

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 045**

51 Int. Cl.:

C08H 7/00 (2011.01)
B27N 3/00 (2006.01)
C08G 8/20 (2006.01)
C09J 161/12 (2006.01)
C09J 197/00 (2006.01)
C08L 97/00 (2006.01)
C08L 97/02 (2006.01)
C08G 8/24 (2006.01)
C07G 1/00 (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.03.2013 E 15191860 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.05.2017 EP 2993201**

54 Título: **Método para aumentar la reactividad de la lignina**

30 Prioridad:

29.03.2012 FI 20125358

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

02.10.2017

73 Titular/es:

**UPM-KYMMENE CORPORATION (100.0%)
Alvar Aallon katu 1
00100 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**PIETARINEN, SUVI;
RINGENA, OKKO;
ESKELINEN, KATI y
VALKONEN, SANNA**

74 Agente/Representante:

ARIZTI ACHA, Monica

ES 2 635 045 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).

Método para aumentar la reactividad de la lignina

DESCRIPCIÓN

5 **Campo de la invención**

La invención se refiere a un método para aumentar la reactividad de la lignina y al uso adicional de tal lignina.

10 **Antecedentes de la invención**

La lignina es un polímero natural, que se puede extraer *por ejemplo* a partir de la madera. Dado que la lignina es un biopolímero natural, su uso como un componente en pegamentos en lugar de materiales sintéticos se ha investigado para conseguir una composición de adhesivo más ecológica. Especialmente, el objeto de la técnica anterior ha sido la capacidad de sustituir el fenol sintético en resinas fenólicas, tales como resina de fenol y formaldehído.

Con productos de madera se pueden usar diferentes tipos de composiciones adhesivas, tales como pegamentos fenólicos. Los ejemplos de los pegamentos de este tipo incluyen composiciones que comprenden resina de fenol y formaldehído. Tradicionalmente, las resinas sintéticas fenol y formaldehído se producen polimerizando fenol y formaldehído en presencia de un catalizador. Los ejemplos de catalizadores de este tipo son. hidróxido sódico (NaOH) y ácidos. El método para producir resina de fenol y formaldehído comprende la adición de formaldehído de una forma escalonada a una composición de fenol y a partir de ese momento aumentar la temperatura de la composición formada hasta 80 - 90 °C. La composición se calienta a esta temperatura hasta que se alcanza una viscosidad deseada de la longitud de la resina o polímero formados.

La lignina se puede usar con el fin de disminuir la cantidad de fenol sintético en una composición de resina. La lignina se ha usado anteriormente para sustituir al fenol durante la producción de resina de lignina-fenolformaldehído.

Ha sido posible sustituir hasta un 30 % del fenol sintético en la resina final, por ejemplo resina de fenol y formaldehído, con lignina, pero una sustitución más elevada como resultado propiedades no deseadas para el pegamento producido.

Por lo tanto, los inventores han reconocido una necesidad de un método, que podría dar como resultado una sustitución más elevada del fenol en la composición y por lo tanto una composición de aglutinante ecológica con propiedades adecuadas para su uso en diferentes aplicaciones.

Objeto de la invención

El objeto de la invención es proporcionar un nuevo método para aumentar la reactividad de la lignina. Además, el objeto de la invención es proporcionar un tipo de método nuevo, en el que la lignina más reactiva se usa para sustituir al menos parte de la cantidad de los materiales sintéticos usados durante la producción de una composición de aglutinante. Especialmente con el objeto es producir una composición de aglutinante más ecológica para su uso *por ejemplo* en aplicaciones adhesivas.

Sumario

El método para aumentar la reactividad de la lignina de acuerdo con la presente invención se caracteriza porque se presenta en la reivindicación 1.

La lignina que se puede obtener con el método de acuerdo con la presente invención se caracteriza porque se presenta en la reivindicación 8.

El método para producir una composición de aglutinante de acuerdo con la presente invención se caracteriza porque se presenta en la reivindicación 9.

La composición de aglutinante de acuerdo con la presente invención se caracteriza porque se presenta en la reivindicación 14.

La composición de adhesivo de acuerdo con la presente invención se caracteriza porque se presenta en la reivindicación 15.

Los usos de acuerdo con la presente invención se caracterizan porque se presentan en las reivindicaciones 16 y 17.

Breve descripción de las figuras

Las figuras adjuntas, que se incluyen para proporcionar una comprensión adicional de la invención y forman una parte de la presente memoria descriptiva, ilustran algunas realizaciones de la invención y, junto con la descripción, ayudan a explicar los principios de la invención. En las figuras:

- Fig. 1 es una ilustración de diagrama de flujo de un método para aumentar la reactividad de la lignina y del uso de lignina que presenta un aumento de la reactividad de acuerdo con una realización de la presente invención;
 Fig. 2 muestra el resultado de la medición de calorimetría de barrido diferencial (DSC) de una composición de aglutinante (resina) producida usando lignina alcalinizada de acuerdo con la presente invención; y
 Fig. 3 muestra el resultado de la medición de DSC de una composición de aglutinante (resina) producida usando lignina tratada de acuerdo con el ejemplo comparativo 1.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un método para aumentar la reactividad de la lignina, método que comprende las siguientes etapas:

- a) formar, bajo calentamiento a una temperatura de 30 - 70 °C, una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina, en la que el álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino; y
- b) calentar la dispersión formada en la etapa a) a una temperatura de 50 - 95 °C para producir una lignina alcalinizada.

Un inconveniente de los diferentes métodos para la separación o aislamiento de lignina a partir de, por ejemplo, biomasa es que la lignina se condensa durante el procedimiento debido al entorno de bajo pH usado. Por lo tanto, la lignina separada tiene una reactividad bastante baja y una naturaleza heterogénea, que influye en las reacciones con otros componentes reactivos durante la producción de una composición de aglutinante. La baja reactividad de la lignina ha sido una de las razones para evitar un mayor nivel de sustitución de, por ejemplo, fenol sintético en composiciones de aglutinante con lignina de base biológica. Se ha reconocido que las propiedades de las composiciones de aglutinante disponibles en la actualidad, en las que hasta un 50 - 60 % del fenol sintético se ha reemplazado por lignina, no son aceptables para, por ejemplo, aplicaciones de pegado. Por ejemplo, la resistencia de las uniones pegadas no se ha encontrado en un nivel requerido.

Los inventores descubrieron de forma sorprendente que la reactividad de la lignina se puede aumentar con el método de la presente invención y además que se puede conseguir un nivel de sustitución más elevado, por ejemplo, de fenol sintético en composiciones de aglutinante cuando se usa este tipo de lignina activada durante la producción de la composición de aglutinante.

En la presente memoria descriptiva se debería entender que la expresión "lignina que presenta un aumento de la reactividad", a menos que se indique de otro modo, se refiere a lignina, que ha sido tratada con el método de acuerdo con la presente invención. El tratamiento de la lignina con el método de acuerdo con la presente invención activa la lignina haciéndola más adecuada para su uso en otras aplicaciones. Por lo tanto, la reactividad de la lignina aumenta en comparación con la lignina, que no ha sido tratada con el método de acuerdo con la presente invención.

En la presente memoria descriptiva, a menos que se indique de otro modo, la expresión "lignina" se debería entender como cualquier lignina adecuada para su uso en la presente invención.

La lignina puede incluir principalmente lignina pura, así como derivados de lignina y modificaciones de lignina.

Mediante la expresión "lignina esencialmente pura" se debería entender al menos un 90 % de lignina pura, preferentemente al menos un 95 % de lignina pura. En una realización de la presente invención la lignina esencialmente pura comprende como máximo un 10 %, preferentemente como máximo un 5 %, de los otros componentes. Los extractos y carbohidratos tales como hemi-celulosas se pueden mencionar como ejemplos de tales otros componentes.

En una realización de la presente invención la lignina a tratar con el método de acuerdo con la presente invención se selecciona entre un grupo que consiste en lignina kraft, lignina productora de biomasa, lignina del proceso de formación de pulpa alcalina, lignina del proceso de sosa, lignina de formación de pulpa con organosolv y combinaciones de los mismos.

Diferentes componentes de lignina pueden tener diferentes propiedades, por ejemplo peso molecular, masa molar, polidispersión, hemicelulosa y contenido de extractos. En una realización de la presente invención la lignina incluye agua pero ningún disolvente.

En la presente memoria descriptiva, por "lignina kraft" se debe entender, a menos que se indique de otro modo, lignina que se origina a partir de agua madre de residuos de kraft. El agua madre de residuos es una solución acuosa alcalina de restos de lignina, hemicelulosa, y productos químicos inorgánicos usados en el proceso de formación de pulpa de kraft. El agua madre de residuos del proceso de formación de pulpa comprende componentes que se originan a partir de diferentes especies de madera blanda y madera dura en diversas proporciones. La lignina se puede separar del agua madre de residuos mediante técnicas diferentes que incluyen por ejemplo precipitación y filtración. Normalmente la lignina comienza a precipitar a valores de pH inferiores a 11 - 12. Se pueden usar diferentes valores de pH para precipitar fracciones de lignina con propiedades diferentes. Estas fracciones de lignina se diferencian entre sí por la distribución del peso molecular, por ejemplo Pm y Mn, polidispersión hemicelulosa y contenido de extractos. La masa molar de la lignina precipitada a un valor de pH más alto es mayor que la masa molar de lignina precipitada a un valor de pH más bajo. Además, la distribución del peso molecular de la fracción de lignina precipitada a un valor de pH más bajo es más amplia que la de la fracción de lignina precipitada a un valor de pH más alto. Por lo tanto las propiedades de la lignina pueden variar dependiendo del uso final de la aplicación de pegado.

La lignina precipitada se puede purificar a partir de impurezas inorgánicas, hemicelulosa y extractos de madera usando etapas de lavado con ácido. La purificación adicional se puede conseguir por filtración.

En una realización de la presente invención el contenido de materia seca de la lignina es inferior a un 98 %, preferentemente un 40 - 80 %, y más preferentemente un 50 - 70 %.

En una realización de la presente invención la lignina se separa de la biomasa pura. El proceso de separación puede comenzar con la fluidización de la biomasa con un álcali fuerte seguido de un proceso de neutralización. Después del tratamiento con álcali la lignina se puede precipitar de una manera similar a la presentada anteriormente. En la realización de la presente invención la separación de lignina de biomasa comprende una etapa de tratamiento enzimático. El tratamiento enzimático modifica la lignina a extraer de la biomasa. La lignina separada de la biomasa pura no contiene azufre y por lo tanto es valiosa para su procesamiento posterior.

El álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino. En una realización de la presente invención el álcali se selecciona entre un grupo que consiste en hidróxido sódico, hidróxido potásico y mezclas de los mismos. En una realización de la presente invención el álcali es hidróxido sódico.

En una realización de la presente invención la concentración de álcali es de un 5 - 50 % en peso, y preferentemente un 10 - 25 % en peso basándose en el peso total de la dispersión en la etapa a).

En una realización de la presente invención la concentración de lignina en la etapa a) es de un 10 - 50 % en peso, preferentemente un 20 - 50 % en peso, y más preferentemente un 20 - 45 % en peso basándose en el peso total de la dispersión en la etapa a).

En una realización de la presente invención la temperatura en la etapa a) es preferentemente 50 - 65 °C.

En una realización de la presente invención la temperatura en la etapa b) es preferentemente 60 - 75 °C.

En una realización de la presente invención la etapa b) se realiza durante 15 minutos - 24 horas, preferentemente durante un periodo de tiempo no superior a 5 horas, y más preferentemente durante 0,5 - 1,5 horas.

El método de acuerdo con la presente invención, y especialmente las etapas a) y b) de alcalinización da como resultado la activación de la lignina. Como se ha discutido anteriormente, la lignina se condensa durante aislamiento con ácido o procesos de separación. Sin limitar la invención a ninguna teoría específica con respecto a por qué la alcalinización de la lignina da como resultado la formación de una lignina más reactiva, se debe considerar que la alcalinización abre la estructura macromolecular de la lignina de modo que los impedimentos históricos que normalmente desactivan los grupos reactivos en las estructuras de lignina se retiran. La alcalinización también puede añadir grupos cargados a la macromolécula de lignina. La ventaja del uso de lignina alcalinizada por ejemplo para producir una composición de aglutinante es que la compatibilidad y el comportamiento de reacción son mucho mejor que en un caso normal, en el que la lignina no tratada se ha usado en la etapa de calentamiento o de polimerización.

En una realización de la presente invención el método comprende, antes de la etapa a), la etapa i) de hacer reaccionar lignina con un compuesto seleccionado entre la clase de fenoles. En una realización de la presente invención el compuesto se selecciona entre un grupo que consiste en fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos. En una realización de la presente invención el compuesto es fenol. Permitir que la parte alifática de la lignina reaccione con, por ejemplo, fenol aumenta el número de grupos OH fenólicos unidos a la parte alifática de la lignina. A medida que aumenta el número de grupos OH aumenta la reactividad de la lignina durante, por ejemplo, la fase de calentamiento de un método de producción de aglutinante con los otros componentes reactivos. La ventaja

de alcalinizar la lignina fenolizada es que además de tener nuevos grupos OH fenólicos unidos a la lignina, la estructura de lignina se abrirá como se ha discutido anteriormente. El aumento de la reactividad de la lignina tiene la ventaja de permitir la sustitución de una cantidad más elevada de reactivos sintéticos tales como fenol con lignina de base biológica en la composición final de aglutinante.

5 En una realización de la presente invención la etapa i) se realiza a una temperatura de 100 - 140 °C durante 1 - 3 horas en presencia de un catalizador. En una realización de la presente invención el catalizador usado en la etapa i) es un ácido, preferentemente ácido sulfúrico (H₂SO₄).

10 En una realización de la presente invención el método comprende, después de la etapa b), la etapa ii) de añadir un aldehído, un derivado de un aldehído, o una combinación de los mismos a la dispersión formada en la etapa b). En una realización de la presente invención el derivado de un aldehído es paraformaldehído. En una realización de la presente invención la lignina alcalinizada reacciona con un aldehído aromático, o glioxal. En una realización de la presente invención el aldehído aromático es aldehído furfúrico. En una realización de la presente invención el aldehído es formaldehído.

15 En una realización de la presente invención la lignina alcalinizada reacciona con un aldehído, por ejemplo formaldehído, con el fin de formar lignina hidroximetilada. Permitir que la lignina alcalinizada reaccione, por ejemplo, con formaldehído aumenta adicionalmente la reactividad de la lignina a medida que los grupos hidroximetilo aumentan, grupos que reaccionan fácilmente con los otros componentes reactivos durante, por ejemplo, la etapa de calentamiento de la resina.

20 En una realización de la presente invención, en la etapa ii), la proporción de peso del aldehído con respecto a la lignina en la dispersión de la etapa b) es 0,2 - 0,7, y preferentemente 0,3 -0,6.

25 La presente invención también se refiere a una lignina que se puede obtener con el método de la presente invención. En una realización de la presente invención la lignina que se puede obtener con el método de la presente invención puede ser lignina, que ha sido sometida a alcalinización; a fenolización y alcalinización; a alcalinización e hidroximetilación; o a fenolización, alcalinización e hidroximetilación.

30 La presente invención también se refiere a un método para producir una composición de aglutinante, en la que el método comprende la etapa de:

35 (iii) calentar una composición acuosa que comprende componentes reactivos, incluyendo lignina tratada de acuerdo con la presente invención, una sustancia polimerizable y un agente de reticulación en presencia de un catalizador a una temperatura de 60 - 95 °C para polimerizar los componentes reactivos hasta que se forme una composición de aglutinante con un valor de viscosidad determinado previamente.

40 En una realización de la presente invención la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina, que se ha alcalinizado de acuerdo con la presente invención. En una realización de la presente invención la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina, que se ha fenolizado y alcalinizado de acuerdo con la presente invención. En una realización de la presente invención la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina, que se ha alcalinizado e hidroximetilado de acuerdo con la presente invención. En una realización de la presente invención la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina, que se ha fenolizado, alcalinizado e hidroximetilado de acuerdo con la presente invención.

45 En una realización de la presente invención el valor de viscosidad determinada previamente de la composición final de aglutinante es al menos 0,04 Pa.s, preferentemente al menos 0,05 Pa.s, y más preferentemente al menos 0,08 Pa.s. En una realización de la presente invención el valor de viscosidad determinada previamente de la composición final de aglutinante es al menos 0,04 Pa.s pero no superior a 0,25 Pa.s, preferentemente al menos 0,05 Pa.s pero no superior a 0,15 Pa.s, y más preferentemente al menos 0,08 Pa.s pero no superior a 0,12 Pa.s.

50 En una realización de la presente invención el valor de viscosidad determinada previamente de la composición final de aglutinante es al menos 0,25 Pa.s, preferentemente al menos 0,3 Pa.s, y más preferentemente al menos 0,5 Pa.s. En una realización de la presente invención el valor de viscosidad determinada previamente de la composición final de aglutinante es al menos 0,25 Pa.s pero no superior a 1,5 Pa.s, preferentemente al menos 0,3 Pa.s pero no superior a 1,2 Pa.s, y más preferentemente al menos 0,5 Pa.s pero no superior a 1 Pa.s. La viscosidad se mide a 25 °C usando un viscosímetro giratorio. El valor de viscosidad determinada previamente de la composición final de aglutinante puede variar dependiendo de la aplicación específica en la que se va a usar la composición de aglutinante.

55 El orden preciso de combinación y/o adición de los componentes necesarios para la producción de composición de aglutinante puede variar dependiendo por ejemplo de las propiedades necesarias de la composición de aglutinante

formada. La elección de la secuencia de combinación y/o adición de los componentes necesarios está dentro del conocimiento de la persona con experiencia. La cantidad precisa de los componentes usados para producir la composición de aglutinante puede variar y la elección de las cantidades de los diferentes componentes está dentro del conocimiento de la persona con experiencia basándose en la presente memoria descriptiva. La temperatura se puede controlar durante la producción de la composición de aglutinante enfriando y/o calentando la composición.

La característica esencial del método de producción de aglutinante es que se permite que los componentes reactivos, por ejemplo la lignina tratada de acuerdo con la presente invención, el agente de reticulación y la sustancia polimerizable, reaccionen en un ambiente acuoso en presencia de un catalizador I. bajo calentamiento de un modo tal que los componentes reactivos se sintetizan verdaderamente juntos y no simplemente ser mezclan entre sí por vía física.

De forma sorprendente el método de la presente invención como resultado una composición de aglutinante más ecológica ya que en el método de producción de aglutinante la lignina polimérica natural, que es un polímero fenólico, ha reemplazado al menos parte de la sustancia fenólica sintética usada normalmente en la producción de composiciones fenólicas tales como resina de fenol y formaldehído. Sin limitar la invención a ninguna teoría específica con respecto a por qué el método de la presente invención da como resultado la ventaja mencionada anteriormente ventaja, se debe considerar que la idoneidad de la sustitución de al menos una parte de, por ejemplo con el fenol con lignina se debe al hecho de que la lignina, cuya reactividad ha sido aumentada con el método de la presente invención, reacciona de forma eficaz con un aldehído, tal como formaldehído, de una manera bastante similar al fenol.

En una realización de la presente invención la composición acuosa comprende adicionalmente tanino como un componente reactivo.

En una realización de la presente invención el tanino usado se origina a partir de cualquier especie de madera. Los taninos se pueden originar a partir de, por ejemplo, corteza o duramen. El quebracho, el haya y la acacia se presentan como ejemplos de posibles fuentes de taninos. En una realización de la presente invención el tanino usado proviene de la corteza de madera blanda. En una realización de la presente invención el tanino se separa de la corteza de madera blanda de unidades de descortezado en aserraderos o fábricas de pasta de papel. El proceso de separación se puede combinar con un proceso de extracción de etanol, un proceso de extracción con agua caliente, un proceso de extracción con vapor caliente o un proceso de extracción con agua y etanol de corteza de madera blanda. En una realización de la presente invención el tanino es tanino condensado. El tanino condensado tiene un alto contenido de materia seca y por lo tanto es adecuado para uso en la presente invención. El contenido de materia seca de tanino condensado puede variar entre un 40 - 100 % y está adecuadamente entre un 60 - 90 % y preferentemente entre un 70 -80 %. El tanino con un contenido de materia seca de este tipo se puede dispersar fácilmente, con lo que se consigue una buena reactividad con los otros componentes reactivos. El tanino también puede ser tanino hidrolizable.

En una realización de la presente invención la etapa (iii) comprende calentar la composición preferentemente a una temperatura de 65 - 90 °C, y más preferentemente a una temperatura de 75 - 85 °C.

En una realización de la presente invención el agente de reticulación se selecciona entre un grupo que consiste en un aldehído, un derivado de un aldehído, un compuesto formador de aldehído y combinaciones de los mismos. En una realización de la presente invención el derivado de un aldehído es hexametilentetramina, paraformaldehído o trióxano. En una realización de la presente invención el agente de reticulación se selecciona entre un grupo que consiste en un aldehído aromático, glioxal, alcohol furfúrico, caprolactama y compuestos de glicol. El aldehído puede ser formaldehído. El aldehído aromático puede ser aldehído furfúrico. En una realización de la presente invención el agente de reticulación es un agente de reticulación de base biológica. En una realización de la presente invención el agente de reticulación es un aldehído, y preferentemente formaldehído.

En una realización de la presente invención la sustancia polimerizable se selecciona entre un grupo que consiste en fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos. En una realización de la presente invención la sustancia polimerizable es fenol. En una realización de la presente invención la sustancia polimerizable se selecciona entre un grupo que consiste en hidroxifenoles de base biológica y sus derivados. En una realización de la presente invención la sustancia polimerizable es una sustancia polimerizable de base biológica. En una realización de la presente invención la sustancia polimerizable se selecciona entre un grupo que consiste en lignina y tanino.

En una realización de la presente invención de catalizador en la etapa iii) comprende una sal o un hidróxido de un metal alcalino. En una realización de la presente invención el catalizador en la etapa iii) se selecciona entre un grupo que consiste en hidróxido sódico, hidróxido potásico, ácidos y cualquier mezcla de los mismos. En una realización de la presente invención el catalizador en la etapa iii) es hidróxido sódico.

En una realización de la presente invención la relación entre las cantidades de lignina, catalizador/disolvente,

sustancia polimerizable, y agente de reticulación, basándose en sus contenidos de materia seca, usada para producir la composición de aglutinante es la siguiente: un 18 - 70 % en peso, preferentemente un 26 - 45 % en peso, de agente de reticulación y catalizador/disolvente, y un 82 - 30 % en peso, preferentemente un 74 - 55 % en peso, de la sustancia polimerizable y lignina.

5 La presente invención también se refiere a una composición de aglutinante y se puede obtener con el método de la presente invención.

10 La presente invención también se refiere a una composición de adhesivo que comprende la composición de aglutinante de acuerdo con la presente invención. La composición de adhesivo puede comprender adicionalmente uno o más componentes adhesivos seleccionados entre un grupo que consiste en otros aglutinantes, diluyentes, aditivos, catalizadores y cargas. Un aglutinante es una sustancia, que es principalmente responsable de crear el crecimiento y la reticulación de un polímero y por lo tanto ayuda en el curado de sistemas poliméricos. Un diluyente es una sustancia, que ayuda al aglutinante ajustando las propiedades físicas por ejemplo uniendo en estado
15 húmedo. El aditivo puede ser un polímero o un compuesto inorgánico, que ayuda en propiedades como relleno, ablandamiento, reducción de costes, ajuste de la humedad, aumento de la rigidez y aumento de la flexibilidad. El catalizador es una sustancia, que normalmente aumenta y ajusta la velocidad de curado. En el presente documento por "sustancia" se debe entender que incluye un compuesto o una composición. La composición de aglutinante de la presente invención puede servir como aglutinante, un diluyente, un aditivo, un catalizador y/o una carga en la
20 composición de adhesivo.

La presente invención también se refiere al uso de la composición de aglutinante en una aplicación de impregnación, como un revestimiento, para reforzar plástico, para producir un producto moldeado por compresión, un moldeado, un laminado o una laca, o para pegar un producto de madera. La composición de aglutinante de la presente invención se puede usar adicionalmente para pegar combinaciones de plástico y madera.

25 La presente invención también se refiere al uso de la composición de adhesivo de la presente invención para pegar un producto de madera.

30 En una realización de la presente invención el producto de madera se selecciona entre un grupo que consiste en un tablero de madera, un revestimiento de madera, y una barra de madera.

En una realización de la presente invención una estructura compuesta formada por capas puede estar formada por dos o más capas incluyendo al menos una capa de revestimiento de madera, en la que las capas se colocan unas por encima de las otras y se combinan por medio de pegado con la composición de aglutinante de acuerdo con la presente invención y/o la composición de adhesivo de acuerdo con la presente invención. En la presente memoria descriptiva, a menos que se indique de otro modo, el término "revestimiento de madera" se usa para dirigirse a un revestimiento, que se puede formar a partir de cualquier material, por ejemplo material con base de madera, material de fibra, material compuesto o similares. En el presente contexto, el espesor del revestimiento de madera puede variar. Por lo general el grosor del revestimiento de madera es inferior a 3 mm.

35 En una realización de la presente invención la estructura compuesta formada por capas se selecciona entre un grupo que consiste en un producto de panel de madera, un producto de madera contrachapada, un producto compuesto, y un producto de panel prensado. La estructura compuesta formada por capas se puede formar a partir de un número de capas, preferentemente del revestimiento de capas de madera, en el que las capas se ponen unas sobre las otras y se pegan juntas.

Las realizaciones de la invención descritas anteriormente en el presente documento se pueden usar en cualquier combinación entre sí. Varias de las realizaciones se prevén combinan entre sí para formar una realización adicional de la invención. Un método, una composición o un uso, con los que se relaciona la invención, puede comprender al menos una de las realizaciones de la invención descritas anteriormente en el presente documento.

50 Una ventaja del método de acuerdo con la presente invención es que la reactividad de la lignina por ejemplo separada de la biomasa se puede aumentar de forma notable y también de disminuir la naturaleza heterogénea de la lignina.

Una ventaja de la presente invención es que la reactividad de la lignina se puede aumentar con el método, y especialmente la etapa de alcalinización, de acuerdo con la presente invención. La lignina tratada con el método de acuerdo con la presente invención presentó mayor índice de grupos reactivos a lo largo de la estructura de lignina en comparación con la lignina no tratada.

60 Una ventaja del método de acuerdo con la presente invención es que mediante el uso de lignina, la reactividad de una composición de aglutinante que se ha aumentado con el método de la presente invención, como componente reactivo durante la producción, se consigue una composición de aglutinante más ecológica. De forma sorprendente

se ha descubierto que cuando se usa este tipo de lignina como componente reactivo la cantidad de la sustancia polimerizable, tal como la sustancia fenólica sintética, por ejemplo fenol, se puede disminuir notablemente durante el proceso de producción del aglutinante. Dado que el fenol es un compuesto sintético y la lignina es un polímero natural, es ventajoso poder minimizar la cantidad de fenol presente en la composición final de aglutinante. La ventaja de reducir la cantidad de materiales sintéticos es que se consigue un mayor nivel de componentes de base biológica en la composición final de aglutinante.

Una ventaja de la presente invención es que al usar lignina que presenta un aumento de la reactividad en comparación con la lignina no tratada, las propiedades de la composición final de aglutinante son más favorables para aplicaciones de pegado. La lignina tratada con el método de acuerdo con la presente invención mejora el rendimiento de curado, adhesión y resistencia a la tracción de la composición de aglutinante. Una ventaja de la presente invención es que el rendimiento de pegado de la composición de aglutinante o la composición de adhesivo producida es adecuada para usar la composición por ejemplo en aplicaciones en exteriores.

Una ventaja es que cuando se usa lignina, que tiene una reactividad más elevada de lo normal, la lignina no tratada como resultado una compatibilidad y comportamiento de reacción incluso mejores del método de producción de aglutinante de acuerdo con la presente invención.

Ejemplos

A continuación se hará referencia con detalle a las realizaciones de la presente invención, un ejemplo de las cuales se ilustra en la figura adjunta.

La descripción que sigue a continuación desvela algunas realizaciones de la invención con un detalle tal que una persona con experiencia en la materia es capaz de utilizar la invención basándose en la divulgación. No todas las etapas de las realizaciones se discuten con detalle, ya que muchas de las etapas serán evidentes para la persona con experiencia en la materia basándose en la presente memoria descriptiva.

La Figura 1 ilustra un método de acuerdo con algunas realizaciones de la presente invención para aumentar la reactividad de la lignina y el uso adicional de la lignina.

La Fig. 1 presenta diferentes combinaciones de etapas de tratamiento, que se pueden usar para aumentar la reactividad de la lignina. La Fig. 1 ilustra la etapa de fenolización i), las etapas de alcalinización a) y b) y la etapa de hidroximetilación ii) y sus combinaciones para el tratamiento de lignina. La lignina que presenta un aumento de la reactividad en comparación con la lignina no tratada se puede usar adicionalmente para sintetizar una composición de aglutinante, etapa iii) de la Fig. 1, o se puede usar para cualquier otra aplicación adecuada tal como se ilustra en la Fig. 1.

Antes de cualquiera de las etapas de tratamiento, se elige la fuente de lignina. Como se ha presentado anteriormente, la lignina se puede seleccionar entre lignina kraft, lignina productora de biomasa, lignina del proceso de formación de pulpa alcalina, lignina del proceso de sosa, lignina de formación de pulpa con organosolv, y que combinaciones de los mismos. Además se seleccionan los otros componentes y sus cantidades para su uso en el método de acuerdo con la presente invención. Si fuera necesario, los componentes usados en el método de la Fig. 1 se pueden tratar previamente para que sean adecuados para los procesos de tratamiento de lignina.

Siguiendo las diversas preparaciones y tratamientos previos, en una de las realizaciones de la presente invención que se muestra en la Fig. 1, se realizará etapa i). La etapa i) comprende hacer reaccionar lignina con un compuesto seleccionado entre la clase de fenoles en presencia de un catalizador. Como resultado de la etapa i) de fenolización, los grupos OH fenólicos reactivos se unen la parte alifática de la lignina.

Después de la etapa i), se realiza la etapa a). Como alternativa, la lignina se puede tratar directamente de acuerdo con la etapa a) sin ser tratada previamente de acuerdo con la etapa i) como se ilustra en la Fig. 1.

La etapa a) comprende formar una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina con calentamiento. El álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino. A continuación, la etapa b) se realiza mediante calentamiento de la dispersión formada a una temperatura de 50 - 95 °C. La etapa a) y la etapa b) dan como resultado lignina que se activa a través de alcalinización.

Después de la etapa b) la fracción de lignina alcalinizada se puede introducir en la etapa de calentamiento del método de producción de la composición de aglutinante, durante el cual dicha lignina se polimeriza con los otros componentes reactivos usados en el método de producción de la composición de aglutinante (etapa iii) de la Fig. 1).

Como alternativa la lignina alcalinizada de la etapa b) se puede hacer reaccionar adicionalmente con un aldehído en la etapa ii) antes de su introducción en la síntesis de composición de aglutinante. La etapa ii) se realiza mediante la adición, por ejemplo, de formaldehído en la dispersión de lignina alcalinizada de la etapa b), lo que da como

resultado la formación de un producto hidroximetilado.

Como resultado de la etapa iii) se produce una composición de aglutinante que tiene propiedades deseadas y que especialmente para la mayoría de las partes se basa en componentes de base biológica. Esta composición de aglutinante se puede usar como tal para aplicaciones de pegado o se puede procesar adicionalmente con componentes adhesivos para producir una composición de adhesivo.

Como se ha presentado anteriormente, además del uso de la lignina alcalinizada de la etapa b) o la lignina hidroximetilada de la etapa ii) en un método para producir una composición de aglutinante, la lignina alcalinizada o a lignina hidroximetilada se puede usar como tal en cualquier otra aplicación adecuada.

EJEMPLO 1 - Alcalinización

En este ejemplo la reactividad de la lignina aumentó mediante la alcalinización de la lignina. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50 %	584
lignina	75 %	1270

En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. A continuación la lignina se dispersó lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y de forma simultánea la temperatura se elevó hasta 60 °C. Cuando toda la lignina se había dispersado, la dispersión se calentó a una temperatura de aproximadamente 75 °C durante 1,5 horas. Como resultado la lignina se alcalinizó.

A partir de ese momento la lignina tratada de acuerdo con el Ejemplo 1 se usó para producir una composición de aglutinante. Se mezclaron 38 g de fenol (90 %) con 105 g de lignina alcalinizada, tras lo cual se añadieron 79 g de formaldehído (37 %) de una forma escalonada. Como catalizador se usó NaOH. La temperatura se mantuvo por debajo de 75 °C. A partir de ese momento el calentamiento continuó a 85 - 90 °C hasta que la viscosidad de la composición formada era de aproximadamente 4×10^{-1} Pa.s (tal como se mide a una temperatura de 25 °C).

A partir de ese momento la composición de aglutinante o resina formada se sometió a mediciones de DSC, cuyos resultados se pueden observar en la Fig. 2.

Se formó un ejemplo comparativo 1 usando lignina que se había tratado de la siguiente manera:

Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50 %	584
lignina	75 %	1270

En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. A continuación la lignina se añadió en la mezcla de álcali y agua con agitación y de forma simultánea la temperatura se elevó hasta 95 °C. Cuando la lignina se había añadido, la mezcla se calentó a una temperatura de aproximadamente 90 °C durante 1 hora.

La lignina del ejemplo comparativo 1 se usó para producir una composición de aglutinante comparativa 1 de una manera similar a la que se ha descrito anteriormente. La composición de aglutinante comparativa formada también se sometió a mediciones de DSC.

Los resultados de las mediciones de DSC de la composición de aglutinante comparativa 1 se presentan en la Fig. 3.

Como se puede observar a partir de la Fig. 2, la composición de aglutinante formada usando lignina alcalinizada de acuerdo con la presente invención solamente muestra un pico nítido. Por el contrario, como se puede observar a partir de la Fig. 3, la composición de aglutinante comparativa presentaba varios picos.

El pico nítido de la Fig. 2 indica que la lignina alcalinizada reaccionaba con fenol y formaldehído formando una estructura de polímero homogénea y uniforme. Los varios picos nítidos en la Fig. 3 indican que fenol y formaldehído reaccionan sin una reacción con lignina alcalinizada o solo parcialmente junto con lignina alcalinizada.

5 Sin limitar la invención a ninguna teoría específica con respecto a por qué la alcalinización de la lignina de acuerdo con la presente invención da como resultado este resultado ventajoso, se debe considerar que la lignina alcalinizada de acuerdo con el ejemplo comparativo 1 permanece en su forma de partículas original o se aglomera en grupos de mayor tamaño con lo que el proceso de alcalinización es capaz de influir solamente en la superficie de tales grupos o partículas. La alcalinización de la lignina de acuerdo con la presente invención da como resultado una lignina que
 10 se dispersa o se disuelve bien cuando comienza el proceso de alcalinización. Al ser alcalinizada una parte o área de mayor tamaño de la lignina, la reactividad de la lignina aumenta en comparación con la lignina alcalinizada de acuerdo con el método del ejemplo comparativo. Dado que la lignina exenta un aumento de la reactividad, ésta reaccionará fácilmente con los otros componentes reactivos durante la producción de la composición de aglutinante.

15 EJEMPLO 2 - Alcalinización, baja temperatura

En este ejemplo la reactividad de la lignina aumentó mediante la alcalinización de la lignina. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50 %	584
lignina	75 %	1270

20 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. A continuación la lignina se dispersó lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y de forma simultánea la temperatura se elevó hasta 60 °C. Cuando toda la lignina se había dispersado, la dispersión se calentó a una temperatura de aproximadamente 60 °C durante aproximadamente 1 hora. Como resultado la lignina se alcalinizó.

25 EJEMPLO 3 - Alcalinización, alta temperatura

En este ejemplo la reactividad de la lignina aumentó mediante la alcalinización de la lignina. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50 %	584
lignina	75 %	1270

30 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. A continuación la lignina se dispersó lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y de forma simultánea la temperatura se elevó hasta 60 - 70 °C. Cuando toda la lignina se había dispersado, la dispersión se calentó a una temperatura de aproximadamente 90 - 95 °C durante aproximadamente 1 hora. Como resultado la lignina se alcalinizó.

EJEMPLO 4 - Fenolización en combinación con alcalinización de lignina tratada para producir una composición de aglutinante

40 En este ejemplo la reactividad de la lignina aumentó mediante fenolización y alcalinización de la lignina, cuando a continuación la lignina tratada se usó para producir una composición de aglutinante.

En primer lugar se realizó la fenolización. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		364
fenol	90 %	381
lignina	98 %	446

ES 2 635 045 T3

	concentración	cantidad (g)
H ₂ SO ₄	96 %	9

5 Se mezclaron agua, fenol y lignina con agitación durante aproximadamente 5 - 10 minutos tras lo cual se añadió H₂SO₄. A continuación, la temperatura se aumentó lentamente hasta 135 °C durante un periodo de aproximadamente 3 horas y se mantuvo esa temperatura durante aproximadamente una hora. A continuación, la mezcla se enfrió y el tratamiento terminó dando como resultado lignina fenolizada.

10 A continuación, la lignina fenolizada se alcalinizó. Se mezclaron 430 g de lignina fenolizada con 150 g de NaOH al 50,0 % con calentamiento. A continuación la dispersión se calentó a una temperatura de 75 °C durante aproximadamente 1 hora.

Como resultado de los tratamientos mencionados anteriormente, se formó lignina fenolizada y alcalinizada.

15 Después de los tratamientos de fenolización y alcalinización, se añadieron 38 g de agua y 38 g de fenol (90 %) a la composición, tras lo cual se añadieron 368 g de formaldehído (39,3 %) de una forma escalonada. La temperatura se mantuvo 75 °C. A partir de ese momento el calentamiento continuó a 85 - 90 °C hasta que la viscosidad de la composición formada era de aproximadamente 4×10^{-1} Pa.s (tal como se mide a una temperatura de 25 °C).

20 EJEMPLO 5 - Alcalinización en combinación con hidroximetilación y uso de lignina tratada para producir una composición de aglutinante

En este ejemplo la reactividad de la lignina aumentó mediante alcalinización e hidroximetilación de la lignina, cuando a continuación la lignina tratada se usó para producir una composición de aglutinante. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

agua	220 g
NaOH (primera parte, alcalinización) 50 %	146 g
lignina 61 %	752 g
formaldehído (primera parte, hidroximetilación) 39,30 %	514 g
fenol 90 %	510 g
formaldehído (segunda parte, formación de aglutinante) 39,30 %	566 g
NaOH (segunda parte, formación de aglutinante) 50 %	146 g
NaOH (tercera parte, formación de aglutinante) 50 %	146 g

25 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. A continuación la lignina se dispersó lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y de forma simultánea la temperatura se elevó a aproximadamente 75 °C. Cuando toda la lignina se había dispersado, la dispersión se calentó a aproximadamente 75 °C durante aproximadamente 1 hora. Como resultado la lignina se alcalinizó. A continuación se añadió formaldehído a la dispersión y se permitió que la reacción continuara durante aproximadamente 1 hora dando como resultado una lignina que estaba casi hidroximetilada.

30 La lignina tratada se usó para producir una composición de aglutinante. El fenol se añadió a la composición, seguido de la adición de formaldehído y a continuación NaOH. El calentamiento de la composición formada continuó, con adición de NaOH, a una temperatura de 70 -90 °C hasta que la viscosidad de la composición formada era de aproximadamente 3×10^{-1} Pa.s (tal como se mide a una temperatura de 25 °C).

EJEMPLO 7 - Preparación de una composición de adhesivo

40 En este ejemplo la composición de aglutinante producida en el Ejemplo 4 se usó para la producción de una composición de adhesivo. La composición de aglutinante se mezcló con agentes diluyentes, cargas, catalizadores, aditivos, como ejemplos de los cuales se pueden mencionar, *por ejemplo*, almidón, serrín y endurecedor (por ejemplo, tanino o carbonatos), formando de este modo la composición de adhesivo.

EJEMPLO 8 - Aplicación de la composición de aglutinante para producir un producto de madera contrachapada

5 Los revestimientos de madera que tienen el espesor inferior a 3 mm se pegaron junto con la composición de aglutinante producida en el Ejemplo 5 para producir una madera contrachapada 7. Los resultados mostraban que el efecto de pegado era recientemente bueno como para pegar revestimientos de madera.

EJEMPLO 9 - Aplicación de la composición de adhesivo para producir un producto de madera contrachapada

10 En este ejemplo la composición de adhesivo del Ejemplo 7 se aplicó sobre revestimientos de madera. Los revestimientos de madera se unieron juntos con la composición de adhesivo para formar una madera contrachapada. El contenido de materia seca de la composición de adhesivo estaba entre un 45 % y un 55 %. Los revestimientos de madera con la composición de adhesivo se prensaron mediante la técnica de prensado en caliente a una temperatura entre 120 -170 °C. La composición de adhesivo se curó de forma simultánea. Se encontró que la
15 composición de adhesivo de la presente invención era adecuada para pegar revestimientos de madera juntos y por lo tanto para la fabricación de madera contrachapada.

EJEMPLO 10 - Aplicación de la composición de aglutinante para producir laminados

20 En este ejemplo la composición de aglutinante tal como se produjo en el Ejemplo 4 se usó en una aplicación de impregnación. Durante la producción de laminados, el papel se impregnó con una solución alcohólica de la composición de aglutinante, tras lo cual las capas impregnadas se transfirieron a un horno. El alcohol se volatilizó y la composición de aglutinante se curó parcialmente. Las capas que comprendían la composición semicurada se colocaron a una por encima de la otra y se calentaron mediante la técnica de prensado en caliente para formar
25 tableros o laminados más gruesos uniformes.

En el método de producción de aglutinante presentado en los ejemplos mencionados anteriormente, se usa fenol y formaldehído. Sin embargo, cualquier otra sustancia polimerizable o agente de reticulación se pueden usar igualmente bien en el método de producción de composición de aglutinante tal como será evidente para la persona
30 experta en la materia basándose en la presente memoria descriptiva.

Para una persona con experiencia en la materia es evidente que con los avances de la tecnología, la idea básica de la invención se puede poner en práctica de diversas maneras. La invención y sus realizaciones por lo tanto no se limitan a los ejemplos descritos anteriormente; en su lugar se pueden variar dentro del alcance de las
35 reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para aumentar la reactividad de la lignina, **caracterizado porque** el método comprende las siguientes etapas:
- 5 a) formar, bajo calentamiento a una temperatura de 30 - 70 °C, una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina, en la que el álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino, y en la que la concentración de lignina es de un 10 - 50 % en peso basándose en el peso total de la dispersión en la etapa a); y
- 10 b) calentar la dispersión formada en la etapa a) a una temperatura de 50 - 95 °C para producir una lignina alcalinizada.
2. El método de la reivindicación 1, **caracterizado porque** la concentración de álcali es de un 5 - 50 % en peso basándose en el peso total de la dispersión en la etapa a).
- 15 3. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 2, **caracterizado porque** la concentración de lignina es de un 20 - 50 % en peso basándose en el peso total de la dispersión en la etapa a).
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, **caracterizado porque** la temperatura en la etapa a) es 50 - 65 °C.
- 20 5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4, **caracterizado porque** la temperatura en la etapa b) es 60 - 75 °C.
6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 5, **caracterizado porque** el método comprende, antes de la etapa a), la etapa i) de hacer reaccionar lignina con un compuesto seleccionado entre la clase de fenoles.
- 25 7. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 6, **caracterizado porque** el método comprende, después de la etapa b), la etapa ii) de añadir un aldehído, un derivado de un aldehído, o una combinación de los mismos a la dispersión formada en la etapa b).
- 30 8. Lignina que se puede obtener con el método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 7.
9. Un método para producir una composición de aglutinante, **caracterizado porque** el método comprende la etapa de:
- 35 (iii) calentar una composición acuosa que comprende componentes reactivos incluyendo lignina que se puede obtener con el método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 7, una sustancia polimerizable y un agente de reticulación en presencia de un catalizador a una temperatura de 60 - 95 °C para polimerizar los componentes reactivos hasta que se forme una composición de aglutinante con un valor de viscosidad determinado
- 40 previamente.
10. El método de la reivindicación 9, **caracterizado porque** la etapa (iii) comprende calentar la composición a una temperatura de 65 - 90 °C.
- 45 11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 9 - 10, **caracterizado porque** el agente de reticulación es un aldehído.
12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 9 - 11, **caracterizado porque** la sustancia polimerizable se selecciona entre un grupo que consiste en fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos.
- 50 13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 9 - 12, **caracterizado porque** el catalizador se selecciona entre un grupo que consiste en hidróxido sódico, hidróxido potásico y cualquier mezcla de los mismos.
14. Una composición de aglutinante que se puede obtener con el método de una cualquiera de las reivindicaciones 9 - 13.
- 55 15. Una composición de adhesivo que comprende la composición de aglutinante de la reivindicación 14.
16. El uso de la composición de aglutinante de la reivindicación 14 en una aplicación de impregnación, tal como un revestimiento, para reforzar plástico, para producir un producto moldeado por compresión, un laminado o una laca, o para pegar un producto de madera.
- 60 17. El uso de la composición de adhesivo de la reivindicación 15 para pegar un producto de madera.

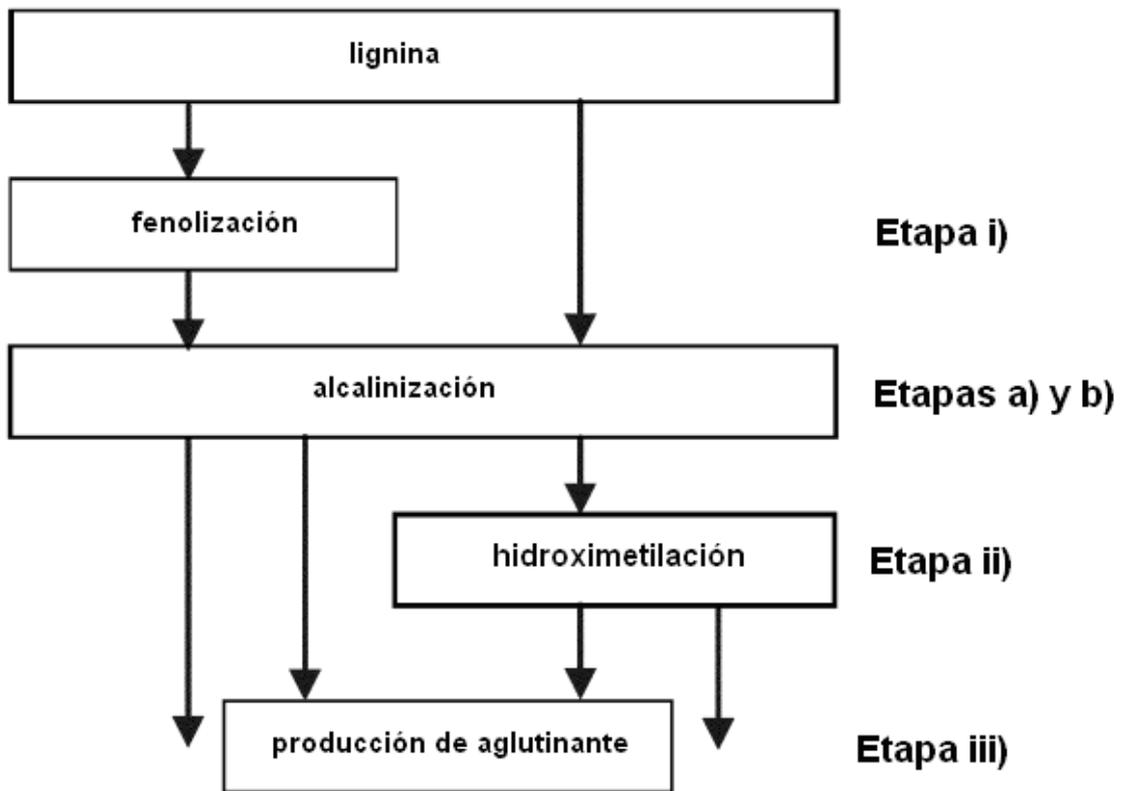


Fig. 1

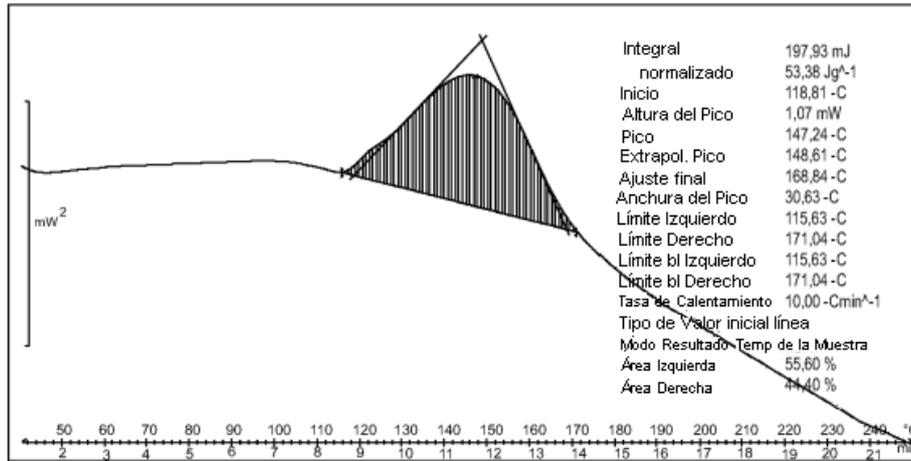


Fig. 2

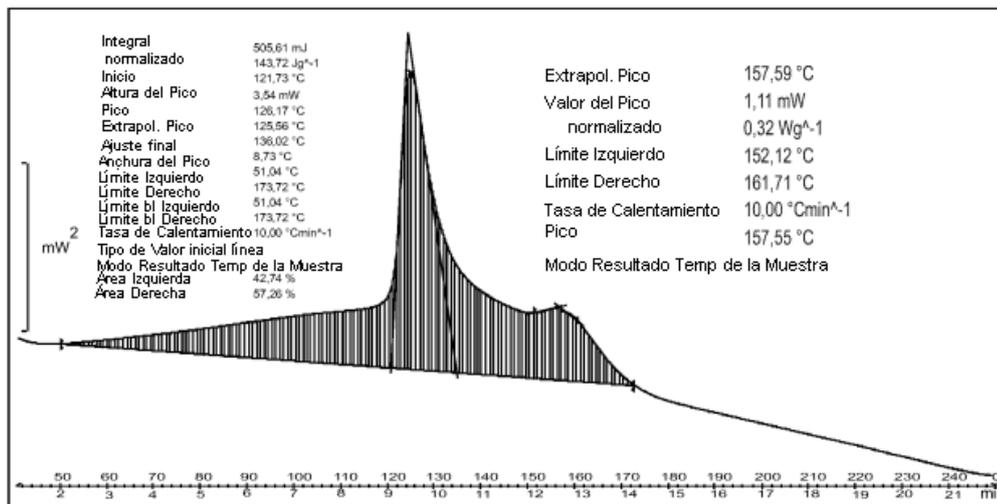


Fig. 3