) se produce mediante la reacción de un mono- y/o disacárido con la al menos una amida la configuración de un precondensado o producto de partida, que es soluble en agua y presenta un contenido de agua del 20 al 60 % en peso de agua, preferentemente del 30 al 50 % en peso de agua. Este producto de partida o precondensado presenta una alta estabilidad de almacenamiento y puede almacenarse sin peligro debido a los

componentes de reacción usados (azúcar y por ejemplo urea como amida).

El precondensado formado en la etapa de procedimiento a) es muy fluido y presenta por tanto una escasa viscosidad. La baja viscosidad o fluidez como un equivalente o magnitud para la viscosidad puede determinarse mediante la duración de descarga de una copa consistométrica según la norma DIN 53 211 (boquilla 4 mm, 20 °C). La duración de descarga para el precondensado formado en la etapa a) asciende en el presente documento a entre 10 y 20 s, preferentemente entre 12 y 18 s, de manera particularmente preferente entre 14 y 16 s.

En una forma de realización de la presente composición de aglutinante se usan mono- y/o disacáridos reductores. Por mono- o disacáridos reductores se entienden en el sentido de la presente solicitud aquellos sacáridos que disponen de al menos un grupo aldehído en el estado lineal. Los sacáridos no reductores, en cambio, no disponen de grupos aldehído libres. Un ejemplo para un disacárido no reductor es la sacarosa, en la que los dos monosacáridos glucosa y fructosa en condiciones neutrales y básicas están presentes unidos entre sí a través de un enlace glicosídico α, β -1,2- en forma de acetal. No obstante, en condiciones ácidas es posible una disociación de la sacarosa en los monosacáridos reductores glucosa y fructosa.

En una forma de realización preferente de la presente composición de aglutinante se usan como monosacáridos pentosas y hexosas. Las pentosas y hexosas están seleccionadas, a este respecto, en particular, del grupo que contiene arabinosa, ribosa, xilosa, glucosa (dextrosa), manosa, galactosa y fructosa. Los sacáridos mencionados pueden usarse tanto en su forma D como en su forma L.

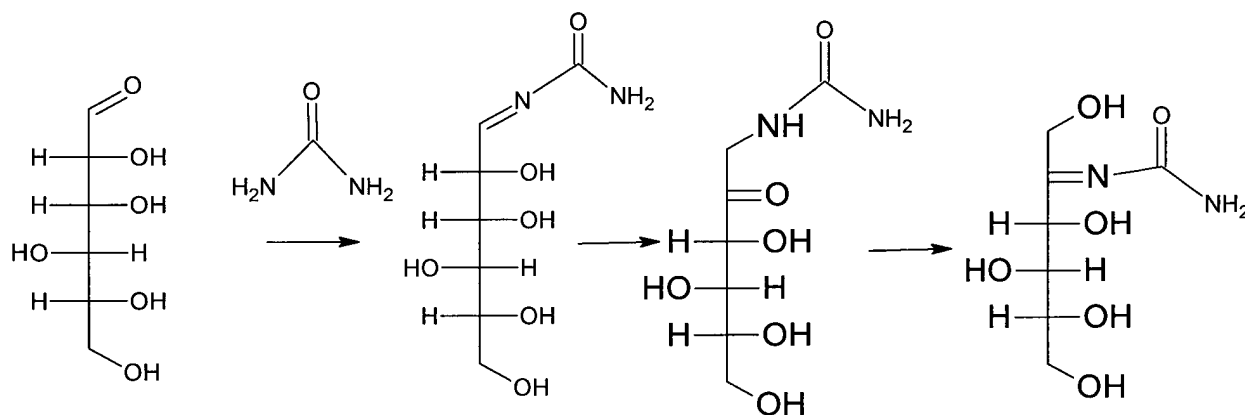
En una variante adicional de la presente composición de aglutinante, el resto R^1 de la al menos una amida usada está seleccionado del grupo que contiene alcoxi, acriloxi, aciloxi, amino sustituido y no sustituido.

El resto R^1 está seleccionado de manera ventajosa de un grupo que contiene amino no sustituido, carbamoilo sustituido $-NHCO-R^2$, pudiendo ser R^2 H, alquilo, alquenilo o un grupo amino sustituido o no sustituido, C_{1-6} -alcoxi, en particular metoxi, etoxi, n-propoxi y butoxi, C_{6-10} -ariloxi, en particular fenoxi, C_{2-7} -aciloxi, en particular acetoxi o propionoxi. Son grupos R^1 especialmente preferentes grupos alcoxi C_{1-4} , en particular metoxi y etoxi, $-NH_2$, $-NHCONH_2$.

El resto R^1 puede estar seleccionado también de un grupo que comprende C_1 - C_{20} -alquilo sustituido y no sustituido, en particular C_2 - C_{10} -alquilo, C_2 - C_6 -alquenilo sustituido y no sustituido, C_3 - C_8 -cicloalquilo sustituido y no sustituido y C_3 - C_8 -cicloalquenilo sustituido y no sustituido. De manera especialmente preferente, el resto R^1 está seleccionado del grupo que contiene metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, s-butilo, t-butilo, pentilo, hexilo, ciclohexilo, vinilo, 1-propenilo, 2-propenilo, butenilo, acetilenilo, propargilo.

En una forma de realización especialmente preferente, la al menos una amida está seleccionada del grupo que contiene urea, uretano (éster etílico del ácido carbámico), biuret (carbamoilurea), semicarbazida y semicarbazona. La urea puede estar presente también en forma cíclica, en particular en forma del ácido cianúrico (2,4,6-trihidroxi-1,3,5-triazina).

La transformación de un mono- o disacárido con una amida se efectúa en el sentido de la reacción de Maillard, que ha sido descrita para la reacción de azúcar reductor con un grupo amino de aminoácidos con coloración marrón (normalmente para aromas de cocción y asado de alimentos). A este respecto se forma en la primera etapa de la reacción un derivado de una N-glicosilamina, a partir de la que se origina mediante la denominada transposición de Amadori el derivado de una cetosa. Esto está representado a modo de ejemplo en la siguiente ecuación esquemática de glucosa como monosacárido y urea como amida.



Como también en el caso de la reacción de Maillard conocida, el precondensado formado en la etapa a) a partir de glucosa y urea presenta un cambio de color marrón hasta rojo pardo.

El aldehído usado en la etapa de procedimiento b) es en una variante un aldehído C1 a C5, preferentemente un aldehído C1 a C3, de manera particularmente preferente formaldehído o paraformaldehído. Además del uso de formaldehído es absolutamente concebible y ventajoso también el uso de acetaldehído.

- 5 Asimismo, es posible usar al menos un aldehído en forma de un equivalente de reacción adecuado. Así puede usarse, por ejemplo, hexametilentetraamina como equivalente de formaldehído.

10 El término "sustituido", en el uso anterior para R¹ y R² con "alquilo", "alquenilo", "arilo", etc., denomina la sustitución de uno o varios átomos, por regla general átomos de H, por uno o varios de los siguientes sustituyentes, preferentemente por uno o dos de los siguientes sustituyentes: halógeno, hidroxilo, hidroxilo protegido, oxo, oxo protegido, C₃-C₇-cicloalquilo, alquilo bicíclico, fenilo, naftilo, amino, amino protegido, amino monosustituido, amino monosustituido protegido, amino disustituido, guanidino, guanidino protegido, un anillo heterocíclico, un anillo heterocíclico sustituido, imidazolilo, indolilo, pirrolidinilo, C₁-C₁₂-alcoxi, C₁-C₁₂-acilo, C₁-C₁₂-aciloxi, acrililoxi, nitro, carboxi, carboxi protegido, cabamoil, ciano, metilsulfonilamino, tiol, C₁-C₁₀-alquiltio y C₁-C₁₀-alquilsulfonilo. Los grupos alquilo sustituidos, grupos arilo, grupos alquenilo, pueden estar sustituidos una o varias veces y preferentemente 1 o 2 veces, con los mismos sustituyentes o sustituyentes diferentes.

20 El término "alquinilo", tal como se usa en este caso, denomina preferentemente un resto de fórmula R-C=C-, en particular un "C₂-C₆-alquinilo". Los ejemplos para C₂-C₆-alquinilos incluyen: etinilo, propinilo, 2-butinilo, 2-pentinilo, 3-pentinilo, 2-hexinilo, 3-hexinilo, 4-hexinilo, vinilo así como di- y triinas de cadenas de alquilo lineales y ramificadas.

25 El término "arilo", tal como se usa en el presente documento, denomina preferentemente hidrocarburos aromáticos, por ejemplo fenilo, bencilo, naftilo o antrilo. Los grupos arilos sustituidos son grupos arilo que, tal como se definieron anteriormente, están sustituidos con uno o varios sustituyentes.

El término "cicloalquilo" comprende preferentemente los grupos ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo y cicloheptilo.

30 El término "cicloalquenilo" comprende preferentemente grupos cíclicos sustituidos o no sustituidos tales como ciclopentenilo o ciclohexenilo. El término "cicloalquenilo" también cubre grupos cíclicos con dobles enlaces conjugados tales como, por ejemplo, ciclohexadienos.

35 El término "alquenilo" comprende en el sentido de las presentes solicitudes grupos con uno o varios dobles enlaces, pudiendo estar presentes los dobles enlaces también en forma conjugada, tal como por ejemplo butadienos.

En otra variante de la presente composición de aglutinante, la relación en peso del al menos un mono- o disacárido y la al menos una amida asciende en la etapa a) a 3:1 bis 1:1, preferentemente a 1:1.

40 La relación en peso de la al menos una amida usada en la etapa a) y el al menos un aldehído añadido en la etapa b) se sitúa en 1:2, preferentemente en 1:1,5, de manera particularmente preferente en 1:1.

45 En el caso del uso de formaldehído, la relación en peso de amida (por ejemplo, urea) a formaldehído asciende a entre 1:1 y 1:1,3. Con respecto a los compuestos de origen, la proporción de formaldehído en la presente composición de aglutinante se sitúa en aproximadamente el 10 al 15 %, en lugar de como en las colas de urea-formaldehído usadas convencionalmente con una proporción de formaldehído de aproximadamente el 30 al 35 %.

50 El producto formado en la etapa de procedimiento b) es asimismo aún relativamente muy fluido y presenta una duración de descarga como equivalente de viscosidad entre 10 y 20 s, preferentemente entre 12 y 18 s, de manera particularmente preferente entre 14 y 16 s.

55 Por este motivo, en otra forma de realización preferente de la presente composición de aglutinante se añade en una etapa c) posterior al menos un espesante. La adición de un espesante es ventajosa para regular la viscosidad de la composición de aglutinante de tal modo que se impide una penetración del aglutinante en las fibras de madera o placa de fibras de madera debido a una baja viscosidad demasiado elevada o a una viscosidad más baja. Como espesante para la regulación de la viscosidad se ofrecen espesantes naturales o también espesantes sintéticos.

60 Como espesantes orgánicos pueden usarse almidón, gelatina, caseína o también harinas, tales como, por ejemplo, harina de trigo, harina de centeno, harina de semillas de guar, harina de semillas de algarroba. En el uso de harinas convencionales es también posible usar harinas biológicamente contaminadas, ya que debido al tratamiento posterior de las materias derivadas de la madera y a las altas temperaturas durante el procedimiento de producción de las placas de materia derivada de la madera se elimina la contaminación biológica, por ejemplo en forma de microorganismos perjudiciales.

65 Como espesantes adicionales pueden usarse sustancias naturales modificadas, tales como por ejemplo hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa o etilhidroxietilcelulosa. Pueden usarse también espesantes sintéticos, tales como polivinilalcoholes, ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico,

poliacrilamidas, polivinilpirrolidonas y polietilenglicoles.

El espesante puede añadirse en una cantidad del 3 al 10 % en peso, preferentemente del 5 al 10 % en peso, dependiendo del grado de viscosidad deseado de la composición de aglutinante.

5 La presente composición de aglutinante puede usarse no solo para encolados de superficies, sino también para el encolado de partículas de madera, tales como virutas, filamentos o fibras. De manera correspondiente, la presente composición de aglutinante se usa preferentemente como aglutinante para placas que contienen fibras, en particular para placas de fibras de madera, placas de virutas de madera, placas de fibroyeso o también placas de fibrocemento. También es posible el uso de la presente composición de aglutinante como adhesivo para la elaboración de madera contrachapeada, madera en capas de tablas o madera en capas de chapas (*laminated veneer lumber*, LVL).

15 La presente composición de aglutinante se produce en un procedimiento que comprende las siguientes etapas:

- a) mezcla de al menos un mono- y/o disacárido con al menos una amida de fórmula general $R^1\text{-CONH}_2$, teniendo R^1 el significado anterior, y
- b) adición de al menos un aldehído o al menos un equivalente de aldehído a la mezcla de la etapa a).

20 En una variante del presente procedimiento se lleva a cabo la etapa a) de la mezcla de al menos un mono- y/o disacárido con al menos una amida de fórmula general $R^1\text{-CONH}_2$ a un valor de pH entre 3 y 6, preferentemente entre 4 y 5 y una temperatura entre 20 °C y 120 °C, preferentemente entre 40 °C y 100 °C. La ejecución de la etapa a) en condiciones ácidas condiciona, por un lado, que las formas cíclicas de los sacáridos usados se trasladen a las formas lineales correspondientes, por lo que se favorece la reacción de los sacáridos con la amida. También se disocian disacáridos en un ambiente ácido en los monosacáridos correspondientes y a continuación pueden hacerse reaccionar con la amida, tal como por ejemplo urea.

25 En otra variante del presente procedimiento se lleva a cabo la etapa b) de la adición de al menos un aldehído o al menos un equivalente de aldehído a un valor de pH entre 5 y 8, preferentemente entre 6 y 7 con una temperatura entre 20 °C y 80 °C, preferentemente entre 40 °C y 70 °C.

Además, es preferente que en una etapa c) posterior se añada el al menos un espesante. Por lo que respecta al tipo y a la cantidad del espesante añadido se remite a las realizaciones anteriores.

35 La composición de aglutinante de acuerdo con la invención y el procedimiento correspondiente para su producción presenta una pluralidad de ventajas. Por tanto, están disponibles en cantidad discrecional las materias primas que se usan. Una adaptación del procedimiento costosa se evita, en particular, mediante la regulación de la viscosidad de la composición de aglutinante añadiendo un espesante adecuado. Debido a la reducida cantidad del aldehído añadido en la etapa de procedimiento b), es decir, en el segundo paso de procedimiento, se reduce también la emisión de aldehído. En particular, debido al exceso molar de amida añadida en la etapa a) se efectúa una transformación completa del aldehído en el segundo paso de procedimiento. Por tanto, se posibilita una transformación del aldehído más segura y más completa que, por ejemplo, del formaldehído.

45 Otra ventaja esencial de la presente composición de aglutinante y del procedimiento de producción correspondiente consiste en la división en dos pasos del procedimiento de producción y, por tanto, en la posibilidad de facilitar un precondensado o producto de partida independiente producido en la etapa a), que tiene estabilidad de almacenamiento y puede almacenarse sin peligro. Por el contrario, en los aglutinantes de formaldehído convencionales es necesario un tratamiento rápido para garantizar una reactividad suficiente del aglutinante que contiene formaldehído. La composición de aglutinante producida de acuerdo con la invención contiene concretamente aún formaldehído, aunque debido al uso de componentes adicionales presenta una proporción de formaldehído claramente menor desde el punto de vista porcentual.

La invención se explica en más detalle a continuación mediante varios ejemplos de realización.

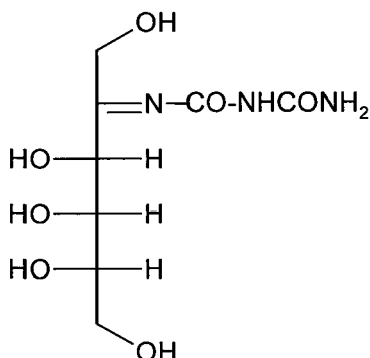
55 Ejemplo de realización 1:

En un matraz de fondo redondo se calientan lentamente 450 g de fructosa y 500 ml de agua con 1 ml de ácido sulfúrico (10 %) agitando. Cuando la solución ha alcanzado los 60 °C, se añaden 258 g de biuret. Se sigue calentando con agitación hasta llegar a ebullición.

60 A este respecto, la solución se descolora lentamente hasta dar un marrón rojizo. El progreso de la reacción se continuó a través de cromatografía en capa fina (DC) (eluyente: etanol). La urea se determinó después de la DC mediante pulverización con una solución del 0,3 % de p-dimetilaminocinaldehído en etanol y ácido clorhídrico semiconcentrado (5/2 V/V) debido a la coloración rojiza del colorante originado. El producto de reacción pudo reconocerse en la observación con una lámpara UV a longitudes de onda de 254 y 366 nm como punto amarillo brillante. La temperatura se disminuye hasta aproximadamente 65 °C después de que no pueda detectarse casi

ninguna urea más.

La estructura del producto principal aislado se determinó por medio de un espectroscopio RMN de ¹H:



5

¹H RMN (200 MHz, D₂O, 30 °C): δ = 8,7 (s, 1 H, 1-NH), 6,7 (s, 2H, -NH₂), 5- 3,2 (CH, COH) ppm

10 El valor de pH se ajustó mediante la adición de poca sosa cáustica a 7,5. A continuación se añadieron 195 g de una solución de formaldehído (37 % en peso) y se siguió agitando aproximadamente otros 20 min a 65 °C y después se enfrió.

15 La cola resultante se usó con el 3 % de un espesante (harina de semillas de guar) para el encolado de superficies de HDF (cantidad de adhesivo: 100 g/m² (sólido)). Tras el endurecimiento de la cola pudo observarse durante un ensayo de delaminación una rotura de cohesión en la parte de unión. Como referencia se comprueba también una cola de kaurita, que arrojó un resultado similar en el ensayo de delaminación.

Ejemplo de realización 2:

20 En un matraz de fondo redondo se disolvieron mediante agitación 450 g de glucosa, 150 g de urea en 500 ml de agua con 0,5 ml de ácido sulfúrico (10 % en peso) agitando y calentando al mismo tiempo. La mezcla se calentó agitando hasta llegar a ebullición. A este respecto, la solución se descolora lentamente hasta dar marrón rojizo.

25 El progreso de la reacción se continuó a través de cromatografía en capa fina (DC) (eluyente: etanol). La reacción se continuó hasta que en la DC ya no podía reconocerse ninguna urea. La urea se hizo visible como coloración roja después de la DC mediante pulverización con una solución del 0,3 % de p-dimetilaminocinaldehído en etanol y ácido clorhídrico semiconcentrado (5/2 V/V). El producto de reacción pudo reconocerse en la observación con una lámpara UV a longitudes de onda de 254 y 366 nm como punto amarillo brillante.

30 La temperatura se disminuyó hasta aproximadamente 65 °C después de que no pudiera detectarse casi ninguna urea más.

35 A continuación se añadieron 58,3 g de hexametilentetramina, se siguió agitando aproximadamente otros 20 min a 65 °C y después se enfrió.

40 La cola resultante se usó con el 5 % de un espesante (harina de trigo) para el encolado de superficies de HDF (cantidad de adhesivo: 100 g/m² (sólido)). Tras el endurecimiento de la cola pudo observarse durante un ensayo de delaminación una rotura de cohesión en la parte de unión. Como referencia se comprobó también una cola de kaurita, que arrojó un resultado similar en el ensayo de delaminación.

Ejemplo de realización 3: determinación de la viscosidad en forma de la duración de descarga

Como fuente de calor se tomó para este ensayo un baño de aceite y la solución se coció a reflujo.

45 En un aparato de agitación de 3 cuellos se añadieron a 60 mL de agua destilada 86 g de fructosa y se disolvieron a 50,0 °C. El valor de pH se situaba a 6,82. A la solución se añadió 1 gota de ácido sulfúrico (5 ml de ácido sulfúrico concentrado diluido con 50 mL de agua). La temperatura era de 50,0 °C y el valor de pH se situaba a 2,40. La solución se agitó durante 10 min y a continuación se añadieron 34 g de urea.

Tiempo de agitación (h)	Temperatura (°C)	Valor pH
0:30	107,0	7,40
1:00	106,0	7,17

ES 2 620 470 T3

Tiempo de agitación (h)	Temperatura (°C)	Valor pH
1:30	105,0	7,03
2:00	105,0	6,90
2:30	105,0	6,87

Tras 0:30 segundos, la solución comenzó a hervir y se volvió primero naranja y después marrón oscuro.

La solución se enfrió hasta 20,0 °C para medir la viscosidad (paso 1).

- 5 A continuación se calentó la muestra hasta 60,0 °C y después se dejó en agitación 1 hora con 46,2 g de solución de formaldehído (0,57 mol) al 37 %. Después se enfrió la muestra hasta 20,0 °C y se midió de nuevo la viscosidad (paso 2).

- 10 Para la comparación se midió la viscosidad de la cola DL7112.

Muestra	Cola DL7112	Paso 1 (precondensado)	Paso 2
Temperatura (°C)	20,0	20,0	20,0
Valor pH	7,44	7,89	4,60
Viscosidad (s)	63	14	16

La viscosidad se determinó con una copa consistométrica (4 mm) según la norma DIN 53 211. El valor de pH se determinó con el medidor de pH de Knick Portames 911 pH.

15

REIVINDICACIONES

1. Composición de aglutinante, en particular para placas que contienen fibras, que puede prepararse en un procedimiento que comprende las etapas
- 5 a) reacción de al menos un mono- y/o disacárido con al menos una amida de fórmula general $R^1\text{-CONH}_2$,
- siendo R^1 alcoxi, carboxi, amino sustituido y no sustituido, ariloxi, aciloxi, alquilcarbonilo, alquilo sustituido y no sustituido, arilo sustituido y no sustituido, alquenilo sustituido y no sustituido, alquinilo sustituido y no sustituido, cicloalquilo sustituido y no sustituido, cicloalquenilo sustituido y no sustituido, que pueden estar interrumpidos por -O- o -NH-, siendo la relación en peso del al menos un mono- o disacárido y la al menos una amida de 3:1 a 1:1; y
- 10 b) adición de al menos un aldehído o al menos un equivalente de aldehído a la mezcla de la etapa a).
- 15 2. Composición de aglutinante según la reivindicación 1, **caracterizada por que** se usan mono- y/o disacáridos reductores.
3. Composición de aglutinante según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada por que** como monosacáridos se usan pentosas y hexosas, en particular seleccionadas del grupo que contiene arabinosa, ribosa, xilosa, glucosa (dextrosa), manosa, galactosa y fructosa.
- 20 4. Composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** R^1 está seleccionado del grupo que contiene alcoxi, ariloxi, aciloxi, amino sustituido y no sustituido.
- 25 5. Composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** la al menos una amida está seleccionada del grupo que contiene urea, uretano (éster etílico del ácido carbámico), biuret (carbomoiurea) y semicarbazida y semicarbazona derivadas de los mismos.
- 30 6. Composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** el al menos un aldehído es un aldehído C1-C5, preferentemente un aldehído C1-C3, de manera muy especialmente preferente formaldehído.
- 35 7. Composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** la relación en peso del al menos un mono- o disacárido y la al menos una amida asciende en la etapa a) a 1 : 1.
8. Composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** la relación en peso de la al menos una amida y el al menos un aldehído asciende a 1 : 2, preferentemente a 1 : 1,5, de manera particularmente preferente a 1 : 1.
- 40 9. Composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** en una etapa c) adicional se añade al menos un espesante.
- 45 10. Composición de aglutinante según la reivindicación 9, **caracterizada por que** el al menos un espesante se añade en una cantidad del 3 al 10 % en peso, preferentemente del 5 al 10 % en peso.
11. Uso de una composición de aglutinante según una de las reivindicaciones anteriores como aglutinante para placas que contienen fibras, en particular para placas de fibras de madera, placas de virutas de madera, placas de fibroyeso, placas de fibrocemento.
- 50 12. Procedimiento para la preparación de una composición de aglutinante según una de las reivindicaciones 1 a 10 que comprende las etapas:
- a) mezcla de al menos un mono- y/o disacárido con al menos una amida de fórmula general $R^1\text{-CONH}_2$, teniendo R^1 el significado anterior,
- 55 b) adición de al menos un aldehído o al menos un equivalente de aldehído a la mezcla de la etapa a).
13. Procedimiento según la reivindicación 12, **caracterizado por que** la etapa a) de la mezcla de al menos un mono- y/o disacárido con al menos una amida de fórmula general $R^1\text{-CONH}_2$ se lleva a cabo a un valor de pH entre 3 y 6, preferentemente entre 4 y 5 y una temperatura entre 20 °C y 120 °C, preferentemente entre 40 °C y 100 °C.
- 60 14. Procedimiento según las reivindicaciones 12 o 13, **caracterizado por que** la etapa b) de la adición de al menos un aldehído o al menos un equivalente de aldehído se lleva a cabo a un valor de pH entre 5 y 8, preferentemente entre 6 y 7 y una temperatura entre 20 °C y 80 °C, preferentemente entre 40 °C y 70 °C.
- 65

15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 12 a 14, **caracterizado por que** en una etapa c) adicional se añade al menos un espesante.