

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 322**

51 Int. Cl.:

| | | | |
|---------------------|-----------|-------------------|-----------|
| B32B 21/06 | (2006.01) | G01N 21/27 | (2006.01) |
| B32B 29/06 | (2006.01) | G01N 21/84 | (2006.01) |
| G01N 21/35 | (2014.01) | B27N 1/02 | (2006.01) |
| B44C 5/04 | (2006.01) | B27N 7/00 | (2006.01) |
| F26B 25/22 | (2006.01) | F26B 13/00 | (2006.01) |
| B32B 21/02 | (2006.01) | | |
| B32B 29/02 | (2006.01) | | |
| G01N 21/3563 | (2014.01) | | |
| G01N 21/359 | (2014.01) | | |
| G01N 21/3554 | (2014.01) | | |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.03.2014 E 14157764 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2017 EP 2915658**

54 Título: **Procedimiento para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina sobre una placa de material derivado de la madera revestido de un material de soporte que contiene fibras**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.11.2017

73 Titular/es:
**FLOORING TECHNOLOGIES LTD. (100.0%)
SmartCity Malta SCM01, Office 406, Ricasoli
Kalkara SCM1001, MT**

72 Inventor/es:
**KALWA, NORBERT y
DENK, ANDRE**

74 Agente/Representante:
VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 644 322 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

Procedimiento para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina sobre una placa de material derivado de la madera revestido de un material de soporte que contiene fibras

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina sobre una placa de soporte según el preámbulo de la reivindicación 1.

10 Las placas de material derivado de la madera como materiales de soporte se usan en los más diversos sectores y están ampliamente extendidas. Así se conocen placas de material derivado de la madera entre otras cosas por el uso como paneles para suelos, por ejemplo en forma de suelos laminados, como placas de material aislante para la zona interior y la zona exterior o también como paneles de pared. Las placas de material de este tipo se fabrican habitualmente a partir de fibras de madera, virutas de madera o filamentos. En el caso de suelos laminados se usan por ejemplo placas HDF (HDF = placa de fibras con densidad aparente elevada) fabricadas a partir de fibras de
15 madera con múltiples decoraciones y capas protectoras aplicadas sobre éstas.

Como capa de protección o de desgaste se conoce por ejemplo el uso de los denominados papeles de revestimiento. Estos papeles de revestimiento son papeles delgados, impregnados normalmente con una resina de melamina, estando introducidas mediante mezclado partículas inhibidoras del desgaste, como por ejemplo partículas de corindón, en la resina sintética del revestimiento, para aumentar la resistencia a la abrasión del laminado o de la placa de material derivado de la madera. Además del uso de estos papeles de revestimiento como capa de desgaste se aplica en otra variante un polvo sobre la superficie de la placa de material, que comprende por ejemplo fibras naturales o sintéticas, partículas resistentes a la abrasión y aglutinantes. También en este caso, mediante el uso en particular de partículas inhibidoras del desgaste se eleva la resistencia a la abrasión y la estabilidad de la superficie de la placa de material. Un procedimiento para la producción de una placa de material derivado de la madera de este tipo se describe a modo de ejemplo en el documento EP 1 977 909 A2.
20
25

Además de las capas de desgaste mencionadas anteriormente en forma de un papel de revestimiento o de un polvo con partículas resistentes a la abrasión se conoce también la aplicación de una resina líquida como capa protectora, en la que puede haber contenidas igualmente partículas inhibidoras del desgaste, como por ejemplo partículas de corindón o esferas de vidrio. Una capa de resina líquida de este tipo se denomina también como de revestimiento líquido (documento EP 2 338 693 A1).
30

En la producción de placas de material derivado de la madera mediante el uso de revestimiento líquido es un criterio decisivo para garantizar la calidad, la determinación de la humedad durante el proceso de revestimiento. En el revestimiento de placas de material derivado de la madera, como por ejemplo de placas de material derivado de la madera provistas de una capa de decoración, con resinas termoendurecibles que contienen agua, como por ejemplo resinas de urea o de melamina, debe reducirse el agua de la resina mediante convección y/o irradiación, por ejemplo por medio de radiación de infrarrojo (IR) y/o radiación de infrarrojo cercano (NIR) hasta obtener un porcentaje definido. El agua que va a separarse procede por un lado de la solución acuosa de resina y por otro lado se produce mediante el curado de la resina debido a la reacción de condensación del agua adicional. Este contenido de agua debe moverse en un marco relativamente estrecho, dado que de lo contrario pueden aparecer problemas de calidad durante el procesamiento o en el producto acabado.
35
40

El problema básico que se plantea en la determinación de la humedad de placas con estructura líquida es la proporción relativamente desfavorable entre la cantidad de agua de resina aplicada y el peso total de la placa revestida. Esta proporción se encuentra en aproximadamente de 1:30 a 1:50, es decir, la capa de de revestimiento líquida aplicada está prevista en capas muy delgadas. Debido a la proporción baja en lo que a peso se refiere del revestimiento líquido es difícil de determinar por ejemplo de manera gravimétrica la reducción de la humedad. Un procedimiento de este tipo se aplica por ejemplo en la determinación de la humedad residual de papeles impregnados con resinas termoendurecibles. Allí se encuentra la proporción entre el soporte (papel) y la resina en aproximadamente 1:1.
45
50

Tampoco es posible una determinación de la humedad de una capa de resina, la cual está aplicada como revestimiento líquido sobre una placa de material derivado de la madera, a través de una denominada muestra seca. El procedimiento de muestra seca es el procedimiento más preciso para la determinación de la humedad de la madera, secándose una muestra a 103+/-2 °C durante 24 horas en un horno de secado. La humedad de la madera se define como la proporción del peso del agua contenida en la madera con respecto al peso de la madera absolutamente seca (peso seco). La humedad de la madera es según esto la proporción entre el peso en húmedo y el peso en seco (peso seco).
55
60

En la aplicación de la muestra seca en una placa de material revestida de un revestimiento líquido se determinaría de manera correspondiente no solo la humedad de la capa de de revestimiento líquido, sino también la humedad del material derivado de la madera, de modo que se obtendría solo un valor de la humedad total de la placa y del revestimiento. Tampoco permitiría la muestra seca o el procedimiento seco debido al proceso de secado de 24 horas ninguna modificación o influencia a corto plazo sobre el procedimiento de secado dentro de la línea de fabricación.
65

Además, una determinación de la humedad de este tipo puede realizarse también solo con una placa de material terminada de revestir tras abandonar la línea de fabricación y por consiguiente no permite tampoco por este motivo ninguna intervención en el proceso de fabricación.

5 Tampoco la posibilidad del cierre de la placa de material derivado de la madera, dicho de manera más precisa, de la placa de soporte de madera, mediante una lámina impermeable al agua sería adecuada para solucionar el problema, dado que ésta no permitiría el paso de la humedad. Esto contribuiría de forma correspondiente a un falseamiento del resultado, dado que la humedad pasaría a la capa de imprimación. Además de ello harían su aparición problemas de adherencia de la resina sobre una lámina impermeable al agua de este tipo.

10 Un problema adicional resulta al usarse materiales de soporte como papeles decorativos o láminas de acabado dispuestos sobre la placa de material derivado de la madera. Este tipo de papeles se pegan o se aplican mediante presión sobre la placa de material derivado de la madera mediante el uso de colas o aglutinantes adecuados como resinas de melamina-formaldehído o resinas de urea-formaldehído. Debido a la capacidad de absorción del papel, éste absorbe una parte considerable del aglutinante (en el caso de la resina de urea-formaldehído hasta un 40 %). El papel presenta de esta manera tras la aplicación sobre la placa de material derivado de la madera una humedad adicional, la cual penetra en el papel por la parte de abajo del mismo, proveniente de la placa de material derivado de la madera. Una cuantificación del grado de humedad condicionado por el proceso de pegado del papel hasta ahora no es posible, sería no obstante deseable para lograr un control de proceso y una flexibilidad mejorados con respecto a los diferentes papeles durante el proceso de producción de suelos laminados y paneles.

15 La presente invención se basa por lo tanto en la tarea técnica de poner a disposición un procedimiento con el cual sea posible la determinación del contenido de humedad de una capa de resina, por ejemplo, un revestimiento líquido, que se aplica por ejemplo sobre un papel decorativo dispuesto sobre una placa de material derivado de la madera, que permita una determinación lo suficientemente precisa de la humedad y debido a lo cual puedan suprimirse defectos de calidad que pueden asignarse al contenido de humedad de la capa de resina.

Esta tarea se soluciona según la invención mediante un procedimiento con las características de la reivindicación 1.

20 Según esto se pone a disposición un procedimiento para la determinación del contenido de humedad de al menos una capa de resina, estando la capa de resina aplicada sobre al menos un material de soporte que contiene fibras dispuesto y pegado sobre una nueva página_comunicación 7.2.2017 placa de material derivado de la madera.

El presente procedimiento comprende los siguientes pasos:

- 35
- registrar al menos un espectro de NIR de la capa de resina prevista sobre la al menos una placa de material derivado de la madera usando un detector de NIR en un intervalo de longitudes de onda de entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente de entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente de entre 900 nm y 1700 nm;
 - 40 - determinar el contenido de humedad de la capa de resina mediante comparación del espectro de NIR determinado para la capa de resina que va a medirse con al menos un espectro de NIR determinado para al menos una muestra de referencia con contenido de humedad conocido por medio de un análisis de datos multivariado (MDA),
 - 45 - determinándose previamente el al menos un espectro de NIR determinado para la al menos una muestra de referencia con contenido de humedad conocido usando el mismo detector de NIR en un intervalo de longitudes de onda de entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente de entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente de entre 900 nm y 1700 nm, y
 - 50 - actuando la superficie del material de soporte que contiene fibras como capa reflectante de NIR.

En el presente procedimiento, el al menos un material de soporte que contiene fibras da lugar a una reflexión de los rayos de NIR dirigidos hacia la capa de resina. El material de soporte que contiene fibras puede denominarse de esta manera también capa reflectante de NIR.

55 El presente procedimiento permite según esto la determinación de la humedad o del contenido de humedad de una capa de resina, por ejemplo de un revestimiento líquido, que está aplicada sobre la superficie de un material de soporte que contiene fibras, que por su parte está dispuesto sobre una placa de material derivado de la madera. La determinación de la humedad de la capa de resina se produce inmediatamente a continuación del revestimiento y/o del secado de la misma en dispositivos conocidos de revestimiento y de secado. Es especialmente ventajoso que mediante el uso del detector de NIR puede llevarse a cabo una determinación de la humedad en una capa de resina delgada que está dispuesta por su parte sobre un material de soporte que contiene fibras, teniendo el material de soporte que contiene fibras mismo una determinada humedad. Dicho con otras palabras, con el presente procedimiento puede determinarse no solo la humedad de la capa de resina aplicada nueva página_comunicación 7.2.2017 a modo de ejemplo de comparación, sino también la humedad del material de soporte que contiene fibras conjuntamente.

El uso de espectroscopia de NIR para la determinación de propiedades como humedad, contenido de resina y de cera de virutas de madera o fibras de madera sueltas se conoce del documento US 2007/0131862 A1. Se determinan en este caso no obstante las propiedades de virutas de madera y fibras de madera sueltas antes de la compresión de las mismas dando lugar a placas de material derivado de la madera. El presente procedimiento permite por el contrario la determinación de la humedad de una capa de resina sobre una placa de material derivado de la madera ya comprimida o provista por ejemplo de un papel decorativo.

En el documento WO 2007/021235 A1 se describe un procedimiento para la producción de sustratos de varias capas, como por ejemplo, placas de material derivado de la madera de varias capas, supervisándose y controlándose mediante espectroscopia de NIR la cantidad de resina a aplicar sobre el sustrato. Para ello se establecen al menos dos conjuntos de datos de medición en el proceso de producción por ejemplo mediante el uso de espectroscopia de NIR, basándose en los cuales se determina un modelo de calibrado como por ejemplo PLS. En este caso no se produce sin embargo ninguna reflexión de la radiación NIR de la superficie de un material de soporte que contiene fibras.

El contenido de humedad de las capas de resina que van a medirse se encuentra de forma preferente en valores de como máximo el 15 % en peso, preferentemente como máximo el 10 % en peso, en particular preferentemente como máximo el 8 % en peso. Se prefiere muy especialmente cuando el contenido de humedad que va a determinarse de la capa de resina se encuentra entre el 4 y el 8 % en peso.

El contenido de humedad del material de soporte que contiene fibras puede variar por el contrario, en dependencia de la resina usada y del contenido de materia sólida, fuertemente. El material de soporte puede presentar de esta manera tras aplicarse sobre la placa de material derivado de la madera, una humedad residual de hasta 400 %, preferentemente de hasta 300 %, en particular del 100 %.

El material de soporte que contiene fibras se aplica y se pega de manera preferente sobre la superficie de la placa de material derivado de la madera mediante el uso de un aglutinante líquido adecuado. En este caso, el aglutinante o la resina de empapado puede aplicarse o aplicarse mediante rodillo en primer lugar sobre la superficie de la placa de material derivado de la madera y el material de soporte que contiene fibras (seco o sin resina) se coloca o un lado del material de soporte que contiene fibras, preferentemente el lado inferior del material de soporte, se impregna (parcialmente) con el aglutinante y el material de soporte (parcialmente) impregnado se pega con la placa de material derivado de la madera. Dicho con otras palabras, el al menos un material de soporte que contiene fibras está provisto al menos por un lado del al menos un aglutinante. Una combinación de estos pasos también es posible, es decir, el agente aglutinante o de impregnación se aplica tanto sobre la superficie de la placa de material derivado de la madera, como también sobre un lado, preferentemente el lado inferior, del material de soporte que contiene fibras.

En una forma de realización preferente del presente procedimiento hay dispuesta una capa del material de soporte que contiene fibras sobre la placa de material derivado de la madera. Es posible y concebible por lo general no obstante también, usar más de una capa de un material de soporte que contiene fibras, por ejemplo, dos o tres capas. De esta manera, en una forma de realización puede haber prevista sobre la placa de material derivado de la madera en primer lugar una capa de papel decorativo con a continuación capa de papel de revestimiento.

En todo caso el material de soporte que contiene fibras absorbe humedad del aglutinante. Adicionalmente a la humedad del agente aglutinante o de impregnación, el material de soporte que contiene fibras absorbe humedad de la capa de resina líquida aplicada sobre la superficie del material de soporte (es decir, el lado opuesto al lado del material de soporte que contiene fibras provisto del agente de impregnación). La humedad absorbida por el material de soporte está determinada en particular por el comportamiento de absorción del material de soporte que contiene fibras, que depende del tipo de fibras usado en el material de soporte. De esta manera, un material de soporte de fibras de madera presentará una capacidad de absorción más reducida en comparación con un material de soporte de fibras de celulosa.

El agente aglutinante o de impregnación que se usa en el presente caso es de forma preferente una resina de melamina-formaldehído, una resina de melamina-urea, una resina de poliuretano o una resina de acrilato, por ejemplo, con un contenido de materia sólida de entre el 30 al 80 %, preferentemente de 40 a 70 %, en particular preferentemente de 50 a 60 %.

En una forma de realización del presente procedimiento, el al menos un material de soporte que contiene fibras está fabricado a partir de fibras orgánicas, fibras inorgánicas o una mezcla de las mismas. Las fibras orgánicas pueden estar elegidas del grupo que comprende fibras de madera, fibras de celulosa blanqueadas o no blanqueadas, fibras de algodón, fibras de yute, fibras de cáñamo, fibras de bambú, fibras de lino, fibras de sisal y fibras de lana. Las fibras inorgánicas pueden estar elegidas del grupo de fibras de material sintético, en particular fibras de poliéster, tereftalato de polietileno, poliamida, poliimida, aramida, poliacrilonitrilo, politetrafluoroetileno, polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, poliuretano; fibras de vidrio y fibras de cerámica. De manera preferente se usan fibras las cuales disponen de una suficiente estabilidad lumínica.

5 En dependencia de las fibras usadas, el al menos un material de soporte que contiene fibras puede presentarse en correspondencia en forma de un papel impreso o no impreso, como tejido no tejido o como lámina. Como material de soporte que contiene fibras puede usarse por ejemplo, un papel decorativo, un papel de revestimiento, una lámina de acabado, un papel kraft, un material impregnado previamente (papel impregnado previamente) o un tejido no tejido de vidrio.

10 Los detectores de NIR permiten la determinación de la humedad o del contenido de agua en los más diversos materiales, tal como por ejemplo resinas, materiales derivados de la madera, pellets de madera, cereales etc. En este tipo de medición se realizan en pocas décimas de segundos varios cientos de mediciones de NIR, de modo que se garantiza también una seguridad estadística de los valores medidos. Es esencial a este respecto que mediante una calibración usando muestras secas se comparen valores de humedad reales con los valores de medición determinados por espectroscopia. Esto es posible fácilmente en el caso de cereales o pellets de madera, dado que debe determinarse la humedad total. En la determinación de la humedad en un sistema de revestimiento sobre un material derivado de la madera, como en este caso en el caso de un revestimiento líquido sobre una placa de material derivado de la madera, falla el procedimiento descrito debido al agua que se evapora adicionalmente del material de soporte.

20 Esto no es válido solo para todas las placas de material derivado de la madera, sino también para otras placas de soporte que contienen humedad residual. Todas éstas pueden usarse como soporte para perfeccionamientos decorativos en las más diversas aplicaciones. A este respecto o bien se imprimen o se dotan, como en el presente caso, de un material de soporte que contiene fibras adicional y de capas de desgaste a base de resinas acuosas. En particular éstas pueden ser placas de virutas, placas de fibras, placas OSB, contrachapado, placas de óxido de magnesio, materiales compuestos de madera-plástico, placas de material plástico, placas de virutas/fibras de cemento y placas de fibras de yeso. La lista puede alargarse de manera discrecional y no tiene ninguna pretensión de completitud.

25 En correspondencia puede usarse como placa de soporte una placa de material derivado de la madera en forma de una placa de fibras de densidad media (MDF), placa de fibras de alta densidad (HDF) o placa de virutas gruesas (OSB) o placa de contrachapado, una placa de fibras de cemento y/o placa de fibras de yeso, una placa de óxido de magnesio, una placa de madera-plástico y/o una placa de material plástico.

35 El presente procedimiento para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina, la cual está prevista sobre un material de soporte que contiene fibras dispuesto sobre una placa de material derivado de la madera, usando un detector de NIR aprovecha por el contrario el hecho de que la radiación de NIR no atraviesa toda la placa de material, es decir, la capa de resina y la placa de soporte, sino que se refleja en la superficie del material de soporte que contiene fibras. La radiación de NIR atraviesa según esto en el presente procedimiento única y exclusivamente la capa de resina, por ejemplo la capa de de revestimiento líquido y es reflejada por la superficie del material de soporte que contiene fibras como capa que refleja NIR. La radiación de NIR reflejada es absorbida por la capa de resina de una manera característica y se usa el espectro de NIR determinado para la determinación del contenido de humedad.

40 Un espectro de NIR determinado para una capa de resina, tal como por ejemplo una resina de melamina, presenta una clara banda de absorción ancha con un máximo de absorción en aproximadamente 1490 nm. Esta banda es típica entre otras, para la resina de melamina y corresponde a la primera oscilación superior de grupos N-H. Además está presente también normalmente una banda de agua en aproximadamente 1450 nm. Debido al solapamiento de las dos bandas aparece la banda de agua como reborde de la banda ancha.

45 Un contenido de humedad distinto de las capas de resina puede distinguirse en particular a la altura de la línea base de los espectros NIR, por el contrario apenas se diferencian las formas de los espectros NIR. No pudo detectarse una relación lineal entre el valor de absorción en el máximo de banda en aproximadamente 1490 nm y el contenido de humedad de acuerdo con la ecuación $(I) y = mx + b$, lo que se debe probablemente a la atenuación de la intensidad de la banda de absorción de grupos N-H mediante una policondensación progresiva de la resina.

50 De manera correspondiente se realizan la comparación y la interpretación de los espectros de NIR por todo el intervalo espectral registrado. Esto se lleva a cabo con el análisis de datos multivariado (MDA). En los procedimientos de análisis multivariado se someten a estudio al mismo tiempo habitualmente varias variables estadísticas. Para ello se reduce el número de variables contenido en un conjunto de datos, sin disminuir al mismo tiempo la información contenida en los mismos.

55 En el presente caso se realiza el análisis de datos multivariado a través del procedimiento de la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS), de manera que puede crearse un modelo de calibración adecuado. La evaluación de los datos obtenidos se realiza de forma preferente con un software de análisis adecuado, tal como por ejemplo con el software de análisis SIMCA-P de la empresa Umetrics AB.

60 Se prefiere cuando la muestra de referencia con contenido de humedad conocido comprende al menos una capa de resina en particular secada previamente, aplicada sobre un material de soporte que contiene fibras como por

ejemplo, un papel decorativo o un papel de revestimiento, que está pegado por su parte sobre una placa de material derivado de la madera. La capa de resina, la capa de material de soporte que contiene fibras y la placa de material derivado de la madera de la muestra de referencia son a este respecto preferentemente similares a la muestra que va a medirse constituida por capa de resina, material de soporte que contiene fibras y placa de material derivado de la madera. Con otras palabras, la capa de resina de la muestra de referencia presenta la misma composición que la capa de resina que va a medirse. Lo mismo es válido para el material de soporte que contiene fibras que se usa y la placa de material derivado de la madera.

La similitud de la muestra que va a medirse y la muestra de referencia es esencial en particular con el uso de capas de resina con aditivos, tales como agentes ignífugos, fibras, nanotubos de carbono y otros aditivos. La adición de aditivos a la capa de resina da como resultado habitualmente picos adicionales en el espectro de NIR y eventualmente un desplazamiento de la línea base. De manera correspondiente se requiere una nueva calibración o la creación de un nuevo modelo de calibración usando una muestra de referencia similar.

La relación entre el contenido de humedad de una capa de resina y el espectro de NIR de esta capa de resina se determina de manera preferente tal como se describe a continuación.

En primer lugar se seca en un horno de secado una primera muestra, por ejemplo en forma de una placa de material derivado de la madera provista de un papel decorativo con una capa de resina previamente secada, por ejemplo a 103 +/-2 °C durante 2 horas y tras el enfriamiento de la muestra secada con exclusión de humedad se realiza una medición con el detector de NIR. El espectro de NIR determinado para una muestra completamente secada (muestra seca) se usa como valor cero.

A continuación se pulverizan placas de soporte secadas previamente y dotadas de una capa de resina y un material de soporte que contiene fibras, como un papel decorativo, con una cantidad definida de agua, que se distribuye en la matriz de resina. Las placas de soporte salpicadas o pulverizadas con agua de ese modo se miden en un detector de NIR y se determinan los espectros de NIR para estas placas de soporte pulverizadas con una cantidad definida de agua. Debido al alto número de mediciones en el intervalo de pocas décimas de segundo se elimina a este respecto una distribución desigual eventualmente existente del agua aplicada por pulverización.

A continuación se realiza la elaboración de un modelo de calibración adecuado, preferentemente de la manera descrita a continuación. En primer lugar se crea un modelo de calibración a partir de los espectros de las muestras con contenido de humedad conocido (es decir, de las placas de soporte salpicadas con agua) usando la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS). Este modelo se usa para la determinación de la humedad residual en la muestra seca. Con la aplicación de este modelo de calibración se calcula mediante el programa de análisis un contenido de humedad para la muestra seca (placa de soporte secada con capa de resina), resultando para la muestra seca un valor de humedad o contenido de humedad negativo. A continuación se suma la cantidad del contenido de humedad para la muestra seca a todos los valores de humedad usados de las placas de soporte salpicadas con agua (muestras de calibración) y se fija el contenido de humedad de la muestra seca igual a cero. A partir de estos nuevos valores de calibración de la humedad y de los espectros NIR medidos se crea con ayuda de la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS) un nuevo modelo de calibración que establece una relación entre los espectros NIR medidos de una capa de resina que va a medirse sobre una placa de soporte, por ejemplo una placa de material derivado de la madera, y los espectros NIR de muestras de referencia con proporción de humedad conocida. Este segundo modelo de calibración puede usarse para la predicción del contenido de humedad a partir de los espectros NIR medidos de las muestras no conocidas.

Ha de considerarse en el modelo de calibración descrito anteriormente que no es esencial determinar el contenido de humedad absoluto de una capa de resina, sino que más bien se ofrece la posibilidad de correlacionar el contenido de humedad de una capa de resina con las propiedades de calidad del producto de material final. Esto significa que los valores de humedad determinados no han de considerarse como valores de humedad absolutamente precisos, sino como valores aproximados. Esto permite entonces el desarrollo y la realización de medidas para la mejora de la calidad y/o para el control de procedimiento de la línea de fabricación de placas de material, por ejemplo placas de material derivado de la madera. Así puede adaptarse por ejemplo la potencia de la secadora o el avance en caso de secado insuficiente de una capa de resina. Además puede realizarse naturalmente también, mediante la existencia de valores de medición de NIR, una búsqueda de errores según el principio de exclusión, lo que no era posible anteriormente.

En una forma de realización del presente procedimiento, la capa de resina que va a medirse está compuesta de al menos una resina que contiene formaldehído, en particular una resina de melamina-formaldehído, una resina de urea-formaldehído o mezclas de las dos. Es posible también además de ello, el uso de sistemas acuosos de poliuretano (PU) o acrilato.

La cantidad de la capa de resina que va a medirse puede encontrarse entre 10 y 150 g de resina sólida/m², preferentemente entre 20 y 100 g de resina sólida/m², en particular preferentemente entre 40 y 60 g de resina sólida/m².

Es igualmente posible que la capa de resina que va a medirse presente partículas resistentes a la abrasión, fibras naturales y/o sintéticas y otros aditivos. La capa de resina que va a medirse se aplica normalmente en forma de una suspensión de resina líquida de las resinas mencionadas anteriormente con los correspondientes aditivos sobre la superficie de la placa de material derivado de la madera.

5 Las fibras naturales o sintéticas usadas en la capa de resina (revestimiento líquido) se seleccionan preferentemente del grupo que contiene fibras de madera, fibras de celulosa, fibras de celulosa parcialmente blanqueadas, fibras de lana, fibras de cáñamo y fibras de polímero orgánicas o inorgánicas. También aquí las fibras usadas deberían tener una suficiente estabilidad lumínica.

10 Las partículas resistentes a la abrasión del revestimiento líquido se seleccionan de manera preferente del grupo que contiene óxidos de aluminio, corindón, carburos de boro, dióxidos de silicio, carburos de silicio y esferas de vidrio, prefiriéndose en especial partículas de corindón, esferas de vidrio/esferas huecas o partículas de vidrio.

15 Tal como se ha mencionado ya con anterioridad, puede añadirse a la capa de resina que puede curarse térmicamente al menos un aditivo que puede seleccionarse del grupo que contiene sustancias conductoras, agentes ignífugos o sustancias luminiscentes. Las sustancias conductoras pueden seleccionarse del grupo que contiene hollín, fibras de carbono, polvo metálico y nanopartículas, en particular nanotubos de carbono. Pueden usarse también combinaciones de estas sustancias. Como agentes ignífugos pueden añadirse a la capa de resina por ejemplo fosfatos, boratos, en particular polifosfato de amonio, fosfato de tris(tri-bromoneopentilo), borato de cinc o complejos de ácido bórico de alcoholes polivalentes. El uso de agentes ignífugos conduce a una reducción de la inflamabilidad y por tanto es importante en particular en caso de suelos laminados que se usan en espacios cerrados con exigencias especiales en lo que se refiere a la protección frente a incendios o en trayectos de huida en caso de incendio.

25 Tal como se ha mencionado ya con anterioridad, pueden modificarse debido a la adición de agentes ignífugos, fibras y otros aditivos los espectros de NIR mediante picos adicionales. Puede producirse también un desplazamiento de la línea base de los espectros de NIR, lo que debe considerarse de manera correspondiente en la creación del modelo de calibración. Según esto es necesario crear, con el uso de aditivos para la capa de resina, un modelo de calibración usando una muestra de referencia que presente los mismos aditivos en la capa de resina.

30 Para la mejora de la baja inflamabilidad pueden añadirse naturalmente también a las placas de soporte, en particular a las placas de material derivado de la madera, correspondientes agentes ignífugos.

35 Como sustancias luminiscentes se usan de manera preferente sustancias fluorescentes y/o fosforescentes de base inorgánica u orgánica, en particular sulfuro de cinc y aluminatos alcalinotérreos. Las sustancias luminiscentes pueden aplicarse en formas geométricas mediante plantillas sobre la superficie. Mediante la introducción de estas sustancias colorantes en la superficie de placas de material que pueden usarse como paneles de suelo o de pared por ejemplo en habitaciones espacios, es posible por consiguiente en caso de pérdida de iluminación una indicación a lo largo de trayectos de huida y la dirección de huida.

45 En una forma de realización, la capa de resina que va a medirse comprende más de una capa, por ejemplo al menos dos capas de una resina. De esta manera, la capa de resina que va a medirse puede estar constituida por tres capas de resina, o puede comprender tres capas de resina, habiendo contenidas partículas resistentes a la abrasión, por ejemplo partículas de corindón, en una de las tres capas de resina, habiendo contenidas fibras naturales y/o sintéticas, tales como por ejemplo fibras de celulosa, en una segunda capa de resina de las tres capas de resina y pudiendo haber presentes de nuevo partículas resistentes a la abrasión, tales como por ejemplo partículas de vidrio, en una tercera capa de resina de en total tres capas de resina. En una forma de realización especialmente preferente se aplica la capa de la capa de resina que contiene partículas de corindón sobre la placa de material como primera capa, a continuación le sigue la aplicación de la segunda capa de resina que contiene las fibras de celulosa y finalmente se aplica la tercera capa de resina que contiene partículas de vidrio como capa superior de la capa de resina. La primera capa de resina puede contener del 15 al 25 % en peso, preferentemente el 20 % en peso de partículas de corindón, la segunda capa de resina del 3 al 7 % en peso, preferentemente el 5 % en peso de fibras de celulosa y la tercera capa de resina del 15 al 25% en peso, preferentemente el 20 % en peso de partículas de vidrio.

55 Un procedimiento para la fabricación de la capa de revestimiento líquido descrita se ha descrito entre otros en el documento EP 233 86 93 A1. Según esto, tras la limpieza del lado superior y/o inferior de una placa de material derivado de la madera se realiza en primer lugar la aplicación de una primera capa de resina superior que contiene partículas de corindón sobre el lado superior y/o lado inferior de la placa de material derivado de la madera, un secado de esta primera capa de resina, por ejemplo hasta obtener una humedad residual de como máximo el 10 % en peso, preferentemente del 4 al 8 % en peso, aplicación posterior de una segunda capa de resina que contiene fibras de celulosa sobre el lado superior y/o lado inferior de la placa de material derivado de la madera, secado repetido o secado ligero de la segunda capa de resina, por ejemplo hasta obtener una humedad residual de como máximo el 10 % en peso, preferentemente del 4 al 8 % en peso, aplicación de una al menos tercera capa de resina que contiene partículas de vidrio sobre el lado superior y/o el lado inferior con secado ligero posterior de la tercera

capa de resina, por ejemplo igualmente hasta obtener una humedad residual de como máximo el 10 % en peso, preferentemente del 4 al 8 % en peso y una compactación final de la estructura de capas mediante acción de presión y de temperatura. Mediante el uso de un de revestimiento líquido puede prescindirse del papel de revestimiento previsto por lo demás normalmente.

5 Un problema en la detección de la humedad mediante NIR es que el detector es sensible a los colores. Esto significa que con igual humedad en la proyección de resina, pero en su claridad presiones muy diferentes sobre la placa, se indican diferentes valores de humedad. Debido a ello se forman en el caso del uso de papeles decorativos como material de soporte que contiene fibras reflectante con el fin de la calibración, respectivamente clústeres de decoraciones, los cuales presentan un ajuste de color o una distribución de color parecidos. También aquí resulta útil el uso del análisis de datos multivariado (MDA). De esta manera pueden unirse espectros de calibración de clústeres diferentes con la ayuda de la regresión PLS dando lugar a un modelo de calibración con el cual pueden medirse todas las muestras sin calibración adicional. De esta manera se soluciona el problema de la sensibilidad al color del detector de NIR.

15 En el caso del uso de papeles decorativos como materiales de soporte que contiene fibras puede estar previsto, pero no es necesario, sobre el papel decorativo aún al menos una capa de protección adicional, por ejemplo de una resina o pintura endurecible mediante radiación. Esta capa de protección sirve en particular para la protección de la decoración en el caso de un almacenamiento intermedio de las placas de soporte impresas antes del procesamiento posterior mediante la aplicación de la capa de revestimiento líquida. La resina de protección puede ser una resina compatible con agua, preferentemente una resina que contiene formaldehído. La capa de protección de resina dispuesta sobre la capa decorativa se seca de forma ligera normalmente en un horno de secado continuo. Si la capa de protección aplicada sobre la capa decorativa consiste por el contrario en una pintura endurecible mediante radiación, como por ejemplo del grupo de los acrilatos, acrilatos modificados y/o epóxidos, la reticulación y el secado de la misma se produce mediante el uso de radiación UV o de electrones. La capa de protección prevista sobre la capa decorativa se presenta para el posterior procesamiento de forma preferente en forma secada ligeramente y/o ligeramente gelificada.

30 En el caso del uso de placas de material derivado de la madera como placas de soporte, como por ejemplo una placa de fibras de densidad media (MDF), placa de fibras de alta densidad (HDF) o placa de virutas gruesas (OSB) o placa de contrachapado, una placa de fibras de cemento y/o placa de fibras de yeso, éstas contienen como aglutinante resinas que contienen formaldehído, tales como resina de melamina-formaldehído, resina de urea-formaldehído o mezcla de las dos o resina de fenol-formaldehído.

35 El presente procedimiento para la determinación del contenido de humedad puede aplicarse en resumen para una placa de soporte, en particular para una placa de material derivado de la madera con la siguiente estructura:

- placa de soporte, por ejemplo, como placa de material derivado de la madera de fibras de madera,
- 40 - al menos una capa de un aglutinante, por ejemplo, una resina de impregnación,
- al menos una capa no resinada o eventualmente impregnada parcialmente de un material de soporte que contiene fibras, por ejemplo un papel decorativo o un papel de revestimiento, y
- 45 - capa de resina que va a ser medida (capa de revestimiento), la cual puede consistir en varias capas de resina, por ejemplo, en hasta tres capas de resina y más.

50 Son posibles correspondientemente formas de realización con las siguientes estructuras de capa (de arriba hacia abajo):

- a) placa de material derivado de la madera, capa de aglutinante líquido (en particular capa de resina líquida), material de soporte que contiene fibras (en particular papel decorativo), capa de resina;
- b) placa de material derivado de la madera, capa de aglutinante líquido (en particular capa de resina líquida), un primer material de soporte que contiene fibras (en particular papel decorativo), un segundo material de soporte que contiene fibras (en particular un papel de revestimiento), capa de resina; y/o
- 55 c) placa de material derivado de la madera, capa de aglutinante líquido (en particular capa de resina líquida), material de soporte que contiene fibras impregnado parcialmente (en particular papel decorativo impregnado parcialmente), capa de resina.

60 De manera importante puede añadirse que la capa de resina que va a medirse puede estar dispuesta tanto sobre el lado superior como también sobre el lado inferior de la placa de soporte, en particular placa de material derivado de la madera.

65 En una variante del presente procedimiento se realiza el contenido de humedad de la capa de resina tras la aplicación de la capa de resina por ejemplo por medio de rodillos y un paso de secado posterior en un segmento de secadora, por ejemplo en una secadora de convección, secadora IR y/o NIR, usando el al menos un detector de

NIR. De manera correspondiente hay dispuesto al menos un detector de NIR en una línea de fabricación de placas de material en dirección del procesamiento detrás de un dispositivo de aplicación y de un dispositivo de secado.

5 Para el caso de que la capa de resina que va a medirse esté constituida por varias capas (capas de resina), que se aplican en pasos de procedimiento respectivamente separados, como se ha descrito anteriormente, se realiza la determinación del contenido de humedad de cada capa de resina individual respectivamente tras la aplicación y el secado de esta capa de resina. Así, en una variante de la capa de resina con tres capas de resina puede realizarse el contenido de humedad respectivamente tras la aplicación de la primera capa, de la segunda capa y de la tercera capa. Debido a ello es posible adaptar y ajustar el contenido de humedad de las capas de resina o de la capa de resina final ya durante el procedimiento de fabricación en la línea de fabricación de las placas de material.

15 El presente procedimiento para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina prevista sobre una placa de material derivado de la madera presenta varias ventajas. De esta manera el procedimiento permite una medición continua sin perturbaciones de la humedad en la superficie (medición en línea). Además se elimina la influencia de la tinta en los valores de medición y pueden medirse humedades en capas de resina en un intervalo de cantidad de entre 10 y 150 g de resina sólida/m². También permite el presente procedimiento la aplicación de un sistema regulado automáticamente con mensaje de alarma.

20 El presente procedimiento para la determinación del contenido de humedad de al menos una capa de resina prevista sobre al menos una placa soporte se realiza en un dispositivo o línea de fabricación para la fabricación de placas de material, que comprende al menos un dispositivo de aplicación, al menos un dispositivo de secado y al menos un detector de NIR para la realización del procedimiento según la invención, estando dispuesto el al menos un detector de NIR en la dirección de procesamiento tras el dispositivo de aplicación y el dispositivo de secado.

25 El al menos un detector de NIR está dispuesto según esto en una línea de fabricación de la al menos una placa de material que comprende al menos un dispositivo de aplicación para la capa de resina, tal como por ejemplo un rodillo, dispositivo de pulverización o dispositivo de vertido, y al menos un dispositivo de secado, por ejemplo en forma de una secadora de convección, secadora IR y/o NIR.

30 El detector de NIR puede instalarse en cualquier sitio detrás de las secadoras. A este respecto puede atravesar el detector también la anchura de la placa o puede analizar determinadas zonas problemáticas (por ejemplo sobre secado en la zona de borde o central de las placas, etc.). Además están a disposición los valores de medición inmediatamente y permiten una intervención inmediata en el procedimiento. Esto no es posible sin más en otros procedimientos.

35 El dispositivo o la línea de fabricación para la fabricación de las placas de material comprende en una forma de realización más de un dispositivo de aplicación y más de un dispositivo de secado, estando dispuesto al menos un detector de NIR en la dirección de procesamiento respectivamente tras un dispositivo de aplicación y un dispositivo de secado.

40 En una forma de realización preferente la estructura de la línea de fabricación es la siguiente:

45 a) un primer dispositivo de aplicación para la aplicación de una primera capa de resina sobre el lado superior, en particular el lado superior del material de soporte que contiene fibras dispuesto sobre la placa de material derivado de la madera y/o lado inferior de la placa de material derivado de la madera, pudiendo contener la primera capa de resina por ejemplo partículas resistentes a la abrasión en forma de partículas de corindón,

50 b) un primer dispositivo de secado dispuesto en una dirección de procesamiento detrás del primer dispositivo de aplicación para el secado de la primera capa de resina superior y/o inferior hasta obtener una humedad residual del 6 al 9 % en peso,

c) un primer detector de NIR dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del primer dispositivo de secado,

55 d) un segundo dispositivo de aplicación dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del primer detector de NIR para la aplicación de una segunda capa de resina, que puede contener por ejemplo fibras de celulosa, sobre el lado superior y/o lado inferior de la placa de material derivado de la madera,

60 e) un segundo dispositivo de secado dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del segundo dispositivo de aplicación para el secado de la segunda capa de resina superior y/o inferior hasta obtener una humedad residual del 6 al 9 % en peso,

f) un detector de NIR dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del segundo dispositivo de secado para determinar el contenido de humedad de las capas de resina aplicadas,

65 g) un tercer dispositivo de aplicación dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del segundo detector de NIR para la aplicación de una tercera capa de resina, que puede contener por ejemplo partículas de vidrio como

partículas resistentes a la abrasión, sobre el lado superior y/o lado inferior la placa de material derivado de la madera,

5 h) un tercer dispositivo de secado dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del tercer dispositivo de aplicación para el secado de la tercera capa de resina superior e inferior hasta obtener una humedad residual del 4 al 8 % en peso,

10 i) al menos un detector de NIR dispuesto en la dirección de procesamiento detrás del tercer dispositivo de secado para la determinación del contenido de humedad de la capa de resina aplicada y

j) una prensa de ciclo corto.

15 Los dispositivos de aplicación que van a usarse son de manera preferente dispositivos de aplicación doble que permiten una aplicación de las capas de resina sobre el lado superior, en particular del material de soporte que contiene fibras, y/o el lado inferior de la placa de material derivado de la madera.

El contenido de sólidos de la capa de resina líquida que va a aplicarse (revestimiento líquido) se encuentra entre el 30 y el 80 % en peso, preferentemente entre el 50 y el 65 % en peso.

20 Dependiendo de los requerimientos de la línea de fabricación es posible lógicamente variar el número de dispositivos de aplicación, de dispositivos de secado con el respectivo detector de NIR. Así es por ejemplo concebible y posible usar una línea de fabricación constituida por dos unidades que comprenden dispositivo de aplicación, dispositivo de secado y detector de NIR o también usar más de tres, tal como por ejemplo cuatro o cinco unidades constituidas por dispositivo de aplicación, dispositivo de secado y detector de NIR.

25 Es concebible y posible sin embargo también, en particular para el fin de la simplificación y para la reducción de costes, configurar una línea de fabricación de manera que esté previsto un detector de NIR tras el último dispositivo de aplicación y dispositivo de secado. En un caso como este se determina el contenido de humedad de las capas de resina aplicadas únicamente tras el último dispositivo de secado.

30 A continuación del último detector de NIR está dispuesta de manera preferente en la dirección de procesamiento una prensa de ciclo corto, en la que la capa de resina o las capas de resina se curan mediante presión y temperatura. En esta compactación última mediante la influencia de la presión y temperatura se funden las capas de resina de nuevo y continúa el proceso de reticulación. Debido a ello se garantiza que las capas de resina individuales no solo se reticulan en sí, sino también entre sí y así pueden compactarse para dar lugar a un laminado. Habitualmente las prensas de ciclo corto trabajan por ejemplo a una presión de 30 a 60 kg/cm² y una temperatura de 150 a 220 °C, preferentemente 200 °C. El tiempo de prensado asciende normalmente a de 5 a 15 s, preferentemente a de 6 a 12 s. En la prensa de ciclo corto se usan habitualmente placas de prensado estructuradas, mediante las cuales pueden grabarse estructuras adicionales en las capas de resina.

40 La invención se explica a continuación con mayor detalle haciendo referencia a las figuras de los dibujos en un ejemplo de realización. Muestran:

45 la figura 1a un diagrama con un espectro de NIR medido para una primera capa de resina con contenido de humedad desconocido;

la figura 1b un diagrama con espectros de NIR de muestras de referencia con respectivamente distinto contenido de humedad para la creación de un modelo de calibración;

50 la figura 2a un diagrama de un primer modelo de calibración PLS determinado para una muestra seca de una placa de soporte provista de una capa de resina; y

la figura 2b un diagrama de un segundo modelo de calibración PLS determinado para muestras de referencia.

55 **Ejemplo de realización**

Las placas de fibras de madera ya provistas de un papel decorativo se separan en la línea de producción y se revisten de una capa de resina líquida (revestimiento líquido). Puede tratarse en el caso del revestimiento líquido de una resina de melamina-formaldehído, de una resina de urea-formaldehído o de mezclas de las dos resinas. La aplicación de la capa de revestimiento líquido se realiza de forma preferente por medio de laminación, pulverización o vertido o una combinación de los procedimientos de aplicación mencionados. Se prefiere sin embargo la aplicación de la mezcla de resina usando un dispositivo de laminación. A la capa de revestimiento líquido pueden añadirse partículas inhibidoras del desgaste, coadyuvantes, tales como agentes humectantes, endurecedores de agente separador y otros componentes, tales como esferas de vidrio o celulosa.

65

El contenido de sólidos de la capa de resina líquida que va a aplicarse (revestimiento líquido) se encuentra entre el 50 y el 65 % en peso. El revestimiento líquido se aplica preferentemente tanto sobre el lado superior, como también sobre el lado posterior de la placa de material derivado de la madera, realizándose la aplicación sobre el lado posterior de la placa de material derivado de la madera de igual manera mediante el uso de un dispositivo de laminación.

Tras la aplicación del revestimiento líquido la placa de material derivado de la madera atraviesa un segmento de secado, el cual puede estar constituido por ejemplo por una secadora de convección, una de IR o una de NIR o una combinación de las mismas. En este segmento de secado se produce una reducción de la humedad en la matriz de resina hasta obtener un valor de como máximo el 10 %, preferentemente hasta obtener un valor de entre el 6 y el 9 % en peso. La humedad residual de la matriz de resina, es decir, el contenido de humedad de la capa de resina aplicada (revestimiento líquido) se determina tras el secado usando al menos un detector de NIR.

A continuación, la placa de material derivado de la madera atraviesa, para el fin de la aplicación de otras capas de resina, otros dispositivos de aplicación por laminación y dispositivos de secado. En los otros dispositivos de aplicación se aplica de nuevo una capa de resina líquida, que puede contener igualmente las mencionadas partículas y fibras resistentes a la abrasión y otros coadyuvantes o también colorantes. También en el otro dispositivo de aplicación puede realizarse una aplicación de la capa de resina sobre el lado posterior de la placa de material derivado de la madera. Tras la aplicación y el secado intermedio de la otra capa de resina puede seguir una nueva medición de la humedad. La aplicación de la capa de resina con secado posterior puede repetirse aún varias veces, lo cual es válido igualmente para la medición de la humedad. Tras la última aplicación de resina puede realizarse una determinación final del contenido de humedad de la capa de resina usando un detector de NIR. En este caso el contenido de humedad debería encontrarse por debajo del 8 %, preferentemente en valores entre el 4 y el 8 % en peso. Es concebible de igual manera para la simplificación y con ello para la reducción de costes de todo el procedimiento, determinar el contenido de humedad de la capa de resina aplicada únicamente tras el último dispositivo de secado. Después de que se hayan aplicado todas las capas de resina sobre la capa de imprimación de la placa de material derivado de la madera, se suministra la placa de material derivado de la madera así revestida a una prensa de ciclo corto y se cura la capa de resina en esta prensa de ciclo corto mediante presión y temperatura.

Mediante el uso de chapas de acero cromadas y estructuradas adecuadas en la prensa de ciclo corto es posible grabar estructuras definidas en la superficie de resina de la placa de material derivado de la madera. Tras el prensado se determinan los parámetros de calidad habituales tales como el curado y la porosidad. En caso de desviaciones de la calidad deseada puede obtenerse adaptando los parámetros del procedimiento una mejora de la capa de resina (revestimiento líquido).

A partir del diagrama de la figura 1 a puede deducirse un espectro de NIR típico de una capa de resina de melamina-formaldehído aplicada según el ejemplo de realización. El espectro de NIR se registró en el presente caso en un intervalo de longitudes de onda de entre 900 y 1700 nm. Para los registros de los espectros de NIR se usó un aparato de medición de NIR de la empresa Perten. La cabeza de medición tiene la designación DA 7400.

El diagrama de la figura 1b muestra espectros de NIR de muestras de referencia con distinto contenido de humedad. Puede distinguirse que se diferencian los espectros de NIR en particular en la altura de la línea base. Cuanto más alto es el contenido de humedad más alta es la línea base y por consiguiente también el valor de absorción para el máximo de absorción en 1490 nm. La interpretación de los espectros de NIR se produce mediante el análisis de datos multivariado (MDA) por la totalidad del intervalo espectral registrado del espectro de NIR.

Para la continuación de la evaluación de los espectros NIR se establecen modelos de calibración adecuados. De esta manera el diagrama de la figura 2a muestra un primer modelo de calibración para los espectros de NIR de las muestras de referencia de la figura 1b (sin muestra seca), que se determinó usando la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS).

La totalidad de los espectros de NIR registrados y mostrados en la figura 1b se analizan con la ayuda del MDA y se usan para la determinación del contenido de humedad de la muestra seca. Para ello se usa la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS) para el establecimiento de una función de calibrado que describe una dependencia entre el espectro y el contenido de humedad. (Figura 2b) Para el contenido de humedad de la muestra seca el programa de análisis con aplicación de la función de calibrado creada calcula un contenido de humedad de $-7,82 \text{ g/m}^2$.

Tabla 2: contenido de humedad de las muestras de referencia según el primer modelo de calibración sin consideración de la muestra seca

| Humedad experimental (g/m^2) | Humedad calculada (g/m^2) |
|---|--------------------------------------|
| 0 | -0,0166 |
| 4,5 | 4,518 |
| 5,9 | 6,080 |
| 7,5 | 7,594 |

ES 2 644 322 T3

| | |
|----------------------------|--------|
| 10,8 | 10,871 |
| 13,4 | 12,610 |
| 14,9 | 15,363 |
| Desconocida (muestra seca) | -7,821 |

A continuación se suma la cantidad del contenido de humedad de 7,8 g/m² para la muestra seca a todos los valores de humedad usados de las muestras de calibración o muestras de referencia y se fija el contenido de humedad de la muestra seca igual a cero. A partir de estos nuevos valores de calibración de la humedad y de los espectros medidos se crea, con ayuda de la regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS), un segundo modelo de calibración (figura 2b) que es adecuado ahora para crear una relación entre los espectros de NIR medidos de una capa de resina que va a medirse sobre una placa de soporte con material de soporte que contiene fibras y los espectros de NIR de muestras de referencia con contenido de humedad conocido (véase la tabla 3).

5

10 Tabla 3: contenido de humedad de las muestras de referencia y de la muestra desconocida según el segundo modelo de calibración con consideración de la muestra seca

| Humedad experimental (g/m ²) | Humedad calculada (g/m ²) |
|--|---------------------------------------|
| 7,8 | 7,783 |
| 12,3 | 12,318 |
| 13,7 | 13,880 |
| 15,3 | 15,395 |
| 18,6 | 18,672 |
| 21,2 | 20,411 |
| 22,7 | 23,163 |
| (Muestra seca) 0 | -0,022 |
| Desconocida (espectro Fig. 1a) | 11,189 |

Consultando el modelo de calibración PLS mostrado en la figura 2b de la regresión lineal se asigna a continuación el espectro de NIR determinado para el ejemplo de realización anterior a un determinado contenido de humedad. Así se correlaciona en el presente caso el espectro de NIR del ejemplo de realización de la figura 1a con un contenido de humedad de aproximadamente 11 g/m².

15

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la determinación del contenido de humedad de al menos una capa de resina, estando aplicada la al menos una capa de resina sobre al menos un material de soporte que contiene fibras, dispuesto y pegado sobre una placa de material derivado de la madera, comprendiendo los siguientes pasos
- registrar al menos un espectro de NIR de la capa de resina prevista sobre la al menos una placa de material derivado de la madera mediante el uso de un detector de NIR en un intervalo de longitudes de onda de entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente de entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente de entre 900 nm y 1700 nm;
 - determinar el contenido de humedad de la capa de resina mediante comparación del espectro de NIR determinado para la capa de resina que va a medirse con al menos un espectro de NIR determinado para al menos una muestra de referencia con contenido de humedad conocido por medio de un análisis de datos multivariado (MDA),
 - determinándose previamente el al menos un espectro de NIR determinado para la al menos una muestra de referencia con contenido de humedad conocido mediante el uso del mismo detector de NIR en un intervalo de longitudes de onda de entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente de entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente de entre 900 nm y 1700 nm, y
 - actuando la superficie del material de soporte que contiene fibras como capa reflectante de NIR.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** al menos un lado del al menos un material de soporte que contiene fibras está provisto de al menos un aglutinante.
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** el al menos un material de soporte que contiene fibras está fabricado a partir de fibras orgánicas, fibras inorgánicas o una mezcla de ellas.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el al menos un material de soporte que contiene fibras está fabricado a partir de fibras orgánicas elegidas del grupo que comprende fibras de madera, fibras de celulosa blanqueadas y no blanqueadas, fibras de algodón, fibras de yute, fibras de cáñamo, fibras de bambú, fibras de lino, fibras de sisal y fibras de lana.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el al menos un material de soporte que contiene fibras está fabricado a partir de fibras inorgánicas elegidas del grupo de fibras de material sintético, en particular fibras de poliéster, tereftalato de polietileno, poliamida, poliimida, aramida, poliacrilonitrilo, politetrafluoroetileno, polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, poliuretano; fibras de vidrio y fibras de cerámica.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el al menos un material de soporte que contiene fibras se presenta en forma de un papel impreso o no impreso, tejido no tejido o como lámina.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la al menos una placa de material derivado de la madera es, como placa de soporte, una placa de fibras de densidad media (MDF), de fibras de alta densidad (HDF) o de virutas gruesas (OSB) o de contrachapado, una placa de fibras de cemento y/o placa de fibras de yeso, una placa de óxido de magnesio, una placa de madera-material plástico y/o una placa de material plástico.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la muestra de referencia con contenido de humedad conocido comprende al menos un material de soporte que contiene fibras dispuesto sobre una placa de material derivado de la madera, con capa de resina aplicada sobre éste, siendo la placa de material derivado de la madera, el material de soporte que contiene fibras y la capa de resina de la muestra de referencia similares a la muestra que va a medirse constituida por placa de material derivado de la madera, material de soporte que contiene fibras y capa de resina.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la capa de resina que va a medirse se compone de al menos una resina que contiene formaldehído, en particular una resina de melamina-formaldehído, una resina de urea-formaldehído o mezclas de las dos, un poliuretano o un acrilato.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la capa de resina que va a medirse comprende más de una capa, al menos dos capas.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado por que** la capa de resina que va a medirse comprende tres capas, estando contenidas partículas resistentes a la abrasión en una de las tres capas de la capa de resina, estando contenidas fibras naturales y/o sintéticas en una segunda capa de las tres capas y estando contenidas de nuevo partículas resistentes a la abrasión en una tercera capa de las tres capas.

12. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la determinación del contenido de humedad de la capa de resina se realiza tras la aplicación de la capa de resina sobre la placa de soporte y un paso de secado en un segmento de secadora mediante el uso del al menos un detector de NIR.
- 5 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina sobre una placa de material derivado de la madera con la estructura de capas: placa de material derivado de la madera, capa de aglutinante líquido, material de soporte que contiene fibras, capa de resina.
- 10 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12 para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina sobre una placa de material derivado de la madera con la estructura de capas: placa de material derivado de la madera, capa de aglutinante líquido, un primer material de soporte que contiene fibras, un segundo material de soporte que contiene fibras, capa de resina.
- 15 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12 para la determinación del contenido de humedad de una capa de resina sobre una placa de material derivado de la madera con la estructura de capas: placa de material derivado de la madera, capa de aglutinante líquido, material de soporte que contiene fibras impregnado parcialmente, capa de resina.

FIG 1A

Espectro de NIR con contenido de humedad desconocido

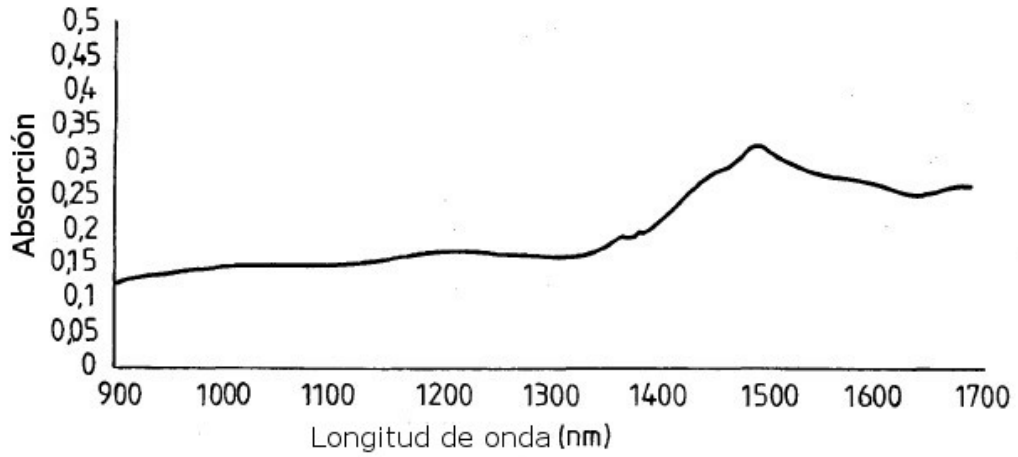


FIG 1B

Espectros de NIR para el modelo de calibración

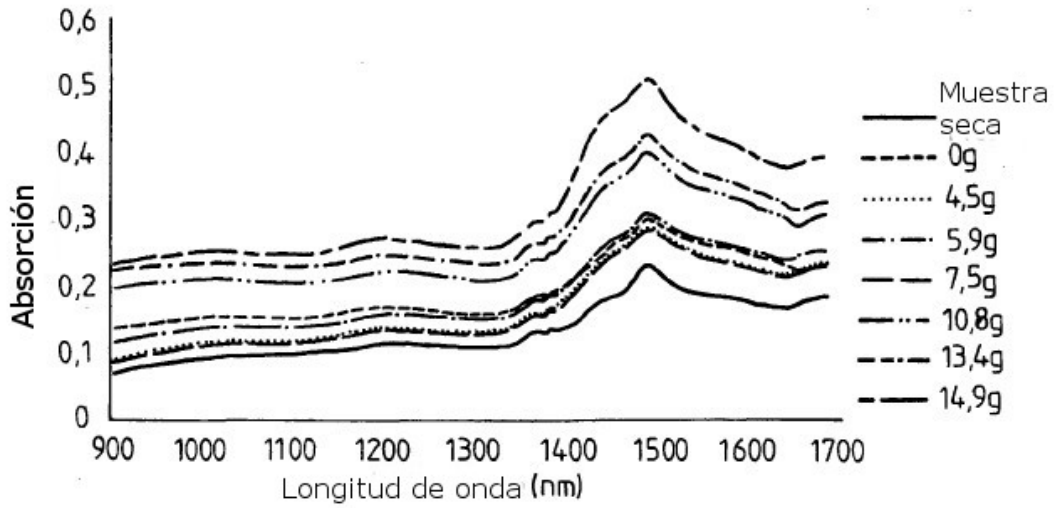


FIG 2A

Modelo de calibración PLS (sin muestra seca)

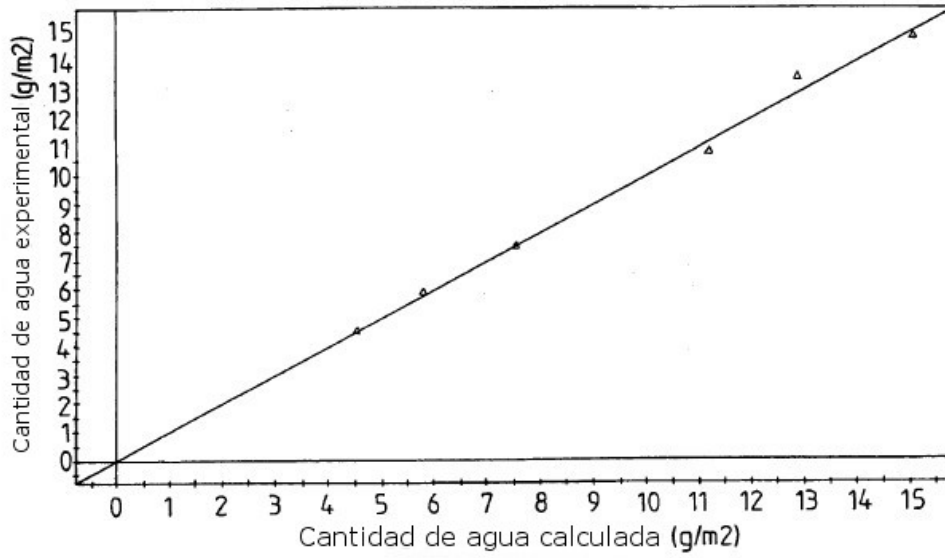


FIG 2B

Modelo de calibración PLS

