

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 692 176**

51 Int. Cl.:

B27N 1/00 (2006.01)
C08J 5/04 (2006.01)
B27N 3/04 (2006.01)
C08J 5/06 (2006.01)
B29B 9/04 (2006.01)
B29B 9/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.06.2010 PCT/NZ2010/000131**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.01.2011 WO11002314**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.06.2010 E 10794419 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.08.2018 EP 2448732**

54 Título: **Método para producir productos compuestos de fibra de madera y plásticos**

30 Prioridad:

30.06.2009 NZ 57811009

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

30.11.2018

73 Titular/es:

**NEW ZEALAND FOREST RESEARCH INSTITUTE
LIMITED (100.0%)
Sala Street
Rotorua 3010, NZ**

72 Inventor/es:

**WARNES, JEREMY MARTIN y
FERNYHOUGH, ALAN**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 692 176 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

Método para producir productos compuestos de fibra de madera y plásticos

Campo de la invención

5 La invención se refiere a un proceso para producir un producto compuesto que comprende fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales y un material plástico, para usar como o en la formación de una materia prima en la fabricación de plásticos, o para usar como un producto intermedio en otra forma o como un producto final.

Antecedentes

10 La combinación de materiales con base de celulosa con plásticos se desarrolló originalmente hace unos 25 años. Los materiales para este proceso se pre-mezclaron y se embutieron. Se han desarrollado recientemente máquinas especialistas, generalmente basadas en tecnologías de fabricación de plásticos tradicionales que incluyen la extrusión y moldeo por inyección. Los plásticos usados incluyen polipropileno (PP), polietileno (PE) y poli(cloruro de vinilo) (PVC) y los rellenos usados incluyen harina de madera, lino, yute y otros rellenos de fibra con base de celulosa. Cuanto más material con base de celulosa se añada al plástico, a menudo menor es el precio y, a menudo, mayor es la dureza de la materia "prima" de madera y plástico. Los productos compuestos hechos a partir de esta madera y plásticos pueden generalmente clavarse, pintarse y tratarse de otra forma como madera mientras retiene potencialmente muchos de los beneficios de los plásticos en las áreas de resistencia a los hongos y la corrosión.

15 La introducción de fibras naturales o de madera de baja densidad aparente en extrusores o moldeadores por inyección u otra maquinaria de procesamiento de plásticos, en particular de una forma medida o calibrada, que es importante para alcanzar las fracciones de volumen de fibra deseadas en las composiciones, tiene un número de dificultades. No es directo, debido a la naturaleza de alto volumen/baja masa inherente de dichas fibras, la falta de características de flujo libre en dichas fibras, y el empaquetado o entrelazado de fibra, alcanzar la alimentación controlada directamente en los agujeros u orificios del puerto de la maquinaria de procesamiento de plásticos. Aunque existen algunos alimentadores de fibra pueden ser o caros y/o poco fiables o imprecisos en medir de forma uniforme sobre un amplio intervalo de relaciones de alimentación de fibra con madera y otras fibras naturales. Además, es necesario pre-secar un alto volumen-baja masa de fibra antes de dicha alimentación/uso ya que dichas fibras son higroscópicas y retienen, o reabsorben, altos niveles de agua, lo que es normalmente indeseado y necesita eliminarse sustancialmente antes del procesamiento de plástico.

20 La solicitud de patente internacional PCT/NZ2005/000140 describe un proceso para producir granulados o gránulos (como se definen en esta memoria) que comprenden fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales, para usar como una materia prima en la fabricación de plásticos, que comprende transportar fibras, producidas por la rotura de forma mecánica o termomecánica o químio-termomecánica o químio-mecánica de un material lignocelulósico, o fibras naturales, en una corriente de aire seco o húmedo y aplicar a las fibras mientras se transportan las fibras una formulación líquida que comprende uno o más polímeros, monómeros u oligómeros, formando las fibras en un producto sólido, y rompiendo el producto sólido para producir los granulados o gránulos compuestos de madera y plásticos útiles como una materia prima en la fabricación de plásticos.

Objeto de la invención

25 Es un objeto de la invención proporcionar un proceso o método mejorado, o al menos alternativo, para producir un producto compuesto que comprende fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales y un material plástico, para usar como o en la formación de una materia prima en la fabricación de plásticos, o para usar como un producto intermedio en otra forma, o como un producto final.

Compendio de la invención

30 En términos amplios en un aspecto la invención comprende un proceso para producir un producto que comprende fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales, para usar como o en la formación de una materia prima en la fabricación de plásticos, que comprende aplicar a fibras sueltas o divididas o haces de fibras, producidas por rotura de forma mecánica o termomecánica o químio-termomecánica o químio-mecánica de un material lignocelulósico, o fibras naturales, una formulación aglutinante líquida o particulada que comprende una resina termoendurecible y un polímero, monómero u oligómero termoplástico, consolidar las fibras en un producto sólido, y romper dicho producto sólido en granulados o gránulos que pueden posteriormente romperse para liberar una fracción principal de las fibras, comprendiendo la resina termoendurecible un polímero con base de formaldehído o un isocianato, comprendiendo el producto sólido menos de 10 partes de la resina termoendurecible combinada y modificando el componente termoplástico por 100 partes de fibra de madera en peso seco y de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 5 partes de la resina termoendurecible por 100 partes de fibras de madera en peso seco.

35 El producto compuesto resultante que comprende fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales y un material plástico, es útil como o en la formación de una materia prima, en forma de granulado o gránulos por ejemplo, en la fabricación de plásticos, o como un producto intermedio en otra forma. También se ha encontrado sorprendentemente que los productos sólidos formados por realizaciones de este aspecto del proceso de la invención pueden tener

propiedades mecánicas superiores tales como resistencia a la tensión y/o dureza por ejemplo, a productos compuestos formados de la misma forma pero con solo un aglutinante termoendurecible o solo un aglutinante termoplástico, de manera que los productos sólidos pueden ser útiles como productos finales, tales como paneles o como recambios compuestos para molduras de fibra de densidad media por ejemplo.

5 También se describe en esta memoria un proceso para producir granulados o gránulos (como se definen en esta memoria) que comprenden fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales, para usar como materia prima en la fabricación de plásticos, que comprende:

- transportar fibras sueltas o divididas o haces de fibra, producidas por rotura de forma mecánica o termomecánica o quimio-termomecánica o quimio-mecánica de un material lignocelulósico, o fibras naturales, en una corriente de aire seco o húmedo y aplicar a las fibras mientras se transportan las fibras una formulación aglutinante líquida que comprende urea formaldehído (UF) y uno o más polímeros, monómeros u oligómeros termoplásticos, o una baja cantidad de urea formaldehído, consolidando las fibras en un producto sólido, y
- romper el producto sólido para producir dichos granulados o gránulos.

15 En esta realización el producto sólido puede comprender menos de 6 partes, preferiblemente entre 0,2 y 5 partes de urea formaldehído solo, por 100 partes de fibra en pesos secos. En algunas formas, los granulados o gránulos, preferiblemente comprenden 4 o 5 partes de urea formaldehído solo, por 100 partes de fibra en pesos secos.

20 Cuando un aglutinante termoendurecible se ha modificado con un polímero, oligómero o monómero termoplástico añadido a él, o bien durante la síntesis del prepolímero, o mezclando en el prepolímero de resina más tarde, o, por inyección dual en la línea de soplado en un punto separado de la resina termoendurecible por ejemplo, o donde, de forma alternativa, solo una baja cantidad de una resina termoendurecible se usa como el aglutinante, se ha encontrado que esto permite la dispersión más sencilla de la fibra desde el granulado en una máquina de extrusión o moldeo de plásticos. Los granulados con base de UF, por ejemplo, producidos a cargas de UF convencionales tales como 6%-12% necesitarán condiciones de extrusión muy específicas para obtener las propiedades óptimas del compuesto, tal como alta velocidad del tornillo y baja tasa de alimentación para maximizar la tensión de cizalladura dentro del tambor extrusor de una máquina de extrusión para romper los granulados en fibras, para alcanzar el rendimiento mecánico necesario del compuesto. Pero estas severas condiciones de extrusión también es probable que degraden la fibra de madera, por degradación térmica, y provoquen una reducción en la longitud de la fibra. Los granulados o gránulos producidos por el proceso de la invención pueden facilitar la extrusión a menores velocidades del tornillo y condiciones de cizalladura, con buena liberación de la fibra desde el granulado en el extrusor u otro equipo de fabricación de plásticos. El uso de un aglutinante termoendurecible como se describe con un polímero, oligómero o monómero termoplástico, también puede reducir el coste del sistema aglutinante y por consiguiente de la producción de producto de materia prima compuesta de madera y plásticos, respecto al uso de un aglutinante termoplástico solo, que puede proporcionar también buena dispersión y liberación de la fibra desde el granulado de materia prima de madera y plásticos y fabricación de plásticos aunque a un mayor coste.

35 Donde la resina termoendurecible es una urea, melamina o resina de formaldehído relacionada, esta tiene la ventaja adicional de proporcionar un grado de retardo de llama a menudo necesario en la fabricación de fibras de madera impregnadas o recubiertas, en comparación con, por ejemplo, el uso de muchos de los mismos polímeros, oligómeros o monómeros termoplásticos solos.

40 En el desarrollo de compuestos de madera y fibra natural y plástico, han surgido dos categorías principales. Los que usan principalmente harina de madera como un relleno y los que usan agrofibras más largas para dar compuestos reforzados. La primera categoría ha crecido de forma significativa en Norteamérica donde la madera actúa principalmente como un relleno que disminuye el coste, aunque se alcanzan otros beneficios. La segunda categoría utiliza agrofibras más caras con una alta relación de aspecto que tiende a producir compuestos con mejores propiedades mecánicas. Segmentos de la industria automovilística europea han hecho un uso extensivo de estos materiales reforzados para los componentes del interior de los coches que tendrían que haberse hecho de otra forma a partir de plásticos reforzados con fibra de vidrio. Los investigadores han explorado una gama de fibras de madera de alta relación de aspecto por su potencial de refuerzo y se han dado cuenta de las propiedades mejoradas sobre la harina de madera. Sin embargo, ha habido problemas con la alimentación de las fibras en un extrusor y en la logística de obtención y manejo de fibra de madera suelta.

50 En las realizaciones de la invención el proceso de tableros de fibra de densidad media (MDF, del inglés médium density fibreboard) establecido hace tiempo que incluye HTMP (del inglés high temperatura thermo-mechanical pulping, pulpado termomecánico a alta temperatura) por ejemplo puede utilizarse para convertir madera, u otras fibras residuales, en granulados o gránulos ricos en fibra adecuados para alimentarse en el equipo de procesado de plásticos existente mientras se retiene la suficiente relación de aspecto para el refuerzo. Las realizaciones del proceso de la invención dan por resultado la conservación de mayor longitud de fibra que la harina de madera haciendo al compuesto de madera y plástico (WPC, del inglés Wood plastic composite) resultante más fuerte y duro que los basados en harina de madera. El refinado por HTMP es la tecnología de menor coste para convertir biomasa en fibra lignocelulósica en grandes cantidades. Además, las múltiples fuentes y el fiable suministro de madera, no limitado por la estacionalidad como las fibras agrícolas, se una ventaja para cualquier operación de fabricación.

5 El proceso de la invención puede producir granulados de materia prima de madera y plásticos con suficiente fuerza de unión interna para que los granulados tengan suficiente integridad física para el manejo eficiente en los procesos industriales, que sean más baratos y puedan tener mejor resistencia al fuego que los que utilizan agentes de unión termoplásticos puros, y que sean capaces de liberar las fibras de madera individuales en el extrusor u otro equipo de fabricación de plásticos en condiciones que permitan la conservación de la longitud de la fibra de manera que faciliten la propiedades mecánicas mejoradas de los WPC. La formulación de aglutinante termoendurecible modificado por compuestos termoplásticos puede también dar por resultado la interferencia reducida con un agente de acoplamiento donde se use cuando los granulados se mezclan con la matriz de plástico. Una ventaja más puede ser la producción de polvo limitada durante la formación de granulados. Además se ha encontrado también de forma sorprendente que 10 los productos sólidos formados mediante el proceso de la invención con la modificación termoplástica de un aglutinante de resina termoendurecible pueden tener propiedades mecánicas superiores tales como resistencia a la tensión y/o dureza por ejemplo, de manera que los productos sólidos pueden ser útiles como productos finales, tales como paneles o como repuestos compuestos para molduras de fibra de densidad media por ejemplo.

15 Una ventaja importante de usar fibra larga de madera en vez de otros rellenos de madera (partículas, harina) es el potencial de refuerzo de la alta relación de aspecto de la fibra que permite el fortalecimiento de los compuestos termoplásticos como polipropileno (PP) o polietileno de alta densidad (HDPE, del inglés high density polyethylene) mientras que al mismo tiempo juega el papel de un relleno, ahorrador de costes y sustituto petroquímico. Sin embargo se sabe bien que la fibra de madera y las poliolefinas son poco compatibles (hidrófilo/hidrófobo), por tanto puede usarse un agente de acoplamiento (poliolefina modificada con anhídrido maleico) para mejorar la adhesión de 20 fibra/adhesión de matriz, dando por resultado una transferencia de carga eficiente de fibra a fibra y refuerzo de la resistencia del compuesto.

25 El término "que comprende" como se usa en esta memoria y reivindicaciones significa "que consiste al menos en parte en", es decir cuando se interrumpen las reivindicaciones independientes que incluyen ese término, las características prologadas por ese término en cada reivindicación necesitarán estar presentes aunque otras características puedan estar también presentes.

En esta memoria pueden usarse las siguientes abreviaturas:

MDF: Tableros de fibra de densidad media

HTMP: pulpado termomecánico a alta temperatura

MAPP: polipropileno injertado con anhídrido maleico

30 PVA: poliacetato de vinilo

VAE: acetato de vinilo etileno

EVA: etileno acetato de vinilo

EVOH: etileno alcohol vinílico

EAA: Etileno ácido acrílico

35 PP: polipropileno

HDPE: polietileno de alta densidad

% en peso: porcentaje en peso

UF: urea formaldehído

WPC: compuesto de madera y plástico

40 GMP: granulado de madera y plástico

PEAM: polietileno injertado con anhídrido maleico

PPc: polipropileno acoplado

PPnc: polipropileno no acoplado

PEc: polietileno de alta densidad acoplado

45 PEnc: polietileno de alta densidad no acoplado

EI: enlace interno

MPa: megaPascal

GPa: GigaPascal

ASTM: Sociedad americana para ensayos y materiales (del inglés American Society for testing and materials)

Descripción detallada de las realizaciones

- 5 Como se afirma en algunas realizaciones del proceso de la invención las fibras sueltas o divididas o haces de fibras, producidas por rotura de forma mecánica o termomecánica o quimio-termomecánica o quimio-mecánica de un material lignocelulósico, o fibras naturales, han aplicado una formulación que comprende uno o más polímeros termoendurecibles y uno o más polímeros, monómeros u oligómeros termoplásticos, estando dicha formulación en forma líquida o particulada, y se consolidan en un producto sólido.
- 10 En estas realizaciones la formulación aglutinante comprende una resina termoendurecible que comprende uno o más polímeros, monómeros u oligómeros termoplásticos, que pueden estar presentes respecto a la resina termoendurecible en una relación en peso de hasta aproximadamente 50:50 o 40:60 o 20:80. El componente termoplástico de la formulación aglutinante puede estar presente respecto a la resina termoendurecible en una relación en peso de al menos aproximadamente 10:90.
- 15 Los productos sólidos producidos comprenden entre 0,3 a 25 partes de la resina termoendurecible y el componente termoplástico modificador. La resina termoendurecible combinada y el componente termoplástico modificador está presente en menos de 10 partes por 100 partes de fibra en pesos secos. Lo más preferiblemente menos de 8 partes o 6 partes o 5 o 4 o 3 o 2 partes por 100 partes de fibra en pesos secos.
- 20 En al menos algunas realizaciones la resina termoendurecible comprende un polímero con base de formaldehído tal como urea formaldehído, melamina formaldehído, fenol formaldehído, resorcinol-formaldehído, y otras resinas con base de formaldehído que incluyen opciones bióticas tales como tanino formaldehído o lignina formaldehído. Otros aldehídos también pueden incorporarse con, o estar sustituidos por, formaldehído mientras co-reaccionen con la urea, compuesto fenólico o melamina de una manera similar al formaldehído. Esto incluye furfural, propanal, butiraldehído, succinaldehído, glutaraldehído, por ejemplo. Aunque el formaldehído es el co-reactivo aldehído o cetona preferido, debido a su amplia disponibilidad, uso común, economía y reactividad, otros aldehídos o cetonas o fuentes de grupos reactivos metilol pueden usarse en una resina con base con base de formaldehído, como se sabe. De forma alternativa la resina termoendurecible puede comprender otra resina termoendurecible usada normalmente en productos o procesos de MDF o tableros de partículas o recubrimiento en polvo tales como los que incluyen isocianatos, o resinas de uretano.
- 25
- 30 En al menos algunas realizaciones el componente termoplástico comprende un poli(alcohol de vinilo), poli(acetato de vinilo), un poliéster, poliestireno, polietileno, polipropileno, copolímeros y terpolímeros de etileno-propileno, copolímeros de acrilonitrilo, copolímero de etileno-acetato de vinilo, polibutadieno, neopreno, poliisopreno y caucho de butilo, polímeros de acrilato o metacrilato (compuestos acrílicos), polímeros de uretano, poli(cloruro de vinilo), polietileno halogenado, polivinilpirrolidona, terpolímeros de acrilonitrilo butadieno-estireno (ABS), copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados esterificados u otros de los mismos, poliamida, o copolímeros de acetato de vinilo, éteres de polivinilo y copolímeros de éteres de vinilo, almidones y derivados de almidón, proteínas, policaprolactona, poli(ácido láctico), polihidroxialcanoatos, proteínas, poliácidos, polianhídridos, poliisocianatos, polioles/poliéteres, y copolímeros o terpolímeros de los anteriores y similares, y otros polímeros que contienen los monómeros de dichos polímeros y que incluyen copolímeros o polímeros de injerto de los anteriores con ácidos insaturados tales como ácido acrílico o metacrílico o sus ésteres o anhídrido/ácido maleico, o sus ésteres o semiésteres, o con alcohol de vinilo o ésteres de vinilo (por ejemplo acetato de vinilo, butirato de vinilo), o con glicidilo; metacrilato/acrilato. Los compuestos termoplásticos que comprenden uno o más de los anteriores también son adecuados. Las formas oligoméricas de los anteriores también se pueden usar. Otros ingredientes que pueden incluirse incluyen aditivos plastificantes o flexibilizadores o co-reactivos tales como gliceroles, sorbitol, otros polioles, tensioactivos, aminas o aminoalcoholes, ácidos/ésteres grasos, ésteres u otros derivados de ácidos tales como ácido láctico, ácido itacónico, ácido cítrico, ácido maleico, ácidos ftálicos u otros y también gomas o sus derivados. En el proceso de la invención, las resinas tales como las anteriores u otras pueden formularse y usarse como el polímero y/o aditivos. Los polímeros pueden, en algunos casos, formarse in situ a partir de sus monómeros u oligómeros de partida o componentes. Por consiguiente, el(los) polímero(s) añadido(s) o aditivos pueden incluir monómeros u oligómeros reactivos con grupos reactivos, aplicados como dispersiones acuosas, emulsiones o como líquidos puros o medios fundidos, o un polímero o copolímero con uno o más de un grupo ácido, anhídrido, epoxi, amina, isocianato, silano o silanol. El polímero termoplástico puede tener una temperatura de ablandamiento, temperatura de transición al cristal o punto de fusión por debajo de 230°C, o por debajo de 200°C. Los polímeros termoplásticos preferidos son polímeros que pueden procesarse como una sustancia termoplástica o elastómeros y se clasifican en esta memoria como sustancias termoplásticas y constituyen una subclase preferida de polímeros plásticos. Ejemplos de elastómeros adecuados para la preparación de concentrados de esta invención son caucho natural, caucho de estireno-butadieno (SBR), caucho de etilenpropileno (EPR), terpolímero de etileno-propileno (EPDM), caucho de acrilonitrilo butadieno (NBR), copolímero de etileno-acetato de vinilo, caucho de silicona, caucho de polibutadieno, cis-polibutadieno, trans-polibutadieno, neopreno, poliisopreno y caucho de butilo, cauchos de dieno vulcanizables con azufre. Los cauchos de
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

dieno incluyen caucho tanto de baja como alta insaturación, estando la insaturación o bien en una cadena lateral o en la estructura del polímero y o bien conjugada o no conjugada. Ejemplos de otros polímeros adecuados incluyen polímeros de acrilato, polímeros de uretano, polietileno clorosulfonado, poli(cloruro de vinilo), polietileno halogenado, poliestireno, poli(acetato de vinilo), poli(alcohol de vinilo), polivinilpirrolidona, terpolímeros de acrilonitrilo butadieno-estireno (ABS), copolímeros de estireno-anhídrido maleico y derivados esterificados u otros, poliamidas, poliésteres, o copolímeros de acetato de vinilo, copolímeros de olefinas (etileno, propileno,...) con ácidos insaturados tales como ácido acrílico o metacrílico o anhídrido maleico o con alcohol de vinilo o ésteres de vinilo, poli(éteres de vinilo) y copolímeros de éteres de vinilo, almidones y derivados de almidón, policaprolactona, poli(ácido láctico), polihidroxialcanoatos, proteínas, poliácidos, polianhídridos, poliisocianatos, polioles/poliéteres, y copolímeros y terpolímeros y similares, que contienen los monómeros de dichos polímeros. Las mezclas que comprenden uno o más de los anteriores también son adecuadas. En el proceso de la invención, las resinas tales como las anteriores u otras pueden formularse y usarse como el componente termoplástico y/o aditivos. Por consiguiente, el(los) polímero(s) añadido(s) o aditivos pueden incluir monómeros u oligómeros reactivos con grupos reactivos, aplicados como dispersiones acuosas, emulsiones o como líquidos puros o medios fundidos por ejemplo como un adhesivo fundido en caliente.

El aglutinante puede actuar también como un agente compatibilizante para la fibra y el plástico de matriz básica en el compuesto final, y, por consiguiente, la presente invención permite que se añada un agente compatibilizante a la fibra y el aglutinante para proporcionar una mayor unión entre los polímeros y la fibra de madera. El agente compatibilizante puede ser cualquiera de los polímeros anteriores y sus mezclas o combinaciones y puede ser, o contener, otros materiales añadidos también. Puede ser un sistema polimérico formulado o reactivo. Para los compuestos finales de matriz de poliolefina es preferiblemente un copolímero con funcionalidad maleato o ácido, tal como polipropileno con maleato, polietileno con maleato, o un copolímero o terpolímero de acrilato de etileno o etileno acetato de vinilo. Preferiblemente el agente compatibilizante es un polímero emulsionado o disperso o uno disuelto en agua o es un polímero en polvo mezclado o disperso fácilmente en la resina de formaldehído. De forma alternativa puede formularse como un adhesivo fundido en caliente, con resinas y/o ceras fijadoras añadidas por ejemplo, y, si se desea, introducido de forma separada a la resina de formaldehído.

La resina termoendurecible puede modificarse mediante el(los) polímero(s), y/u oligómero(s) y/o monómero(s) termoplástico(s), o bien mezclándola en los prepolímeros de resina, o en síntesis de prepolímeros de resina, o en el equipo de adición o impregnación de la línea de soplado, o bien en puntos de adición duales simultáneos o separados. De forma alternativa, las resinas termoendurecibles pueden modificarse mediante la incorporación del componente termoplástico en la síntesis de la resina de formaldehído incorporándolas en la estructura del prepolímero de resina. El componente termoplástico puede añadirse también de forma separada durante un proceso de impregnación en el procesado de la fibra y por ejemplo la resina termoendurecible puede añadirse en un punto en un proceso de impregnación en el refinado de la fibra y el componente termoplástico modificador puede añadirse en otro punto o puerto en el mismo proceso (por ejemplo, en diferentes puntos durante la impregnación en la línea de soplado). La resina termoendurecible puede ser una resina con base acuosa. El sistema polimérico, oligomérico o monomérico termoplástico modificador puede añadirse como una disolución con base de agua, formulación de dispersión o como una formulación de baja fusión o fundida en caliente o como un material tipo cera. Los sistemas adhesivos fundidos en caliente formulados también son útiles como el sistema polimérico modificador, particularmente cuando se añaden por medio de un punto de adición separado a la inyección de resina de formaldehído. Ejemplos de adhesivos fundidos en caliente también incluyen los polímeros anteriores mezclados con o formulados para flujo en fusión con agentes de pegajosidad, resinas, rosinas y/o ceras y similares, añadidos.

Como se indica en otras realizaciones se usa una baja cantidad de urea formaldehído sin un componente termoplástico modificador. En esta realización, el producto sólido puede comprender o menos de 6 partes, preferiblemente entre 0,2 y 5 partes de urea formaldehído solo, por 100 partes de fibra en pesos secos. En algunas formas, los granulados o gránulos preferiblemente comprenden 4 o 5 partes de urea formaldehído solo, por 100 partes de fibra en pesos secos.

Se usa como fibra preferiblemente pulpa termomecánica o refinada termo-mecánicamente o pulpa químio-mecánica, o pulpa químio-termomecánica, en donde puede darse la pre-digestión opcional de fibras o astillas antes de entrar a la refinadora de fibras. Más preferiblemente se usa pulpa termomecánica a alta temperatura, tal como fibra de tableros de fibra de densidad media (MDF). Por consiguiente, una realización de esta invención usa procesos MDF (tablero de fibra de densidad media) modificados para superar las dificultades y problemas resaltados anteriormente en la alimentación de fibra, secado de fibra y compatibilidad de fibra-plástico. Preferiblemente una fracción principal de las fibras tiene una relación de aspecto de al menos 10:1, más preferiblemente al menos 20:1, y lo más preferiblemente al menos 25:1.

Aunque en principio cualquier fibra o relleno puede usarse en la invención las ventajas son más evidentes con fibras u otros rellenos que son difíciles de alimentar en los mecanismos de procesado de plásticos, u otros, en sus formas individuales, separadas, sueltas, normales u otras fácilmente disponibles. En particular se prefieren las fibras celulósicas o ligno-celulósicas especialmente de orígenes naturales tales como madera (todos los tipos), fibras de plantas o cultivos (cáñamo, paja, trigo, lino, lino NZ, maíz, coco, hierbas, kenaf, yute, sisal, ramio, kudzu), y fibras animales tales como lana/queratina, otras fibras de proteína. A menudo dichas fibras tienen bajas densidades aparentes y son haces de fibras entrelazadas o rizadas difíciles para hacer fluir o alimentar en pequeños orificios y para transportar de forma medida a los extrusores, etc.

Como se indica en algunas realizaciones el proceso incluye transportar las fibras a lo largo de un conducto en una corriente seca o húmeda e introducir la formulación aglutinante en el interior del conducto para aplicar la formulación a las fibras mientras las fibras se están moviendo a través del conducto. Como se indica el aglutinante puede estar en disolución acuosa o ser una dispersión polimérica emulsionada o acuosa sola o en mezcla con otros co-disolventes o comprender una formulación de ingredientes que es una dispersión, emulsión o disolución o un líquido puro o es un polvo. Pueden usarse solutos o medios de dispersión alternativos tales como alcoholes u otros disolventes orgánicos. Pueden usarse látex. Los polvos poliméricos secos o puros pueden usarse también bajo condiciones variables y ceras o polímeros o mezclas de bajo punto de fusión, tan altos o 100% sólidos, pueden usarse también según las necesidades de viscosidad y pegajosidad del aparato de aplicación tal como una pistola/boquilla de pulverización. Pueden usarse tubos calientes y boquillas calientes para ayudar en la introducción de dichos materiales. En otra forma el proceso incluye introducir el agente de unión en una forma particulada en el conducto soplando el particulado en el interior del conducto mientras las fibras o partículas se mueven a través del conducto, para mezclarlo de forma íntima con las fibras. Puede añadirse polvo de resina adicional (el mismo o diferente del que se aplica húmedo o como un polvo en la línea de soplado o en otros puntos de la corriente de fibra que fluye) al montaje de colchón o etapa de prensado. Preferiblemente las fibras tienen una longitud de fibra o longitud del haz de fibras promedio de al menos aproximadamente 0,8 mm, más preferiblemente al menos aproximadamente 1 mm.

El aglutinante mantiene juntas las fibras cuando se conforman o presan o calientan en una lámina u otra forma, y cuando dichos prensados o formas se cortan o dividen en granulados o gránulos, y el aglutinante o recubrimiento también permitirá aún la posterior alimentación conveniente en, y procesado en, procesos y maquinaria de plástico y la mezcla y el moldeo con otros materiales plásticos. El proceso puede incluir además pre-recubrir o pre-recubrir parcialmente o pre-compatibilizar la madera u otras fibras naturales, o introducir otros materiales funcionales sobre, en, o cerca de, dichas fibras, que pueden procesarse entonces en un granulado o materia prima conveniente para usar en el procesado de plástico, y mezclar con plásticos y otros materiales, especialmente en procesos termoplásticos tales como moldeo por extrusión o inyección.

La formulación aglutinante puede introducirse en el conducto pulverizando la formulación en el interior del conducto mientras las fibras se mueven a través del conducto o vertiéndola en el interior del conducto o introduciéndola en el conducto como un flujo fundido, para recubrir o recubrir parcialmente las fibras. El conducto puede transportar las fibras desde una etapa de refinado en una planta para la fabricación de tableros de fibra. El conducto puede transportar las fibras a o desde una etapa de secado o secador. El aglutinante puede añadirse a un refinador o a una línea de soplado o a un secador o a algún punto, antes de o después de cualquiera de estas etapas en los tubos o tuberías o tambores u otros recipientes que transportan o transfieren fibra de forma continua en el proceso. El aglutinante puede aplicarse a fibras húmedas o fibras secas o a fibras con un contenido de humedad en equilibrio o casi equilibrio (EMC (del inglés equilibrium moisture content), típicamente del orden del 12% en peso de humedad). El recubrimiento de aglutinante se añade a la fibra, corriente que fluye, que puede contener haces o finos, y que se arrastran en aire o aire con alta humedad, en cualquier punto del proceso MDF, o procesos de fabricación de impregnación – refinado de fibra relacionados.

Las realizaciones de la invención producen un panel sólido, lámina o perfil compactando, por ejemplo con calor y presión en una prensa, la fibra humedecida con polímero añadido. Preferiblemente se usa una prensa caliente para comprimir la fibra en un panel sólido o lámina. El panel puede dividirse entonces en granulados o gránulos que producen concentrados de fibra pre-compatibilizados que pueden entonces alimentarse y medirse fácilmente a extrusores u otra maquinaria de procesado de plásticos, normalmente con pre-secado. En un ejemplo de la invención los granulados o gránulos que contienen fibra de madera y polímero(s) pueden prepararse por ejemplo cortando o laminando la forma consolidada que resulta del prensado.

Típicamente el proceso incluye entonces la formación de las fibras en un producto sólido prensando las fibras a un producto sólido en forma plana. El proceso puede incluir el prensado de las fibras entre bandejas calientes o en una prensa continua caliente. El proceso puede incluir el prensado de las fibras en una lámina de hasta aproximadamente 2 cm de espesor, hasta aproximadamente 1 cm de espesor, hasta aproximadamente 5 mm de espesor. También se ha encontrado sorprendentemente que los productos sólidos formados por el proceso de la invención o al menos realizaciones del mismo pueden tener propiedades mecánicas superiores tales como resistencia a la tensión y/o dureza por ejemplo, a productos compuestos formados de la misma forma pero con solo un aglutinante termoendurecible o solo termoplástico, de manera que los productos sólidos pueden ser útiles como productos finales, tales como paneles o como repuestos compuestos para las molduras de tableros de fibra de densidad media por ejemplo.

El proceso puede incluir entonces la rotura del producto de panel sólido resultante a dichos granulados o gránulos cortando o serrando el producto sólido. Los granulados pueden ser más largos que la longitud de fibra promedio de las fibras en los granulados.

Una prensa, por ejemplo, un proceso MDF tradicional u otro proceso de refinado, puede usarse para producir fibra de madera a partir de madera o fibra de plantas naturales de plantas, y después aplicar el aglutinante en la línea de soplado o refinador y procesos relacionados. La mezcla fibra-aglutinante se seca y se forma en una estera antes de pensar en una prensa MDF tradicional para producir láminas. Las láminas se reducen posteriormente a concentrados, aglomerados, partículas, cintas o granulados que pueden alimentarse al equipo de procesado de plásticos. Por

ejemplo, las láminas pueden cortarse y granularse con longitudes de granulado de cualquier longitud deseada según el conjunto de longitudes de corte y las dimensiones de lámina prensada iniciales. Preferiblemente la longitud del granulado será más larga que la longitud de fibra. Pueden usarse, por ejemplo 2 mm, 3 mm o 4 mm o 5 mm o 6 mm o más largo.

- 5 Para dejar que la fibra MDF permanezca consolidada después del prensado, se añade el aglutinante, por ejemplo, en la línea de soplado poco después de formarse las fibras en el proceso. De forma alternativa, las fibras pueden recogerse desde el proceso de refinado y posteriormente hacerse fluir de nuevo de forma turbulenta en una corriente, después pulverizarse o impregnarse con disolución o dispersión de polímero aglutinante. El aglutinante necesita tener suficiente resistencia para mantener a las fibras en una lámina y en un granulado sólido, cuando se granula. El aglutinante debería tener una temperatura de transición al cristal, fusión, disociación, ablandamiento o degradación de manera que las fibras puedan volverse móviles en el equipo de procesado de plásticos, tal como en el tambor de un extrusor, y formar una mezcla uniforme con el material termoplástico con que se está mezclando. El aglutinante puede añadirse a sólidos de bajas cargas de fibra. Preferentemente el aglutinante actuará para mejorar la compatibilidad entre la fibra y la matriz de plástico básica. Preferentemente las fibras recubiertas de aglutinante se presan bajo calor para formar una lámina con suficiente integridad para aguantar los procesos de corte y granulado. Esto también puede dar o retener la mezcla, contacto o unión íntima del aglutinante/compatibilizador con la fibra y/o eliminar algo de la humedad.

- El proceso puede realizarse típicamente en muchos molinos de MDF o aglomerado convencionales en donde las fibras se refinan y se impregnan en la línea de soplado o instalaciones similares, se presan bajo calor, aunque, en el proceso de la invención, después se rajan y cortan en granulados y, preferentemente, la resina aglutinante es un sistema de resina que es compatible con la última matriz termoplástica de elección y procesable en maquinaria de plásticos tales como moldeo por extrusión o inyección. Por consiguiente, es factible que los molinos de MDF o similares convencionales, o sus productos, puedan adaptarse para producir concentrados de fibra para el moldeo por extrusión o inyección de plásticos u otros procesos de moldeo, para fabricar compuestos de fibra-plástico. La formulación aglutinante puede comprender además otros aditivos tales como estabilizadores, plastificadores, auxiliares de procesado, retardantes de llama, promotores de adhesión, colorantes, lubricantes, agentes anti-estáticos, compuestos bioactivos, aditivos líquidos o sólidos difíciles de introducir en el extrusor o necesarios a bajos niveles totales y pueden incluir también resinas reactivas o funcionales tales como resinas epoxi. El prensado de las láminas intermedias puede realizarse en un intervalo de densidades de lámina. La granulación de dichas láminas puede realizarse por una variedad de métodos y puede usarse un intervalo de longitudes y dimensiones y formas de granulado. El pre-modelado o impresión de las láminas puede realizarse durante o después de la fabricación de la lámina para ayudar a la posterior fabricación del granulado.

- Los granulados o gránulos de fibra de madera o el producto en otra forma intermedia sólida pueden usarse para alimentar el equipo de procesado termoplástico, tal como extrusores o moldeadores por inyección. Cuando se mezclan los granulados ricos en fibra con los granulados de plástico y/u otros aditivos en un extrusor son factibles varias combinaciones de enfoques de mezcla y posiciones relativas de introducción. El granulado de fibra puede añadirse directamente a una máquina de moldeo por inyección o extrusión de plásticos, con granulados de plástico añadidos, esencialmente sin daño a al menos una fracción principal de la fibra de manera que la fibra se dispersa a través de material plástico fundido en la máquina, para formar un producto compuesto de plásticos-fibra. Un agente de acoplamiento entre las fibras y el material plástico en la máquina puede introducirse también en la máquina de extrusión o moldeo de plásticos para mezclarse con las fibras. Adecuado como un agente de acoplamiento puede ser cualquiera o más de un ácido orgánico, poliolefina con maleato, silano, silicato, titanato, clorotriazina, anhídrido, epóxido, isocianato, acrilato, amida, imida, o ácido abiético. Los agentes de acoplamiento preferidos incluyen cualquiera o más de una poliolefina con maleato que incluyen un anhídrido o ácido maleico, un silano, politetrafluoroetileno modificado con acrílico o una cloroparafina.

- Además se ha encontrado sorprendentemente que los productos sólidos formados por el proceso de la invención con modificación termoplástica de un aglutinante de resina termoendurecible pueden tener propiedades mecánicas superiores tales como resistencia a la tensión y/o dureza por ejemplo, de manera que los productos sólidos pueden ser útiles como productos finales, tales como paneles o como repuestos compuestos para molduras de tablero de fibra de densidad media por ejemplo.

Ejemplos

La siguiente descripción del trabajo experimental ilustra adicionalmente la invención, aunque no se va a considerar de ninguna forma limitante y pueden hacerse modificaciones con respecto a la invención por un experto en la técnica.

Ejemplo 1 – resina UF modificada termoplástica

55 Materiales

- Resina de urea formaldehído (UF) E0 con 65% de contenido en sólidos (con base de agua).
- Emulsión de etileno acetato de vinilo (EVA) DA-101 (con base de agua) con 55% de contenido en sólidos.

- Polvo de acetato de vinilo etileno (VAE) 100% en sólidos.
 - Emulsión de polipropileno con anhídrido maleico (MAPP) (con base de agua) con 40% de contenido en sólidos.
 - Dispersión de etileno ácido acrílico (EAA) (con base de agua) con 25% de contenido en sólidos.
 - Matriz de polipropileno con MFI 25 (230°C/2,16 kg).
- 5 - Polipropileno con anhídrido maleico (MAPP).
- Fibra de madera refinada procedente de astillas de pino radiata.

Formulaciones de aglutinante

Se añadieron de forma separada cuatro polímeros termoplásticos diferentes a UF a 20 y 40% de carga en base sólida. Se prepararon nueve disoluciones aglutinantes. Estas se enumeran en la Tabla 1.

10 Tabla 1: Composición de las diferentes formulaciones de polímero termoplástico UF

Composición (% en base sólida)	Contenido en sólidos (%)
20% de EVA + 80% de UF	62,75
40% de EVA + 60% de UF	60,6
20% de EAA + 80% de UF	44,8
40% de EAA + 60% de UF	39,63
20% de VAE + 80% de UF	58,2
40% de VAE + 60% de UF	53,1
20% de MAPP + 80% de UF	57,8
40% de MAPP + 60% de UF	52
100% de UF	65

15 Todas las formulaciones de aglutinante se prepararon juntando los componentes y agitando con un mezclador de alta cizalladura a 8000 rpm durante 2 minutos, y se pulverizaron “en fresco” en la fibra de madera, inmediatamente después de la mezcla o con un retraso de menos de una hora. El polvo de VAE se puso en suspensión de agua a un 37,5% de contenido en sólidos antes de mezclarse con la resina UF.

Paneles de MDF y granulados de madera

20 Se hicieron paneles MDF a una escala de laboratorio cada uno como sigue: fibras de madera con un contenido de humedad inicial de 8,5% se introdujeron en un mezclador y 5% de aglutinante (en una base sólida), en base a fibra de madera seca en horno y dejando el 58% de pérdidas en la pistola de pulverizado, se pulverizó en las fibras. Las fibras de madera recubiertas se formaron en una estera de 278x255 mm, con 170 g de fibra OD por estera. La estera se prensó en caliente a 180°C entre dos placas de prensa con un espaciador de 3,05 mm en ambos lados del panel durante 3 minutos a 120 kilo-Newtons. Una densidad de 750 kg/m³ se fijó como objetivo para cada panel. Diez muestras de panel MDF se hicieron con las nueve formulaciones de aglutinante preparadas como se describe anteriormente más un panel MDF sin ninguna resina en la fibra considerado como una referencia. Los paneles se cortaron en granulados de 5*5 mm. Una tira de 50 mm se cortó en la mitad de cada panel para ensayos de unión interna. Todas las muestras se cribaron para eliminar y medir el polvo provocado por la etapa de corte.

Compuestos

30 Los granulados de madera MDF y MAPP se secaron en horno a 100°C y 60°C respectivamente toda la noche (~16 horas) antes de la extrusión. Las fibras MDF se combinaron con el polímero en un extrusor Labtech™ de doble husillo tipo LTE 26-40 (tornillos co-rotatorios de 26 mm; l/d=40) con un respiradero. Una premezcla de 40% en peso de granulados MDF/57% en peso de PP/3% en peso de MAPP se alimentó “corriente arriba” en el extrusor por la tolva principal. El compuesto pasó a través de una matriz de cuatro hebras y se enfrió con agua antes de hacerse granulado. Se usaron condiciones de extrusiones de baja cizalladura para evaluar la capacidad de los granulados MDF para “liberar” las fibras en el polímero. Los ajustes del extrusor se esbozan en la Tabla 2 y la Tabla 3.

35

ES 2 692 176 T3

Tabla 2: Temperatura del tambor del extrusor

Zona	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Matriz
T (°C)	180	180	180	180	180	180	180	180	180	180

Tabla 3: Ajustes del extrusor

Velocidad del tornillo rotacional (rpm)	Velocidad del tornillo de tolva (rpm)
100	40

- 5 Los parámetros de extrusión monitorizados para cada compuesto se presentan en la Tabla 4; la temperatura del fundido se mantuvo por debajo de 200°C.

Tabla 4: Parámetros de extrusión

Etiqueta	Torque (%)	Presión de la matriz (bar)	Temperatura de fusión (°C)				
			1	2	3	4	Matriz
20EVA	48	68	173	179	176	177	184
40EVA	48	60	172	178	174	175	182
20EAA	48	67	165	173	169	171	176
40EAA	48	60	166	169	168	169	174
20VAE	48	62	176	179	178	179	187
40VAE	48	59	175	180	177	179	186
20MAPP	∅*	∅*	∅	∅	∅	∅	∅
Resina UF pura	48	57	166	174	168	170	175
Sin aglutinante "H2O"	∅*	∅*	∅	∅	∅	∅	∅

- 10 Las diez muestras de granulados de madera-plástico se secaron en un horno a 60°C toda la noche y después se moldearon por inyección usando las cavidades de molde de muestras de tensión y flexión como en la Tabla 5 posterior.

Temperaturas del tambor (Celsius)			
Boquilla	3	2	1
180	180	180	180

Temperatura del molde (Celsius)
30

Posición del tambor (mm)					
6	5	4	3	2	1
4	5	6	7	8	40

ES 2 692 176 T3

Velocidad del tornillo (rpm)	
2	1
50	75

Velocidad de inyección (mm/s)		
3	2	1
44	58	80

Presión de inyección (bar)	
2	1
85	75

Tiempo de retención (s)		
3	2	1
2	1,2	0,5

Presión de retención (bar)			
4	3	2	1
25	25	25	30

5

Tabla 5: parámetros de moldeo por inyección

Todos los granulados MDF se alimentaron fácilmente a través del extrusor aparte de los granulados “sin aglutinante”. La integridad del granulado se mantuvo, y las fibras se liberaron totalmente en el extrusor bajo condiciones de extrusión de baja cizalladura. Se observaron buenas propiedades mecánicas de los compuestos relevantes.

10 **Ejemplo 2 – resina UF modificada termoplástica con agente de acoplamiento**

15 La influencia de la relación compuesto termoplástico:UF en las propiedades de los paneles MDF se investigó y el efecto en el proceso de granulado del panel en granulados. Se reconoce en la industria de paneles MDF que se necesita una resistencia cohesiva mínima del panel para poder fabricarlo en una línea de producción que usa una prensa caliente continua. El panel abandona la prensa mientras está aún caliente lo que podría comprometer la unión con la presencia de compuestos termoplásticos porque aún puede estar blando a esta temperatura. Como resultado, el riesgo de hacer explotar el panel podría ser crítico. Además, el adhesivo debe mantener las fibras juntas durante el granulado o de otra forma una gran cantidad de material se desperdiciaría y un riesgo de incendio y problema de salud surgiría con la cantidad de polvo que se generaría.

Materiales

- 20 - Resina de urea formaldehído (UF) E0 con 65% de contenido en sólidos (con base de agua).
- Emulsión de etileno acetato de vinilo (EVA) DA-101 (con base de agua) con 55% de contenido en sólidos.
- Dispersión de etileno ácido acrílico (EAA) (con base de agua) con 25% de contenido en sólidos.
- Matriz de polipropileno con MFI 25 (230°C/2,16 kg).
- Polietileno de alta densidad (HDPE) con MFI 18.
- 25 - Polipropileno con anhídrido maleico (MAPP).

- Polietileno con anhídrido maleico (PEAM).
- Fibra de madera refinada procedente de astillas de pino radiata.

Formulaciones aglutinantes

5 La resina UF se modificó añadiendo las emulsiones de EVA o EAA a diferentes relaciones, 5, 10, 20 y 40% en peso en una base sólida. Estas se enumeran en la Tabla 6. Todas las formulaciones se prepararon añadiendo juntos los componentes y agitando a 8000 rpm durante 2 minutos, y se pulverizaron en la fibra de madera "fresca", inmediatamente después de mezclar o con un retraso menor de una hora.

Tabla 6: Composición de las diferentes formulaciones de UF-polímero termoplástico

Composición (% en peso en base de sólidos)	Contenido en sólidos (%)
3% de resina UF	65,0
6% de resina UF	65,0
12% de resina UF	65,0
3% de EVA	55,0
6% de EVA	55,0
12% de EVA	55,0
3% de EAA	25,0
6% de EAA	25,0
12% de EAA	25,0
3% (5% de EVA + 95% de UF)	64,5
3% (10% de EVA + 90% de UF)	63,8
3% (20% de EVA + 80% de UF)	62,7
3% (40% de EVA + 60% de UF)	60,6
6% (5% de EVA + 95% de UF)	64,5
6% (10% de EVA + 90% de UF)	63,8
6% (20% de EVA + 80% de UF)	62,7
6% (40% de EVA + 60% de UF)	60,6
12% (5% de EVA + 95% de UF)	64,5
12% (10% de EVA + 90% de UF)	63,8
12% (20% de EVA + 80% de UF)	62,7
12% (40% de EVA + 60% de UF)	60,6
3% (5% de EAA + 95% de UF)	60,2
3% (10% de EAA + 90% de UF)	56,0
3% (20% de EAA + 80% de UF)	49,2
3% (40% de EAA + 60% de UF)	39,0
6% (5% de EAA + 95% de UF)	60,2
6% (10% de EAA + 90% de UF)	56,0
6% (20% de EAA + 80% de UF)	49,2

6% (40% de EAA + 60% de UF)	39,0
12% (5% de EAA + 95% de UF)	60,2
12% (10% de EAA + 90% de UF)	56,0
12% (20% de EAA + 80% de UF)	49,2
12% (40% de EAA + 60% de UF)	39,0

Paneles MDF y granulados de madera

5 Los paneles MDF se hicieron en una escala de laboratorio generalmente como se describe en el ejemplo 1 anterior, con las formulaciones enumeradas en la Tabla 6. Se cortó una tira de 50 mm en la mitad de cada panel para el ensayo de unión interna. El resto de los paneles MDF se cortaron en granulados de 5*5 mm con la máquina cortadora. Todas las muestras se cribaron para eliminar y medir el polvo provocado por el proceso de granulado.

Compuestos

10 Los granulados se introdujeron en un extrusor generalmente como se describe en el ejemplo 1 anterior. Una premezcla de 40% en peso de granulado MDF con 57% en peso de PP o HDPE, con 3% en peso de MAPP o PEAM (Tabla 7 y 8) respectivamente se alimentó en el extrusor. Se usaron condiciones de extrusión de baja cizalladura para evaluar la capacidad de los granulados para liberar las fibras en el polímero bajo mezcla suave. Algunas de las formulaciones se replicaron sin un agente de acoplamiento. Los WPC hechos a partir de granulados MDF con 3 y 6% en peso de EVA en las fibras fueron difíciles de alimentar en el extrusor porque la premezcla tenía que empujarse a través de los tornillos con un palo de madera ya que el material se acumulaba en el puerto de alimentación. Este efecto estaba
15 provocado por los granulados MDF que eran más voluminosos/esponjosos que los demás (los granulados no mantuvieron la integridad después del cortado).

Tabla 7: Compuestos de madera y plástico con base de PP con agente de acoplamiento

40% en peso de refuerzo		57% en peso de matriz	3% en peso de agente de acoplamiento
Carga de resina en MDF	Composición de la resina		
3% en peso en MDF	100% de UF	PP	MAPP
	5% de EAA/95% de UF		
	10% de EAA/90% de UF		
	20% de EAA/80% de UF		
	40% de EAA/60% de UF		
	100% de EAA		
6% en peso de MDF	100% de UF		
	5% de EAA/95% de UF		
	10% de EAA/90% de UF		
	20% de EAA/80% de UF		
	40% de EAA/60% de UF		
	100% de EAA		
12% en peso en MDF	100% de UF		
	5% de EAA/95% de UF		
	10% de EAA/90% de UF		
	20% de EAA/80% de UF		

	40% de EAA/60% de UF		
	100% de EAA		
3% en peso en MDF	5% de EVA/95% de UF		
	10% de EVA/90% de UF		
	20% de EVA/80% de UF		
	40% de EVA/60% de UF		
	100% de EVA		
6% en peso de MDF	5% de EVA/95% de UF		
	10% de EVA/90% de UF		
	20% de EVA/80% de UF		
	40% de EVA/60% de UF		
	100% de EVA		
12% en peso de MDF	5% de EVA/95% de UF		
	10% de EVA/90% de UF		
	20% de EVA/80% de UF		
	40% de EVA/60% de UF		
	100% de EVA		

Tabla 8: Compuestos de madera y plástico con base de HDPE con agente de acoplamiento

40% en peso de refuerzo		57% en peso de matriz	3% en peso de agente de acoplamiento
Carga de resina en MDF	Composición de la resina		
3% en peso de MDF	100% de UF	HDPE	PEAM
	20% de EAA/80% de UF		
	40% de EAA/80% de UF		
	100% de EAA		
6% en peso de MDF	100% de UF		
	20% de EAA/80% de UF		
	40% de EAA/60% de UF		
	100% de EAA		
12% en peso de MDF	100% de UF		
	20% de EAA/80% de UF		
	40% de EAA/60% de UF		
	100% de EAA		
3% en peso de MDF	20% de EVA/80% de UF		
	40% de EVA/60% de UF		
	100% de EVA		

ES 2 692 176 T3

6% en peso de MDF	20% de EVA/80% de UF		
	40% de EVA/60% de UF		
	100% de EVA		
12% en peso de MDF	20% de EVA/80% de UF		
	40% de EVA/60% de UF		
	100% de EVA		

Tabla 9: Compuestos de madera y plástico con base de PP sin agente de acoplamiento

40% en peso de refuerzo		60% en peso de matriz
Carga de resina en MDF	Composición de la resina	
3% en peso en MDF	100% de UF	PP
	20% de EAA/80% de UF	
	100% de EAA	
6% en peso en MDF	100% de UF	
	20% de EAA/80% de UF	
	100% de EAA	
12% en peso en MDF	100% de UF	
	20% de EAA/80% de UF	
	100% de EAA	
3% en peso en MDF	20% de EVA/80% de UF	
	100% de EVA	
6% en peso en MDF	20% de EVA/80% de UF	
	100% de EVA	
12% en peso en MDF	20% de EVA/80% de UF	
	100% de EVA	

Tabla 10: Compuestos de madera y plástico con base de HDPE sin agente de acoplamiento

40% en peso de refuerzo		60% en peso de matriz
Carga de resina en MDF	Composición de la resina	
3% en peso en MDF	100% de UF	HDPE
	20% de EAA/80% de UF	
	100% de EAA	
6% en peso en MDF	100% de UF	
	20% de EAA/80% de UF	
	100% de EAA	

12% en peso en MDF	100% de UF	
	20% de EAA/80% de UF	
	100% de EAA	
3% en peso en MDF	20% de EVA/80% de UF	
	100% de EVA	
6% en peso en MDF	20% de EVA/80% de UF	
	100% de EVA	
12% en peso en MDF	20% de EVA/80% de UF	
	100% de EVA	

Las muestras de granulados de WPC se secaron en un horno a 60°C toda la noche y después se moldearon por inyección.

Ensayo

5 Perfil de densidad

Un perfilador de densidad Proscan se usó para medir el perfil de densidad de cada muestra ensayada para la resistencia de la unión interna (unión interna). La densidad promedio de la muestra se midió, además del perfil de densidad a través de la sección transversal de la muestra. Todos los paneles MDF tenían una densidad promedio cercana a los 750 kg/m³ que eran objetivo.

10 Unión interna

Dos de los cuatro paneles hechos para cada formulación se ensayaron para la unión interna en una máquina de ensayo universal Zwick 1445 con un movimiento de cruceta de 1 mm/min y precarga de 10 Newtons. La fuerza de unión interna más baja fue del panel MDF hecho de resina EVA pura, especialmente a baja carga. Todas las demás formulaciones tenían un valor de unión interna por encima de 0,5 Mpa lo que indica una unión de fibra suficientemente alta para producir un panel MDF en una línea comercial.

15

Dispersión de fibra

La resina UF modificada incorporando un polímero termoplástico en ella dio por resultado una dispersión y distribución más sencilla y mejor de los granulados de fibra durante la formación del compuesto por extrusión con plástico.

20 Se tomaron fotos de la muestra de ensayo de tensión moldeado por inyección para evaluar visualmente la dispersión de los granulados MDF en fibras individuales en la matriz de plástico después del procesado.

A una relación de 20% en peso de compuesto termoplástico y particularmente a una relación de 40% en peso del compuesto termoplástico pudo verse una alta dispersión de fibra en las superficies de los WPC moldeados por inyección.

Generación de polvo

25 Los paneles MDF se cortaron en granulados cuadrados de 5x5 mm con una máquina de corte neumática. Se realizó una medida de polvo en los granulados de madera MDF recogidos; los granulados de madera se introdujeron en una caja de cribado con un tamaño de malla de 2 mm y se agitaron a mano durante un minuto. Las partículas que pasaron a través de la malla se pesaron y se convirtieron en un “porcentaje de polvo” de la masa de granulado original. Algo de polvo se generó durante la formación de granulados de los paneles MDF en granulados de madera MDF. El polvo estaba compuesto de finos de madera y fibras sueltas. Para un manejo seguro, los granulados MDF necesitan tener bajo polvo residual. Los granulados de madera MDF con 3% en peso de adhesivo EVA puro tenían el nivel más alto de polvo generado por formación de granulado con 6,6% y eran menos que óptimos para el manejo y alimentación en el extrusor. Aparte de para las formulaciones de 3 y 6% en peso de EVA, todos los granulados MDF mostraron buena integridad de granulado y permitirían un fácil manejo de granulados para el transporte y fácil alimentación en un extrusor.

30

35

Agente de acoplamiento

El uso de un agente de acoplamiento es ventajoso para alcanzar las propiedades mecánicas óptimas cuando se formula plástico reforzado con fibra natural. El agente de acoplamiento crea un puente entre la fibra y el plástico;

reacciona con la superficie de la fibra y es compatible con la matriz de plástico asegurando así una buena transferencia de tensión entre los dos componentes.

Ejemplo 3 – Resina de isocianato modificada con compuesto termoplástico

Materiales

- 5 - Resina de diisocianato de metilendifenilo (MDI), 100% sólida, forma líquida.
- Emulsión de polietileno (PE) (con base acuosa) con 40% de contenido en sólidos.
- Matriz de polipropileno con MFI 25 (230°C/2,16 kg).
- Polipropileno con anhídrido maleico.
- Fibra de madera refinada a partir de astillas de pino radiata.

10 Carga de resina en MDF y mezclas de relación MDI/PEAM

Se propusieron dos formulaciones MDI-PE como en la Tabla 1 generalmente como se describe en los ejemplos anteriores y se añadieron a la fibra de madera MDF para hacer paneles MDF como se describe anteriormente. La resina MDI se modificó añadiendo 20% en peso de emulsión de PE en ella, en una base sólida.

Tabla 8: Composición de las diferentes formulaciones MDI-compuesto termoplástico

Composición (% en peso en base sólida)	Contenido en sólidos (%)
1% (20% de PE + 80% de MDI)	73,2
3% (20% de PE + 80% de MDI)	73,2

15

Unión interna

Ambas formulaciones aglutinantes produjeron un valor de unión interna por encima de 0,5 Mpa que indica una unión de fibra suficientemente alta para producir un panel MDF en una línea comercial.

Dispersión de fibra

20 La resina MDI modificada incorporando un polímero termoplástico en ella dio por resultado una dispersión y distribución más sencilla y mejor de los granulados de fibra durante la formación de compuesto por extrusión con plástico.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un producto que comprende fibras de un material lignocelulósico o fibras naturales, para usar como o en la formación de una materia prima en la fabricación de plásticos, que comprende aplicar a fibras sueltas o divididas o haces de fibra, producidas por rotura de forma mecánica o termomecánica o quimio-termomecánica o quimio-mecánica de un material lignocelulósico, o fibras naturales, una formulación aglutinante líquida o particulada que comprende una resina termoendurecible y un polímero, monómero u oligómero termoplástico, consolidar las fibras en un producto sólido, y romper dicho producto sólido en granulados o gránulos que pueden romperse posteriormente para liberar una fracción principal de las fibras, comprendiendo la resina termoendurecible un polímero con base de formaldehído o un isocianato, comprendiendo el producto sólido menos de 10 partes de la resina termoendurecible combinada y modificar el componente termoplástico por 100 partes de fibra de madera en peso seco y de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 5 partes de la resina termoendurecible por 100 partes de fibra de madera en peso seco.
2. Un proceso según la reivindicación 1 en donde la formulación aglutinante comprende menos de 10, 8, 6, 5, 4, 3 o 2 partes por 100 partes de fibra en peso seco.
3. Un proceso según la reivindicación 1 o 2 en donde el polímero, monómero u oligómero termoplástico está presente respecto a la resina termoendurecible en una relación de peso hasta 50:50, 40:60, 20:80 o 10:90.
4. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en donde la formulación aglutinante comprende una mezcla de la resina termoendurecible y polímero, monómero u oligómero termoplástico.
5. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 que comprende aplicar de forma separada los componentes de la resina termoendurecible y el polímero, monómero u oligómero termoplástico de la formulación aglutinante a las fibras.
6. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 que comprende aplicar la formulación aglutinante o componentes de la misma a las fibras mientras se transportan las fibras en una corriente de aire seca o húmeda.
7. Un proceso según las reivindicaciones 1 a 6 en donde las fibras tienen una longitud de fibra o longitud de haz de fibras promedio de al menos 0,8 mm o al menos 1 mm.
8. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde una fracción principal de las fibras tienen una relación de aspecto de al menos 10:1, 20:1 o 25:1.
9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en donde la resina termoendurecible comprende urea formaldehído.
10. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el polímero termoplástico está basado en polietileno, polipropileno, poliestireno, poli(alcohol de vinilo), poli(acetato de vinilo), poli(butirato de vinilo), poliéster, poliacrilato o almidón, o es un polímero o copolímero con uno o más de un co-monómero con grupo funcional ácido, anhídrido, epoxi, amina, isocianato, silano o silanol, o es un copolímero o terpolímero u otro polímero de etileno y/o propileno y/o butadieno y/o estireno y/o acrilonitrilo, y uno o más de acetato de vinilo, butirato de vinilo, anhídrido/ácido maleico, ácido acrílico o metacrílico o sus ésteres, metacrilato o acrilato de glicidilo.
11. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 que incluye formar las fibras en un producto sólido prensando las fibras a un producto sólido en forma plana en una prensa caliente.
12. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 que incluye romper dicho producto sólido a dichos granulados o gránulos cortando o serrando el producto sólido.
13. Los granulados o gránulos producidos mediante el proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12.
14. Un proceso para la fabricación de productos plásticos o intermedios que incluye introducir granulados o gránulos formados mediante el proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 como una materia prima en una máquina de extrusión o moldeo de plásticos, preferiblemente además introducir en la máquina de extrusión o moldeo de plásticos para mezclar con las fibras un agente de acoplamiento entre las fibras y el material plástico, seleccionándose el agente de acoplamiento preferiblemente de cualquiera de uno o más de un ácido orgánico, poliolefina con maleato, un anhídrido o ácido maleico, silano, silicato, titanato, clorotriazina, anhídrido, epóxido, isocianato, acrilato, amida, imida, politetrafluoroetileno modificado con compuesto acrílico, una cloroparafina o ácido abiético.
15. Un producto compuesto de fibra-plásticos producido mediante el proceso según la reivindicación 14.