

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 718 057**

51 Int. Cl.:

**B27N 1/00** (2006.01)

**B27N 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.03.2016 PCT/EP2016/055171**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.09.2016 WO16142483**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.03.2016 E 16712254 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.01.2019 EP 3268190**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un material de virutas de madera y endurecedores para aminoplásticos empleados**

30 Prioridad:

**10.03.2015 DE 102015103511**

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

**27.06.2019**

73 Titular/es:

**FRITZ EGGER GMBH & CO. OG (100.0%)  
Weiberndorf 20  
6380 St. Johann in Tirol, AT**

72 Inventor/es:

**KUNCINGER, THOMAS;  
GIESSWEIN, JÜRGEN y  
KAISERGRUBER, THERESA**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 718 057 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 fabricación de un material de virutas de madera y endurecedores para aminoplásticos empleados

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de materiales de virutas de madera según la reivindicación 1 y al uso de un material que contiene lignocelulosa, descompuesto de forma hidrotérmica y mecánica, como endurecedor para una resina aminoplástica según la reivindicación 20.

10 Los materiales a base de virutas, los llamados materiales de virutas de madera, se componen de un material de madera triturada que se puede prensar formando tanto placas monocapa como placas multicapa. La clasificación de los materiales de virutas de madera se realiza habitualmente según EN 309. Unas características de clasificación importantes son el procedimiento de fabricación (extruido o prensado en plano), la consistencia superficial (bruta, lijada, recubierta por prensado), la forma y el tamaño de los materiales de madera empleados (virutas de madera, copos de madera, rodajas de madera, hebras de madera), la estructura de placa (monocapa o multicapa) y el uso previsto.

15 Dado que en los materiales de virutas de madera está anulado en mayor parte la unión de madera maciza, estas placas tienen en la dirección del plano de la placa, es decir, en la dirección de la longitud y del ancho de la placa, prácticamente las mismas características de hinchamiento y de contracción. Los materiales de virutas de madera se usan por ejemplo en la construcción como elemento aislante, constructivo o de revestimiento, en la industria de muebles y como revestimiento de suelo.

20 En la fabricación de materiales de virutas de madera se puede garantizar un gran aprovechamiento de material de la madera. Además de madera de bosque se emplea también madera residual de la industria y madera usada.

25 Los materiales de virutas se fabrican a partir de material de madera de partículas finas de los tipos de madera más diversos añadiendo aglutinantes naturales y/o sintéticos y otras sustancias. Para la preparación del material de madera se emplean procedimientos cortantes para obtener partículas de madera. Ejemplos de partículas de madera son copos de madera, hebras de madera, rodajas de madera, virutas de madera y recortes triturados. A continuación, las partículas de madera habitualmente se secan, se encolan con una composición (flota de cola) que contiene un aglutinante y se disponen en una o diferentes capas (dispersión). Finalmente, el material de madera dispersado se prensa bajo presión y acción de temperatura formando el material de virutas de madera deseado.

30 El experto distingue entre materiales de virutas de madera y materiales de fibras de madera. Los materiales de virutas de madera y los materiales de fibras de manera así como sus procedimientos de fabricación se diferencian fundamentalmente unos de otros. Los materiales de fibras de madera contienen como componente principal un material de fibras obtenido a partir de madera. Dicho material de fibras se obtiene mediante vaporización o cocción (por ejemplo, en un hervidor preliminar o hervidor) de material de madera y mediante su descomposición química o mecánica (por ejemplo, en un refinador) hasta obtener fibras individuales, haces de fibras o fragmentos de fibras. Al contrario, los materiales de virutas de madera contienen como componente principal material de virutas, es decir, trocitos de madera. El material de virutas se obtiene mediante la mera trituración de material de madera. No se realiza ningún tratamiento por vaporización, cocción o descomposición química o mecánica como en el desfibrado.

35 Los aglutinantes para la fabricación de materiales de virutas de madera pueden presentar uno o varios componentes. Habitualmente, los aglutinantes para la fabricación de materiales de virutas de madera se componen de o contienen resinas sintéticas.

40 Las resinas sintéticas son conocidas básicamente por el experto. Las resinas sintéticas se describen por ejemplo en "Römpps Chemie-Lexikon", 7ª edición, editorial Frankh'sche Verlagshandlung Stuttgart, 1973, página 1893. Un grupo importante de resinas sintéticas son las resinas condensadas. Estas se endurecen por reacciones de condensación, en las que frecuentemente se disocia agua. Entre las resinas condensadas figuran por ejemplo las resinas de fenol-formaldehído y las resinas aminoplásticas.

45 Las resinas aminoplásticas han resultado ser especialmente aptas para la práctica en relación con la fabricación de materiales de virutas de madera. Habitualmente, un material de virutas de madera contiene al menos una resina aminoplástica como aglutinante. Las resinas aminoplásticas se usan en materiales de virutas de madera normalmente para unir unas a otras las partes o partículas de madera que contienen lignocelulosa. Para ello, se puede usar una resina aminoplástica individual o una mezcla de diferentes resinas aminoplásticas.

50 Las resinas aminoplásticas son conocidas por el experto y se describen por ejemplo en "Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie", 4ª edición, tomo 7. página 403 y siguientes. Las resinas aminoplásticas pueden obtenerse mediante la condensación de un componente que contenga grupos amino, imino o amida, con un compuesto de carbonilo. Unos materiales de partida frecuentes para resinas aminoplásticas son por ejemplo la urea y/o la melanina (como componente que contiene grupos amino) y el formaldehído (como compuesto de carbonilo). En este último caso, el componente que contiene grupos amino generalmente se precondensa en un primer paso con el compuesto de carbonilo hasta un grado determinado. Según si en el primer paso se emplea por ejemplo sólo melanina o sólo

urea como componente que contiene grupos amino, se obtiene una llamada resina de melanina o una resina de urea. Las resinas de melanina y/o de urea de este tipo pueden constituir especialmente los componentes principales de resinas aminoplásticas. En un segundo paso que frecuentemente se denomina también endurecimiento, la resina aminoplástica puede reticularse entonces de forma continua. Las resinas formadas por urea y formaldehído se denominan también resinas de urea-formaldehído. Las resinas formadas por melanina y formaldehído se denominan también resina de melanina-formaldehído.

Cuando aquí o en otro punto se habla de resinas aminoplásticas, se refiere también a composiciones de resina aminoplástica. Las resinas aminoplásticas y/o las composiciones de resina aminoplástica también pueden contener agua.

El endurecimiento de resinas sintéticas, especialmente de resinas aminoplásticas, puede realizarse por ejemplo mediante la adición de catalizadores ácidos. Para ello, entran en consideración habitualmente endurecedores convencionales. Los endurecedores y su reacción para iniciar reacciones de endurecimiento se describen por ejemplo en "Holzwerkstoffe und Leime: Technologie und Einflussfaktoren" de M. Dunky y P. Niemz, editorial Springer-Verlag, 2013, páginas 265 a 270. Básicamente, los endurecedores típicos para resinas aminoplásticas tienen en común que contienen, se componen de o pueden liberar dicho ácido. Dicho ácido cataliza o inicia la reacción de endurecimiento. Ejemplos de endurecedores convencionales son ácidos orgánicos fuertes, ácidos inorgánicos como el ácido sulfúrico y el ácido fosfórico, sales que reaccionan de forma ácida en agua como el cloruro de aluminio o el nitrato de aluminio (denominados también sales ácidas), sales que por reacción con componentes de la resina sintética, preferentemente con formaldehído, generan un ácido (denominados también sales que generan ácido) como el fosfato de amonio, el nitrato de amonio, el sulfato de amonio y el cloruro de amonio, y mezclas de las sustancias citadas anteriormente.

En caso de exposición humana o animal, el formaldehído puede ser perjudicial para la salud y provocar alergias, irritaciones de la piel, de las vías respiratorias o de los ojos. En caso de exposición crónica, incluso puede ser carcinógeno. Por lo tanto, es deseable fabricar materiales de virutas de madera con un reducido contenido de formaldehído. Esto es importante especialmente con vistas al uso de materiales de virutas de madera para la fabricación de muebles o como revestimiento de suelo.

El documento JPS60210406A describe un procedimiento para la fabricación de un revestimiento de suelo que contiene lignocelulosa, en el que se emplean celulosa mezclada seca, agregados finos, material de corcho en forma de polvo y resina de urea.

El documento DE102004010796A1 se refiere a un procedimiento para reducir la emisión de formaldehído y de los demás compuestos orgánicos volátiles de placas de material que contiene lignocelulosa, en el que el material se desfibra por descomposición termomecánica formando partículas y/o fibras, se encola, se conforma formando esteras y se prensa formando una placa acabada, eliminándose en parte o completamente por lixiviación los productos de degradación del material lignocelulósico, originados por la descomposición.

Para el endurecimiento especialmente de resinas aminoplásticas, el experto conoce diferentes endurecedores: El documento WO02/068178A2 describe un procedimiento para encolar productos laminados con una resina aminoplástica, en el que se usa un endurecedor que contiene una sal ácida y/o una sal que genera ácido, así como una dispersión polimérica.

El documento WO2005/030895A1 describe sistemas de aglutinantes que además de resinas aminoplásticas y copolímeros N-funcionalizados, contienen también al menos un ácido, una sal ácida y/o una sal que genera ácido.

El documento WO2007/012615A1 describe una composición de endurecedor para resinas aminoplásticas que contiene un ácido, una sal ácida y/o una sal que genera ácido y una dispersión de resina aminoplástica con una actividad residual inferior o igual a 100 J/g.

La desventaja de las composiciones de endurecedor que figuran en el estado de la técnica es que el endurecimiento de la resina aminoplástica usando ácidos fuertes como endurecedor resulta difícil de controlar, ya que el endurecimiento puede comenzar ya al añadir el ácido.

Para evitar este endurecimiento anticipado no deseado, en el estado de la técnica se ha propuesto el llamado procedimiento de aplicación preliminar de endurecedor, en el que, en primer lugar, se aplica el ácido sobre el producto previo o intermedio del material de virutas de madera y, sólo después, se realiza el encolado con una resina sintética. Sin embargo, aquí resulta desventajoso el gasto económico por los pasos de procedimiento adicionales.

Además, los ácidos fuertes contribuyen en mayor medida a la hidrólisis no deseada de la junta colada. Frecuentemente, hay que emplear sistemas tampón adicionales para reducir estas desventajas, lo que sin embargo puede conducir a un endurecimiento insuficiente de la resina. Lo mismo es válido para el uso de sales ácidas en las que el endurecimiento igualmente puede comenzar con la adición de las sales ácidas. Otra desventaja de las sales

que generan ácido consiste en que estas sales habitualmente requieren formaldehído libre para formar el ácido fuerte correspondiente que entonces contribuye al endurecimiento de la resina. Por lo tanto, las composiciones de aglutinantes (flotas de cola) que contienen sistemas endurecedores a base de sales que generan ácido requieren una mayor parte de formaldehído. Este formaldehído normalmente no está ligado de forma duradera y puede volver a liberarse lentamente tras finalizar el procedimiento de fabricación. Por lo tanto, estas composiciones de endurecedor no son óptimas para la fabricación de materiales de virutas de madera con un reducido contenido de formaldehído.

Además, el uso de sales de amonio puede resultar problemático también bajo aspectos ecológicos, económicos y de seguridad. Por una parte, los compuestos de amonio constituyen antes, durante y después de la fabricación una fuente de emisión potencial para amoníaco y, por otra parte, también el uso de cloruro de amonio ha de valorarse como crítico con vistas al reciclaje y el aprovechamiento térmico final. Además, el nitrato de amonio supone un riesgo durante el almacenaje, ya que es comburente y explosivo.

Otro aspecto crítico es que en caso del uso de compuestos de amonio o de la adición directa de ácido, después de la fabricación del material de virutas de madera se puede seguir formando ácido o permanece ácido fuerte libre en el material de virutas de madera. Este ácido puede conducir a la hidrólisis de la junta colada, lo que puede repercutir negativamente en la estabilidad y las propiedades de hinchamiento del material de virutas de madera.

Partiendo del estado de la técnica descrito anteriormente y de sus desventajas, la invención tenía el objetivo de proporcionar un procedimiento que emplee un sistema endurecedor alternativo, mejorado. Especialmente, la invención tenía el objetivo de proporcionar un procedimiento que permita fabricar materiales de virutas de madera con un reducido contenido de formaldehído.

Este objetivo se consigue según la invención mediante un procedimiento según la reivindicación 1 y el uso según la reivindicación 20.

Formas de realización ventajosas de la invención se describen en las reivindicaciones dependientes y en lo sucesivo se explican en detalle como la idea general de la invención.

El procedimiento según la invención para la fabricación de un material de virutas de madera que comprende los pasos:

- a) la puesta a disposición de un primer material que contiene lignocelulosa en forma de partículas de madera;
- b) el encolado del primer material que contiene lignocelulosa con una composición que comprende al menos una resina aminoplástica y al menos un primer endurecedor, habiéndose obtenido el primer endurecedor mediante la descomposición hidrotérmica y mecánica de un segundo material que contiene lignocelulosa, y procediendo el segundo material que contiene lignocelulosa de otra materia prima que el primer material que contiene lignocelulosa;
- c) el prensado formando un material de virutas de madera.

Opcionalmente, antes, después y/o entre los pasos a) a c) pueden realizarse pasos de procedimiento adicionales. Pasos opcionales pueden ser por ejemplo el precalentamiento en un recipiente precalentador, la trituración, el almacenaje, la mezcla, la adición de sustancias adicionales, la dispersión o el secado del material usado u obtenido en los pasos a) a c).

Sorprendentemente, se encontró que mediante el uso de un endurecedor de un material que contiene lignocelulosa, descompuesto de forma hidrotérmica y mecánica, se pueden evitar o reducir en mayor medida los problemas mencionados, conocidos por el estado de la técnica.

Dado que la resina aminoplástica empleada en el procedimiento según la invención también puede contener endurecedores adicionales, el endurecedor obtenido mediante la descomposición hidrotérmica y mecánica de material que contiene lignocelulosa se designa aquí como "primer endurecedor".

Resulta ventajoso que el uso del primer endurecedor se puede integrar de manera sencilla en procedimientos habituales de la industria maderera para la fabricación de materiales de virutas de madera. No se requieren pasos intermedios complicados ni interrupciones del procedimiento.

Asimismo, resulta ventajoso que el primer endurecedor que se usa según la invención se puede obtener de forma económica y está disponible fácilmente. Se puede obtener mediante la descomposición hidrotérmica y mecánica de material que contiene lignocelulosa. En una forma de realización preferible de la invención, el primer endurecedor se obtiene a partir de biomasa que contiene lignocelulosa. Cuando aquí se habla de biomasa, se refiere a las plantas, partes de plantas, frutas y mezclas de estas, más diversas, especialmente también de desechos de plantas de la agricultura o la industria maderera. El aprovechamiento de esta biomasa para la fabricación del primer endurecedor es por tanto una ventaja ecológica muy relevante, ya que la biomasa constituye una materia prima renovable. Una forma de realización especial de la invención permite usar para la fabricación del primer endurecedor desechos de

plantas que ya sólo o ya ni son aptos para el aprovechamiento final. En total, mediante el procedimiento según la invención se puede conseguir una mejor utilización en cascada de materias primas vegetales.

5 Otra ventaja práctica y económica del primer endurecedor es que se puede fabricar de manera especialmente sencilla y económica. Los procedimientos para la descomposición hidrotérmica y mecánica de material que contiene lignocelulosa son conocidos por el experto por ejemplo por la fabricación de placas de fibras. También es importante para la práctica el hecho de que el primer endurecedor se puede añadir de manera especialmente fácil a la composición de aglutinante (flota de cola) y es compatible con esta. Esto no es posible por ejemplo en el caso del uso de ácidos fuertes practicado a veces en el estado de la técnica, tales como se usan por ejemplo en el procedimiento de aplicación preliminar de endurecedor.

10 Además, el procedimiento según la invención permite un uso reducido de las sustancias químicas mencionadas anteriormente. Mediante el uso según la invención del primer endurecedor según la invención 20 se consigue reducir notablemente la necesidad de formaldehído libre y/o la cantidad de endurecedores convencionales como por ejemplo sales que generan ácido. Por lo tanto, el primer endurecedor constituye una alternativa y/o un complemento filoambientales a los endurecedores convencionales descritos al principio.

15 Sin querer estar limitado a una teoría científica determinada, este efecto sorprendente del primer endurecedor parece poder explicarse porque durante la descomposición hidrotérmica y mecánica se liberan uno o varios ácidos. Este al menos un ácido parece contribuir al endurecimiento de la resina.

20 En el al menos un ácido liberado durante la descomposición hidrotérmica y mecánica parece tratarse además de un ácido ligeramente volátil. Por ello, este ácido no permanece o permanece sólo durante un corto tiempo en la junta colada del material de virutas de madera acabado. Por este tipo de permanencia corto del ácido se puede evitar en gran medida una hidrólisis de la junta colada por dicho ácido. Cuando aquí se habla de ácido, se puede referir a un ácido individual o a mezclas de diferentes ácidos.

25 Magnitudes características importantes para materiales de virutas de madera son el hinchamiento, la resistencia a la tracción transversal y la absorción de agua. Sorprendentemente, en experimentos prácticos se encontró que estas magnitudes características están mejoradas en materiales de virutas de madera que se fabricaron mediante el procedimiento según la invención. Especialmente, usando el primer endurecedor según la invención que se puede obtener mediante descomposición hidrotérmica y mecánica, se consigue reducir la cantidad de endurecedor convencional y, en parte, incluso prescindir del mismo, sin que se produzca un empeoramiento de dichas magnitudes características. Por ejemplo, se consigue mejorar la resistencia a la tracción transversal de los materiales de virutas de madera. Además, se consigue reducir notablemente el hinchamiento y/o la absorción de agua de los materiales de virutas de madera.

30 Cuando aquí se habla de "material que contiene lignocelulosa", se refiere a un material vegetal que contiene lignocelulosa. La lignocelulosa en el sentido de la invención contiene celulosa y/o hemicelulosa así como lignina.

35 La "celulosa" es un polisacárido no ramificado que se compone de entre varios centenares y diez mil unidades de celobiosa. Estas unidades de celobiosa a su vez se componen de dos moléculas de glucosa que están enlazadas a través de un enlace 6-1,4-glicosídico.

40 "Hemicelulosa" es una denominación colectiva para diferentes componentes de paredes de células vegetales. Las hemicelulosas son polisacáridos ramificados con una menor longitud de cadena – habitualmente menos de 500 unidades de azúcar – que están formados por varios monómeros de azúcar. La hemicelulosa está formada sustancialmente por diferentes monómeros de azúcar como por ejemplo glucosa, xilosa, arabinosa, galactosa y manosa, pudiendo presentar los azúcares grupos sustituidos por acetilo y metilo. Tienen una estructura amorfa aleatoria y se dejan hidrolizar bien. La xilosa o la arabinosa se componen principalmente de monómeros de azúcar con cinco átomos de carbono (pentosas). La manosa o la galactosa se componen principalmente de monómeros de azúcar con seis átomos de carbono (hexosas).

45 Las "ligninas" son macromoléculas aromáticas amorfas, ramificadas de forma irregular que en la naturaleza existen como componente de paredes celulares donde causan la lignificación de la célula. Están formadas por unidades de fenilpropanol sustituidas, presentan un carácter lipófilo y son insolubles a temperatura ambiente en disolventes neutros como por ejemplo agua. Las sustancias precursoras de lignina son por ejemplo alcohol p-cumarilicio, alcohol coniferílico y alcohol sinapílico. Las masas molares de la lignina se sitúan habitualmente entre 10.000 y 20.000 g/mol.

50 "Hidrólisis" en el sentido de la invención puede referirse especialmente a la disociación de un compuesto (bio)químico por reacción con agua. Durante ello, especialmente, formalmente un átomo de hidrógeno puede ser emitido a una parte disociada y el resto hidroxilo que queda puede ser emitido a la otra parte disociada.

55 Cuando aquí se habla de "material de virutas de madera", según la invención se entienden por ello diferentes materiales a base de virutas que se componen de madera o contienen madera. Materiales de virutas de madera

(placas de virutas en el sentido más amplio), designa un grupo de productos en el ámbito de los materiales de madera que se fabrican por medio de calor y presión a partir de partículas de madera y al menos un aglutinante. Otro grupo de productos del ámbito de los materiales de virutas de madera que no están comprendidos por el término "material de virutas de madera" tal como se usa aquí son los materiales de fibras de madera. A estos últimos pertenecen las placas de fibras como por ejemplo las placas de fibras de densidad media (MDF) y de alta densidad (HDF). Al contrario de los materiales de virutas de madera, para la fabricación de las placas de fibras, la madera empleada se descompone hasta obtener fibras de madera, haces de fibras o fragmentos de fibras. Para el experto, los materiales de virutas de madera y los materiales de fibras de madera son dos categorías de materiales fundamentalmente distintos que se han de diferenciar.

Básicamente, el experto conoce diferentes materiales de virutas de madera. Ejemplos de ellos son las placas de virutas, placas prensadas planas, placas monocapa, placas multicapa, placas prensadas planas ligeras, placas extruidas, placas tubulares extruidas (ET – "Extruded Tubular"), placas macizas extruidas (ES – "Extruded Solid"), placas prensadas planas decorativas recubiertas con materia sintética (MFB – "Melanin Faced Board"), piezas conformadas de madera de virutas o placas de virutas orientadas (OSB – "Oriented Strand Board"). La clasificación de las placas de virutas puede realizarse según DIN EN 312, según la que las placas de virutas se pueden diferenciar en cuanto a su solidez y resistencia a la humedad. Las placas OSB pueden clasificarse según su uso de acuerdo con EN 300. Los materiales de virutas de madera de este tipo pueden transformarse por ejemplo en laminados, revestimientos de suelos, tableros de trabajo, tableros de mesa, palets y/o piezas conformadas de madera. Los materiales de virutas de madera, su fabricación y sus requisitos se describen también en "Taschenbuch der Holztechnik", A. Wagenführ, F. Scholz, editorial Carl Hanser Verlag. 2ª edición 2012, en las páginas 143 a 146.

Según una forma de realización de la invención, el material de virutas de madera es una placa de material de virutas de madera. Preferentemente, el material de virutas de madera es una placa de virutas o placas OSB. Experimentos prácticos han demostrado que el procedimiento según la invención así como las formas de realización descritas anteriormente resultan especialmente adecuados para la fabricación de materiales de virutas de madera prensados, especialmente para la fabricación de placas de virutas y placas OSB.

Preferentemente, el material de virutas de madera o su producto previo o intermedio, se compone sustancialmente de material que contiene lignocelulosa y aglutinante. "Sustancialmente" significa aquí al 90 % en peso, 95 % en peso, 99 % en peso o 99,9 % en peso, referido respectivamente al peso total del material de virutas de madera.

Sin embargo, también es posible que el material de virutas de madera, o su producto previo o intermedio, contenga sustancias adicionales. Por ejemplo, se pueden añadir agentes humectores y/o separadores para un proceso de prensado mejorado. Además, se pueden añadir agentes fungistáticos o ignífugos. De esta manera, los materiales de virutas de madera que contienen lignocelulosa pueden satisfacer requisitos especiales. Este tipo de requisitos ya se han mencionado anteriormente y son conocidos por el experto. Especialmente, se pueden añadir este tipo de sustancias adicionales en el procedimiento según la invención antes, durante y/o después de uno de los pasos a) a c).

El paso a) del procedimiento según la invención prevé la puesta a disposición de partículas de madera. Cuando aquí se habla de partículas de madera, se refiere a cualquier tipo de partículas de madera que pueden emplearse para la fabricación de materiales de virutas de madera. Las partículas de madera pueden ser cualquier tipo de productos de trituración de material que contiene lignocelulosa. Las partículas de madera como se usan aquí no incluyen fibras de madera.

Dado que el endurecedor usado según la invención igualmente contiene lignocelulosa, las partículas de madera empleadas en el paso a) se designan aquí como "primer material que contiene lignocelulosa". Para diferenciarlos, el material empleado para la fabricación del endurecedor se designa como "segundo material que contiene lignocelulosa". El primer material que contiene lignocelulosa se diferencia del segundo material que contiene lignocelulosa tal como se describe más adelante.

Para la fabricación de materiales de virutas de madera según el procedimiento según la invención y sus formas de realización, en el paso a) se usa un primer material que contiene lignocelulosa presente en forma de partículas de madera. Según el tipo de material de virutas de madera, el primer material que contiene lignocelulosa puede producirse mediante la trituración de materiales que contienen lignocelulosa. Según la invención, el primer material que contiene lignocelulosa se pone a disposición en forma de partículas de madera, es decir que puede contener o componerse de partículas de madera. Las partículas de madera como se usan aquí pueden contener madera o componerse de madera. Ejemplos de partículas de madera son materiales de madera de partículas finas, virutas de madera, hebras de madera, rodajas de madera, copos de madera y recortes triturados. Habitualmente, las partículas de madera para materiales de virutas de madera se obtienen mediante procedimientos cortantes. En un paso opcional, las partículas de madera pueden secarse o almacenarse de forma intermedia antes del siguiente procesamiento. Además, al primer y/o al segundo material que contiene lignocelulosa pueden añadirse sustancias adicionales.

- Básicamente, el experto conoce diferentes métodos para fabricar materiales de virutas de madera mediante prensado. Según una forma de realización de la invención, las partículas de madera encoladas en el paso b) se prensan en el paso c) formando un material de virutas de madera. Preferentemente, en el paso c) se trata de un prensado en caliente. Resultados óptimos se pueden lograr si el factor de compresión durante el prensado en caliente se sitúa entre 2 y 10 s/mm, preferentemente entre 3 y 6 s/mm. Por factor de compresión se entiende aquí especialmente el tiempo de permanencia en prensa del material de virutas de madera que contiene lignocelulosa en segundos por milímetro de grosor o espesor del material de virutas de madera que contiene lignocelulosa, prensado acabado.
- 5
- 10 Temperaturas adecuadas para el prensado en el paso c) del procedimiento según la invención o una de sus formas de realización son temperaturas de 150 °C a 250 °C, preferentemente de 160 °C a 240 °C, de forma especialmente preferible de 180 °C a 230 °C. A temperaturas dentro de estos intervalos, el procedimiento puede realizarse de forma especialmente rentable.
- 15 Por razones económicas y de técnica de procedimiento ha resultado ser ventajoso si durante el prensado se usa una presión de compresión específica (presión activa sobre la superficie de la placa) de 50 a 300 N/cm<sup>2</sup>. Este tipo de presiones garantizan una adhesión mutua especialmente buena de las partículas que contienen lignocelulosa. Además, con una presión de compresión de este tipo se puede conseguir una gran solidez de los materiales de virutas de madera que contienen lignocelulosa.
- 20 Dado que el procedimiento según la invención es un procedimiento para la fabricación de materiales de virutas de madera a partir de las partículas de madera (aquí, designadas como "primer material que contiene lignocelulosa") empleadas en el paso a), este procedimiento no incluye ningún desfibrado, vaporización, cocción o descomposición química y/o mecánica (por ejemplo, en un refinador) del primer material que contiene lignocelulosa, tal como como se practica por ejemplo en la fabricación de placas de fibras de madera.
- 25 En el paso b) del procedimiento según la invención, el primer material que contiene lignocelulosa se encola con una composición que comprende al menos una resina aminoplástica y al menos un primer endurecedor. Cuando aquí se habla de "encolado", se refiere a la humectación total o parcial con una composición que contiene un aglutinante ("composición que contiene aglutinante"). Este tipo de composiciones son designadas por el experto especialmente también como "flota de cola". Según la invención, el aglutinante es una resina aminoplástica. Encolar puede significar especialmente también la distribución homogénea de la composición que contiene aglutinante sobre las partículas de madera. La aplicación de la composición que contiene aglutinante puede realizarse por ejemplo mediante impregnación o pulverización.
- 30 El procedimiento según la invención comprende en el paso b) el encolado de partículas de madera con una composición que comprende al menos una resina aminoplástica y al menos un primer endurecedor. Esto puede realizarse de diversas maneras. Especialmente, para la fabricación de la composición se puede añadir a la resina aminoplástica el endurecedor antes del y/o durante el encolado. Según una forma de realización del procedimiento según la invención, como composición para el encolado de las partículas de madera se usa una mezcla elaborada previamente de resina aminoplástica y el primer endurecedor y se aplica sobre las partículas de madera. Según esta forma de realización del procedimiento, por tanto, las partículas de madera se encolan con una composición que contiene una resina aminoplástica y un primer endurecedor, aplicando sobre las partículas de madera una mezcla de resina aminoplástica y el primer endurecedor, elaborada previamente.
- 35 Sin embargo, el procedimiento según la invención igualmente comprende formas de realización en las que el endurecedor se añade a la resina aminoplástica sólo durante el encolado y, por tanto, la composición se origina sólo in situ durante el encolado. Esto puede realizarse especialmente de tal forma que durante el encolado de las partículas de madera, la resina aminoplástica y el primer endurecedor se aplican sobre las partículas de madera por separado entre sí, dado el caso, con aditivos y aglutinantes adicionales. Durante ello, quedan mezclados la resina aminoplástica y el endurecedor, de manera que queda formada una composición que "contiene" una resina aminoplástica y un primer endurecedor. Por ejemplo, se puede aplicar sobre las partículas de madera en un primer paso la resina aminoplástica y en un segundo paso el primer endurecedor. Viceversa, también es posible aplicar sobre las partículas de madera en un primer paso el primer endurecedor y, después, en un segundo paso, la resina aminoplástica. También es posible una aplicación simultánea de la resina aminoplástica y el primer endurecedor mediante dos dispositivos de aplicación separados, como por ejemplo toberas, sobre las partículas de madera. Por consiguiente, otra forma de realización del procedimiento prevé que las partículas de madera se encolan con una composición que contiene una resina aminoplástica y un primer endurecedor, de tal forma que la resina aminoplástica y el primer endurecedor se aplican sobre las partículas de madera de forma separada.
- 40 La cantidad del aglutinante empleado durante el encolado asciende preferentemente a entre 0,1 y 20 % en peso, especialmente a entre 1 y 16 % en peso, de forma más preferible a entre 4 y 14 % en peso, con respecto al peso seco de madera (resina sólida/atro). Para muchas aplicaciones resulta especialmente apto para la práctica, si el aglutinante se emplea en una cantidad de 0,1 a 15 % en peso con respecto al peso seco de madera (resina sólida/atro).
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65

Básicamente, el procedimiento según la invención o alguna de sus formas de realización resultan adecuados para una multitud de combinaciones de aglutinantes y partículas de madera. Según la invención, se emplea al menos una resina aminoplástica como aglutinante. Alternativamente o adicionalmente pueden emplearse también otras resinas sintéticas, especialmente fenoplásticos, acetatos de vinilo, isocianatos, resinas epoxi y/o resinas acrílicas en el procedimiento según la invención. En una forma de realización de la invención, el aglutinante se compone de una resina aminoplástica y uno o varios endurecedores. Ejemplos de resinas aminoplásticas son resinas de urea-formaldehído (UF), resinas de urea-formaldehído reforzadas con melanina (MUF), resinas de melanina-urea-formaldehído (MUPF) o mezclas de estas. En la práctica se consiguen resultados especialmente buenos con resinas de urea-formaldehído (UF), resinas de urea-formaldehído reforzadas con melanina (MUF) o mezclas de estas.

Preferentemente, la resina aminoplástica se puede obtener mediante la condensación de un componente que contiene grupos amino con un compuesto de carbonilo. El compuesto de carbonilo es preferentemente formaldehído. El componente que contiene grupos amino es preferentemente melanina y/o urea. De forma especialmente preferible, la resina aminoplástica es una resina de melamina o una resina de urea, especialmente una resina de melamina-formaldehído o una resina de urea-formaldehído o una resina de urea-formaldehído.

La composición (flota de cola) empleada en el procedimiento según la invención contiene además al menos un primer endurecedor. De manera ventajosa, el aglutinante contiene 0,1 a 15 % en peso del primer endurecedor, especialmente 0,5 a 10 % en peso con respecto a la parte de resina sólida de la resina aminoplástica.

El término "endurecedor" tal como se usa aquí es un término técnico conocido por el experto activo en la fabricación de materiales de virutas de madera. Los endurecedores son catalizadores que catalizan, es decir, fomentan o inician, una reacción de endurecimiento o de reticulación, sin gastarse ellos mismos durante ello. Como sabe el experto, los catalizadores son sustancias que aumentan la velocidad de reacciones mediante la reducción de la energía de activación de una reacción química, sin gastarse ellos mismos durante ello. El endurecimiento de resinas aminoplásticas se realiza mediante catálisis de ácido. El ácido que aquí funciona como endurecedor, inicia y hace avanzar la reacción de endurecimiento o de reticulación sin gastarse el mismo durante ello. Los endurecedores, por tanto, se diferencian de los eductos de la reacción de reticulación de resinas aminoplásticas, que durante el endurecimiento de resinas aminoplásticas reaccionan entre sí y por consiguiente se gastan. Igualmente, los endurecedores se diferencian también de aditivos, por ejemplo, agentes diluyentes como la lignina, que a través de grupos funcionales son capaces de incorporarse por polimerización a la resina aminoplástica. Este tipo de aditivos que pueden incorporarse por polimerización durante el endurecimiento de la resina aminoplástica y de esta manera pueden terminar de reaccionar y gastarse no están incluidos en el término "endurecedor" tal como se usa aquí.

El primer endurecedor que se usa según la invención está basado en un material que contiene lignocelulosa. Se obtiene mediante la descomposición hidrotérmica y mecánica de tal material que contiene lignocelulosa. Según una forma de realización, por tanto, el primer endurecedor que se usa según la invención contiene material que contiene lignocelulosa descompuesto de forma hidrotérmica y mecánica o se compone de este.

El endurecedor que se usa según la invención se obtiene a partir de un segundo material que contiene lignocelulosa que se diferencia del primer material que contiene lignocelulosa descrito anteriormente, usado en el paso a). Esta diferencia consiste especialmente en el origen y/o las materias primas en las que se basa. Según la invención, está previsto especialmente que el segundo material que contiene lignocelulosa procede de otra materia prima que el primer material que contiene lignocelulosa. El primer y el segundo material que contiene lignocelulosa pueden representar diferentes materias primas o haberse fabricado u obtenido a partir de diferentes materias primas. Según una forma de realización, la diferencia en las materias primas consiste en la especie vegetal o la composición de especies vegetales a partir de las que se obtienen los dos materiales que contienen lignocelulosa. Según otra forma de realización, la diferencia en las materias primas consiste en el género vegetal o la composición de géneros vegetales a partir de los que se obtienen los dos materiales que contienen lignocelulosa. Los términos especie vegetal y género vegetal se entienden según la definición botánica habitual (taxón y genus).

El primer material que contiene lignocelulosa se pone a disposición según la invención en forma de partículas de madera, es decir que al menos una materia prima de la que procede el primer material que contiene lignocelulosa es madera. El segundo material que contiene lignocelulosa puede haberse obtenido de otra especie de manera que se usó como materia prima para el primer material que contiene lignocelulosa. Preferentemente, sin embargo, las materias primas para el primer y el segundo material que contiene lignocelulosa se diferencian de tal forma que el segundo material que contiene lignocelulosa procede de una materia prima distinta a la madera, especialmente a la madera de árbol.

En una forma de realización preferible de la invención, el segundo material que contiene lignocelulosa está seleccionado del grupo compuesto por plantas anulares, plantas útiles, hierbas, hojas, cereales, sus componentes y desechos o mezclas de los mismos. Por planta útil se entiende especialmente paja, trigo, centeno, cebada, avena, mijo, maíz, miscanthus, arroz, sus componentes, sus desechos y/o mezclas de los mismos. Cuando aquí se habla de "plantas anuales", se refiere a plantas y/o sus componentes que contienen lignocelulosa y que desde la germinación de su semilla hasta la polinización de su flor y la maduración de la nueva semilla tardan un período de vegetación y se mueren tras la maduración de la nueva semilla. En una forma de realización especialmente preferible, uno o varios de estos segundos materiales seleccionados que contienen lignocelulosa se someten a una

descomposición hidrotérmica y mecánica. Este material descompuesto de forma hidrotérmica y mecánica puede emplearse entonces como primer endurecedor.

El uso de los materiales que contienen lignocelulosa, descritos anteriormente, para la fabricación del primer endurecedor ha resultado ser ventajoso en cuanto a la rentabilidad. Las plantas mencionadas son de cultivo fácil y rápido y se pueden procesar fácilmente y en pocos pasos de procedimiento. Por ejemplo, mediante el procesamiento de desechos vegetales no sólo se garantiza una materia prima económica, sino también un mejor aprovechamiento en cascada de las materias primas vegetales. Al contrario, en caso de usar madera, especialmente madera de árbol, como materia prima para la fabricación del primer endurecedor resultarían desventajosos los tiempos de cultivo mucho más largos, la inversión de trabajo notablemente mayor así como los costes del procesamiento de la madera. Por lo tanto, según la invención ha resultado ser ventajoso si el "segundo" material que contiene lignocelulosa, empleado para la fabricación del endurecedor que se usa según la invención, se diferencia del llamado "primer" material que contiene lignocelulosa, empleado en el paso a) del procedimiento según la invención para la fabricación del material de virutas de madera.

Por estas razones, según una forma de realización especial de la invención está previsto que el segundo material que contiene lignocelulosa no contiene madera, especialmente madera de árbol, ni tampoco procede de materias primas de este tipo. Según la invención, las materias primas mencionadas anteriormente para el segundo material que contiene lignocelulosa (véanse las reivindicaciones 14 y 15) no están incluidos en el término genérico madera.

En una forma de realización de la invención, el segundo material que contiene lignocelulosa puede emplearse en forma no triturada para la descomposición hidrotérmica y mecánica. En otra forma de realización de la invención, el segundo material que contiene lignocelulosa también se puede triturar previamente para la descomposición hidrotérmica y mecánica. Preferentemente, se tritura previamente en seco. El segundo material que contiene lignocelulosa, triturado, puede presentar un tamaño de partículas medio – determinado según el ancho de mallas del tamiz – de 20 µm a 20 mm, de 0,05 µm a 1 mm o de 0,4 µm a 0,4 mm.

En los "tamaños de partículas medios" indicados aquí se trata de diámetros medios de tamizado que se determinan por el hecho de que las partículas pasan por un ancho de mallas definido de un tamiz. El experto conoce básicamente métodos para la determinación de tamaños de partículas, por ejemplo el análisis de tamizado según DIN61165. Para el análisis del diámetro medio de tamizado se puede elegir por ejemplo un sistema de tamices con anchos de mallas que disminuyen desde arriba hacia abajo. Entonces, durante el proceso de tamizado, en cada tamiz queda aquella parte que ha pasado por el tamiz superior, pero que ya no ha pasado por el tamiz en cuestión. Las distintas partes pueden pesarse y representarse de forma porcentual en forma de una distribución de partículas. A partir de ello se puede calcular también el diámetro medio de tamizado según DIN66165. Para tamaños de partículas o fracciones de partículas pequeños se puede recurrir a procedimientos microscópicos para la determinación del tamaño de partículas.

Preferentemente, el segundo material que contiene lignocelulosa, triturado, tiene una distribución de tamaños de partículas con la que al menos 70, 80, 90 o 95 % en peso del material presenta un diámetro de tamizado de 20 µm a 20 mm, de 0,05 µm a 1 mm o de 0,1 µm a 0,4 mm, determinado por el ancho de mallas del tamiz. Esta distribución de tamaños de partículas puede existir antes o después de la descomposición mecánica. Preferentemente, esta distribución de tamaños de partículas se refiere al material que ya se trituró mecánicamente y ya sólo se somete a una descomposición hidrotérmica y mecánica.

En una forma de realización, el tamaño de partículas o el tamaño medio de partículas puede determinarse de tal forma que las partículas del segundo material que contiene lignocelulosa pasan por un tamiz con un ancho de mallas de 20 mm, preferentemente de 1 mm, de forma especialmente preferible de 0,4 mm y de forma particularmente preferible de 0,2 mm. Para la práctica, esto significa que según una forma de realización de la invención se pueden emplear fracciones de partículas que resultan de partículas que pasan por estos anchos de mallas. El tamaño medio de partículas se determina en esta forma de realización mediante un "tamaño máximo" de las partículas por los anchos de malla definidos anteriormente. Estos tamaños de partículas pueden existir antes o después de la descomposición hidrotérmica y mecánica. Preferentemente, estos tamaños de partículas se refieren al material que ya se trituró mecánicamente y ya sólo se somete a una descomposición hidrotérmica y mecánica.

Según otra forma de realización de la invención, el segundo material que contiene lignocelulosa, triturado, tiene una distribución de tamaños de partículas con la que al menos 70, 80, 90 o 95 % en peso del material tiene un diámetro de tamizado inferior a 20 mm, preferentemente inferior a 1 mm, inferior a 0,4 mm o inferior a 0,2 mm, determinado respectivamente por el paso por un tamiz con un ancho de mallas correspondiente.

Cuando aquí se habla de "peso en seco", se refiere al contenido de masa seca. El contenido de masa seca es aquella parte de una sustancia que queda tras deducir la masa del agua contenida. Esto significa que el contenido de masa seca y el contenido de agua de una sustancia se complementan al 100 por cien. En una forma de realización de la invención, el primer endurecedor puede presentar un peso en seco de 5 a 25 % en peso, especialmente de 10 a 20 % en peso con respecto al peso total del material.

Durante la descomposición hidrotérmica y mecánica del segundo material que contiene lignocelulosa se puede liberar ácido. Según una forma de realización preferible, el primer endurecedor contiene en el paso b) un ácido que se liberó por la descomposición hidrotérmica y mecánica del segundo material que contiene lignocelulosa. Esto resulta ventajoso especialmente porque el segundo material que contiene lignocelulosa, descompuesto de forma hidrotérmica y mecánica, contiene directamente el ácido que puede actuar como catalizador durante la reacción de endurecimiento (como se ha descrito anteriormente) y no tiene que liberarse primero. En una forma de realización de la invención, el segundo material que contiene lignocelulosa libera durante la descomposición hidrotérmica y mecánica al menos un ácido, en presencia de agua y/o de acción térmica. Sorprendentemente, se encontró que durante la descomposición hidrotérmica y mecánica se liberan preferentemente ácidos débiles y/o volátiles. En una forma de realización preferible de la invención, durante la descomposición hidrotérmica y mecánica se liberan ácido fórmico y/o ácido acético. Dado que el ácido fórmico y/o el ácido acético son ácidos débiles se pueden evitar por tanto al menos en gran medida las desventajas anteriormente descritas de los ácidos fuertes.

“Hidrotérmico” tal como se usa aquí significa que la descomposición se realiza bajo acción de agua y temperatura elevada. El agua puede proceder de los materiales empleados mismos o añadirse. Preferentemente, se añade agua, especialmente en forma de vapor de agua. Según una forma de realización preferible de la invención, la descomposición mencionada en el paso b) es una descomposición simultáneamente hidrotérmica y mecánica.

Sin querer estar vinculado a una teoría científica, la liberación del ácido parece deberse a la buena capacidad de hidrólisis de la hemicelulosa. Experimentos comparativos con celulosa microcristalina que se sometió a las condiciones de la descomposición hidrotérmica y mecánica no condujeron a la liberación del ácido. Básicamente, los enlaces  $\beta$ -1,4-glicosídicos de la molécula de glucosa son muy estables. Por lo tanto, para la hidrólisis de la celulosa requiere condiciones drásticas como por ejemplo condiciones fuertemente ácidas o fuertemente alcalinas o enzimas especiales. Una razón de que la celulosa microcristalina no libera ácido durante la descomposición hidrotérmica y mecánica podría ser que esta descomposición no es suficientemente ácida o alcalina.

De esta manera parece poderse explicar también por qué para la fabricación del primer endurecedor resulta mucho más adecuado el segundo material que contiene lignocelulosa que ya se ha mencionado anteriormente, que por ejemplo la madera de árbol. Una razón de ello podría ser que el segundo material que contiene lignocelulosa que se usa según la invención, especialmente las plantas mencionadas anteriormente, presentan una mayor parte media de hemicelulosa que por ejemplo la madera de árbol, especialmente la madera de coníferas.

Según una forma de realización de la invención, la liberación del ácido contribuye al endurecimiento de la resina. Este es el caso especialmente si la resina puede endurecerse mediante catálisis ácida. Entre las resinas endurecibles por catálisis ácida figuran especialmente las resinas aminoplásticas. Según una forma de realización de la invención, el ácido liberado durante la descomposición hidrotérmica y mecánica contribuye al endurecimiento de la resina aminoplástica contenida en la composición que contiene aglutinante.

En una forma de realización de la invención, el ácido liberado durante la descomposición hidrotérmica y mecánica presenta un peso molecular de 40 g/mol a 500 g/mol, especialmente de 40 g/mol a 250 g/mol. Según otra forma de realización, el ácido es un ácido de Brønsted con un  $pK_a$  de 2 a 8, especialmente de 3 a 6. Preferentemente, el ácido es un ácido carboxílico con una longitud de cadena de 1 a 5 átomos de carbono. Ejemplos de ácidos carboxílicos son el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido propanoico, el ácido butírico, el ácido pentanoico y derivados de estos. Ejemplos y característicos de ácidos de Brønsted se describen por ejemplo en “Basiswissen der Chemie”, C. Mortimer, Thieme, 7ª edición, 2001, en las páginas 281 a 290. Por  $pK_a$  se entiende el logaritmo decádico negativo de la constante de acidez  $K_a$  en condiciones estándar (véase también “Organic Chemistry”, Jonathan Clayden, Nick Greeves, Stuart Warren, OUP Oxford, 2012, páginas 163 a 181). Cuanto menor es el valor  $pK_a$ , más fuerte es el ácido. Si un ácido presenta varias etapas de disociación (por ejemplo,  $H_2SO_4$ :  $pK_a$  1ª etapa: -3, 2ª etapa: 1,92), aquí, el valor  $pK_a$  se refiere al valor  $pK_a$  de la 1ª etapa de disociación. Los valores  $pK_a$  de algunos ácidos de Brønsted importantes se encuentran en la siguiente tabla.

Fuerza de ácido	$pK_a$	Ácido
muy fuerte	-10	$HClO_4$
	-10	HI
	-8,9	HBr
	-6	CCl
	-3	$H_2SO_4$
	-1,32	$HNO_3$
fuerte	0	$H_3O^+$
	1,92	$HSO_4^-$
	2,13	$H_3PO_4$
débil	3,77	HCOOH
	4,76	CH <sub>3</sub> COOH

En una forma de realización de la invención, el ácido carboxílico es un ácido débil. Cuando aquí o en otro punto se habla de ácidos débiles, se refiere a que el  $pK_a$  es igual o superior a 3. Con un  $pK_a$  inferior a 3 del ácido de Brønsted, el aglutinante puede ser atacado por el ácido y ser hidrolizado al menos en parte por este.

5 Experimentos prácticos con el primer endurecedor que ha de emplearse según la invención han arrojado una hidrólisis notablemente reducida de la junta colada, si el ácido que se libera durante la descomposición hidrotérmica y mecánica y que puede contribuir al endurecimiento de la resina aminoplástica es un ácido débil. Una razón de ello podría ser que por la reducida acidez de los ácidos débiles, la hidrólisis no está tan pronunciada como es el caso en ácidos procedentes de endurecedores convencionales y/o ácidos fuertes. Los endurecedores convencionales como  
10 por ejemplo las sales de amonio siguen siendo capaces, incluso después de acabar el material de virutas de madera, de liberar ácidos adicionales que pueden difundirse a la junta colada e hidrolizarla.

En otra forma de realización de la invención, el ácido carboxílico es un ácido volátil. Ejemplos de ácidos volátiles son el ácido fórmico o el ácido acético. La volatilidad del ácido puede contribuir a seguir mejorando la estabilidad de la junta colada. Una razón de ello podría ser que un ácido volátil permanece durante un tiempo más corto en la junta colada que los ácidos procedentes de endurecedores convencionales. Por este tiempo de permanencia más corto se puede reducir o incluso evitar una hidrólisis no deseada de la junta colada.

El primer endurecedor se puede obtener mediante descomposición hidrotérmica y mecánica. Temperaturas adecuadas para la descomposición hidrotérmica y mecánica del segundo material que contiene lignocelulosa son temperaturas de 120 a 180 °C, preferentemente de 130 a 170 °C y de forma especialmente preferible de 140 a 160 °C.

Por razones de la técnica de procedimiento resulta especialmente apto para la práctica si la descomposición hidrotérmica y mecánica el segundo material que contiene lignocelulosa se realiza a una presión de 3 a 10 bares, especialmente a entre 4 y 8 bares.

En una realización de la invención, la duración de la descomposición hidrotérmica y mecánica es de 2 segundos a 40 minutos, especialmente de 5 segundos a 30 minutos.

En otra forma de realización de la invención, la descomposición hidrotérmica y mecánica puede realizarse en un depósito precalentador, un hervidor y/o un refinador. Preferentemente, la descomposición hidrotérmica y mecánica se realiza en un hervidor y/o un reactor a presión. Alternativamente o adicionalmente, la descomposición hidrotérmica y mecánica se realiza preferentemente en un refinador. Además, la descomposición hidrotérmica y  
35 mecánica puede comprender los siguientes pasos:

- (i) la descomposición hidrotérmica del segundo material que contiene lignocelulosa en un hervidor y/o reactor a presión,
- (ii) la descomposición mecánica mediante la trituración del segundo material que contiene lignocelulosa del paso  
40 (i) en un refinador.

Los términos hervidor, reactor a presión y refinador son conocidos por el experto activo en la industria maderera. Por "hervidor" se entiende especialmente un dispositivo apto para la descomposición hidrotérmica del segundo material que contiene lignocelulosa. El "reactor a presión" es cualquier depósito de reacción que constituya un espacio delimitado estanqueizado en el que se pueda establecer una presión y que sea adecuado para la realización de la descomposición hidrotérmica del segundo material que contiene lignocelulosa. Por "refinador", el experto entiende un dispositivo para la trituración o el desfibrado de madera, especialmente bajo la acción de presión. Ejemplos de refinadores usuales en la práctica son los refinadores Southerland con un eje hueco y con un disco molturador móvil, los refinadores Fritz con 10 discos molturadores, los refinadores Calfin y los hidro-refinadores.

La descomposición hidrotérmica en el paso (i) puede realizarse a una temperatura de 120 a 180 °C, especialmente a entre 140 y 160 °C. Las presiones adecuadas para la descomposición hidrotérmica se sitúan entre 3 y 8 bares, especialmente entre 4 y 6 bares. La duración de la descomposición puede situarse entre 5 y 40 minutos. Ha resultado ser ventajosa una duración de descomposición de 30 min. Buenos resultados se consiguen si el paso (i) se realiza en presencia de agua. Ha resultado ser especialmente apto para la práctica el uso de vapor de agua.

La descomposición mecánica en el paso (ii) se realiza en un refinador. Las temperaturas de proceso especialmente adecuadas se sitúan en un intervalo de 140 a 180 °C, especialmente de 150 a 160 °C y una presión de 1 a 8 bares, especialmente de 4 a 6 bares. La duración de la descomposición mecánica puede situarse entre 2 segundos y 5 minutos, especialmente entre 5 segundos y 3 minutos. En otra forma de realización de la invención, el paso (ii) puede realizarse bajo la presencia de agua, especialmente vapor de agua.

En otra forma de realización de la invención, opcionalmente pueden realizarse pasos de procedimiento adicionales antes, después o entre los pasos (i) y (ii). Los pasos opcionales pueden ser el precalentamiento en un depósito precalentador, la trituración, el almacenaje, la mezcla, la dispersión, la adición de sustancias adicionales o el secado del material que contiene lignocelulosa o de una mezcla que contiene el material que contiene lignocelulosa de los

pasos (i) y/o (ii).

En la práctica, ha resultado ser ventajoso si la composición que contiene aglutinante contiene, además del primer endurecedor que se usa según la invención, un segundo endurecedor. El segundo endurecedor puede ser un endurecedor convencional descrito anteriormente, especialmente una sal de amonio. Ejemplos de sales de amonio adecuadas son el nitrato de amonio, el fosfato de amonio, el cloruro de amonio y el sulfato de amonio. Bajo reacción con formaldehído, estas sales de amonio forman su ácido correspondiente que como catalizador ácido contribuye al endurecimiento de la resina. Ejemplos de ellos son el ácido nítrico, el ácido fosfórico, el ácido clorhídrico, el ácido sulfúrico.

Se ha demostrado que el primer endurecedor que se usa según la invención es especialmente compatible con resinas aminoplásticas y con los endurecedores convencionales empleados habitualmente en estas. Además, han resultado ser muy estables las composiciones de aglutinante que contienen una resina aminoplástica, un primer endurecedor según la invención y un segundo endurecedor.

En otra forma de realización del procedimiento según la invención, la composición que contiene aglutinante contiene de 0,1 a 4 % en peso de sal de amonio, especialmente de 0,5 a 3,0 % en peso, con respecto a la parte de resina sólida de la resina. En una forma de realización preferible del procedimiento, la sal de amonio es nitrato de amonio y la resina es una resina aminoplástica. Resulta especialmente ventajoso que empleando el primer endurecedor se puede reducir la parte del segundo endurecedor convencional. En una forma de realización especialmente preferible de la invención, se puede ahorrar hasta la mitad o más del segundo endurecedor, si el segundo endurecedor se emplea en combinación con el primer endurecedor que se usa según la invención.

Básicamente, esto significa también que, por ejemplo en comparación con el uso único de sales de amonio como endurecedor para resinas aminoplásticas hay que suministrar notablemente menos sal de amonio al procedimiento. Por el contenido reducido de sal de amonio, por tanto, también hay que suministrar menos formaldehído al procedimiento. De esta manera, se consigue obtener materiales de virutas de madera con un contenido reducido de formaldehído. Lo mismo es válido para otros endurecedores convencionales que se han descrito al principio.

La divulgación se refiere además a materiales de virutas de madera que contienen lignocelulosa, que han sido fabricados o se pueden obtener según el procedimiento según la invención o sus formas de realización, que se han descrito anteriormente. Un material de virutas de madera de este tipo puede usarse especialmente bien para la fabricación de un laminado, un revestimiento de suelo, un tablero de trabajo, un tablero de mesa, un mueble o un palet.

Además, la invención se refiere también al uso según la reivindicación 20 del primer endurecedor según la invención que se obtuvo mediante la descomposición hidrotérmica y mecánica de un segundo material que contiene lignocelulosa, en un procedimiento según la invención, descrito anteriormente, para la fabricación de materiales de virutas de madera. Para las características del uso es válido lo dicho anteriormente con respecto a las características del procedimiento según la invención o sus formas de realización. Especialmente, según una forma de realización preferible del uso según la invención, el primer endurecedor libera un ácido. En otra forma de realización del uso según la invención, el primer endurecedor libera ácido acético y/o ácido fórmico.

Las ventajas del procedimiento según la invención que ya se han mencionado anteriormente son válidas también para el uso según la invención del primer endurecedor. Especialmente, mediante el uso del primer endurecedor se puede mantener o incluso mejorar la resistencia de los materiales de virutas de madera convencionales, incluso reduciendo al mismo tiempo la cantidad de endurecedores convencionales. Además, mediante el uso del primer endurecedor, incluso reduciendo al mismo tiempo la cantidad de endurecedores convencionales, se puede conseguir una mejora del comportamiento de hinchamiento y/o de la absorción de agua. Una razón de ello podría ser que el ácido libreado durante la descomposición hidrotérmica y mecánica está presente libremente y se volatiliza más rápidamente que los endurecedores convencionales. De esta manera, resulta una junta colada neutra que influye positivamente en las magnitudes características descritas anteriormente del material de virutas de madera.

A continuación, la invención se describe en detalle a modo de ejemplos con la ayuda de ejemplos de realización.

### Ejemplo 1

En primer lugar, se describe la fabricación del primer endurecedor. Como material que contiene lignocelulosa se usó paja.

Variante 1:

En la primera variante se realizó la descomposición del material que contiene lignocelulosa en un refinador discontinuo de un solo disco (Sprout Waldron). Para ello, el refinador se llenó con el material y se introdujo vapor (160 °C) en el ciclón. El material permaneció durante aproximadamente 2 minutos en el refinador a 160 °C y 6 bares, después, se abrió el ciclón y el material se evacuó a través del tornillo sinfín y una válvula de 2,5 mm en aprox. 5 minutos.

Variante 2:

En la segunda variante, el material que contiene lignocelulosa se trituró previamente en seco en un Ecopulser (Krause Maschinenbau GmbH) y se tamizó (Retsch AS 200). A continuación, la fracción de partículas inferiores a 0,6 mm se hirvió en un reactor a presión (Büchiglasuster Cyclon 300) durante aprox. 30 min. a 160 °C y 5 a 6 bares bajo dilución con agua de aproximadamente 1:5.

**Ejemplo 2**

Se realizaron experimentos con placas en las siguientes condiciones:

- Grosor de placa: 14 mm
- Densidad de destino: 600 kg/m<sup>3</sup>
- Factor de prensado: 9,3 s/mm
- Temperatura de prensa: 200 °C
- Grado de encolado: 8,0 % en peso con respecto a la masa total de la placa de virutas
- Primer material que contiene lignocelulosa: virutas de madera
- Primer endurecedor: el material obtenido en el ejemplo 1 (variante 1 o 2)
- Segundo endurecedor: nitrato de amonio
- Prensa: prensa de laboratorio de Siempelkamp

Se realizaron varios prensados con diferentes dosificaciones del primer endurecedor y/o del segundo endurecedor. Como primer endurecedor se usó el material que contiene lignocelulosa preparado según el ejemplo 1, en las dosificaciones de 1, 3, 6 y 10 % en peso de la sustancia sólida con respecto a la parte de resina sólida (en lo sucesivo % sólida/RS. Como segundo endurecedor se usó nitrato de amonio, en concreto, en unas cantidades de 1, 1,5, 2 y 3 % sólida/RS.

El material que contiene lignocelulosa, preparado, se añadió a la flota de cola que contenía una resina aminoplástica. A continuación del prensado de las placas se determinaron la resistencia a la tracción transversal, el hinchamiento y la absorción de agua. Para ello, en primer lugar, se recortaron probetas con la geometría de 50 x 50 x 14 mm. Cada probeta se midió, antes del ensayo, por medio de un palpador digital de grosor y se determinó la masa y a partir de ello se calculó la densidad.

Resistencia a la tracción transversal

La determinación de la resistencia a la tracción transversal se realizó según EN 319. Para ello, cada probeta se encoló, por medio de un adhesivo termofusible, con dos yugos de aluminio en las caras superior e inferior y, tras el enfriamiento, se separaron a tracción en la máquina de ensayo (Zwick Zmart.Pro) a una velocidad de ensayo constante de 1 mm/min. Se registró la fuerza que provocó la rotura en el centro de la probeta y se calculó la resistencia a la tracción transversal resultante a través de la superficie de la probeta [N/mm<sup>2</sup>].

Hinchamiento de grosor

La determinación del hinchamiento de grosor al cabo de 24 horas de almacenaje en agua se realizó según DIN EN 317. Para ello, las probetas se almacenaron bajo agua durante 24 h a una temperatura de agua de 20 °C. A continuación, se determinó el aumento de grosor con respecto al grosor de partida y se calculó el hinchamiento de grosor porcentual.

Absorción de agua

La absorción de agua se determinó en muestras del hinchamiento de grosor, es decir, igualmente al cabo de 24 h de almacenaje en agua. Para el cálculo se midió el peso al cabo de estas 24 h y, a continuación, se calculó la absorción de agua según la siguiente fórmula:

$$\text{Absorción de agua [\%]} = \frac{\text{Masa}_{\text{después}} - \text{Masa}_{\text{antes}}}{\text{Masa}_{\text{antes}}} * 100$$

Los resultados determinados se evaluaron por medio de Excel, Minitab o DesignExpert.

A continuación, están representados los resultados de experimento de placas de referencia que contenían sólo nitrato de amonio y placas que contenían el primer endurecedor (material descompuesto del ejemplo 1) y nitrato de amonio como segundo endurecedor. Las placas de fabricaron con las siguientes composiciones de endurecedor:

Placa objeto de experimento	Variante de fabricación Primer Endurecedor (del ejemplo 1)	Primer endurecedor (material del ejemplo 1) % en peso [sólida/RS]	Segundo endurecedor (nitrato de amonio) % en peso [sólida/RS]
Referencia 1	-	-	1,5 %
Referencia 2	-	-	3 %
1	1	3 %	1,5 %
2	1	6 %	1,5 %
3	1	10 %	1,5 %
4	2	1 %	2 %
5	2	1 %	1 %

5 Las placas de referencia 1 y 2 se fabricaron sin adición del primer endurecedor. Las placas objeto de experimento 1 a 3 se fabricaron con el primer endurecedor de la variante 1 del ejemplo 1 y las placas objeto de experimento 4 y 5 se fabricaron con el primer endurecedor de la variante 2 del ejemplo 1.

10 Las placas objeto de experimento se fabricaron respectivamente al menos por duplicado y se determinaron la resistencia a la tracción transversal, el hinchamiento y la absorción de agua. En los valores de medición indicados a continuación se trata de valores medios de al menos dos placas.

Resultado de la resistencia a la tracción transversal:

15 La resistencia a la tracción transversal se determinó para las placas de referencia 1 y 2 y las placas objeto de experimento 1 a 3. Los resultados están representados en el diagrama 1.

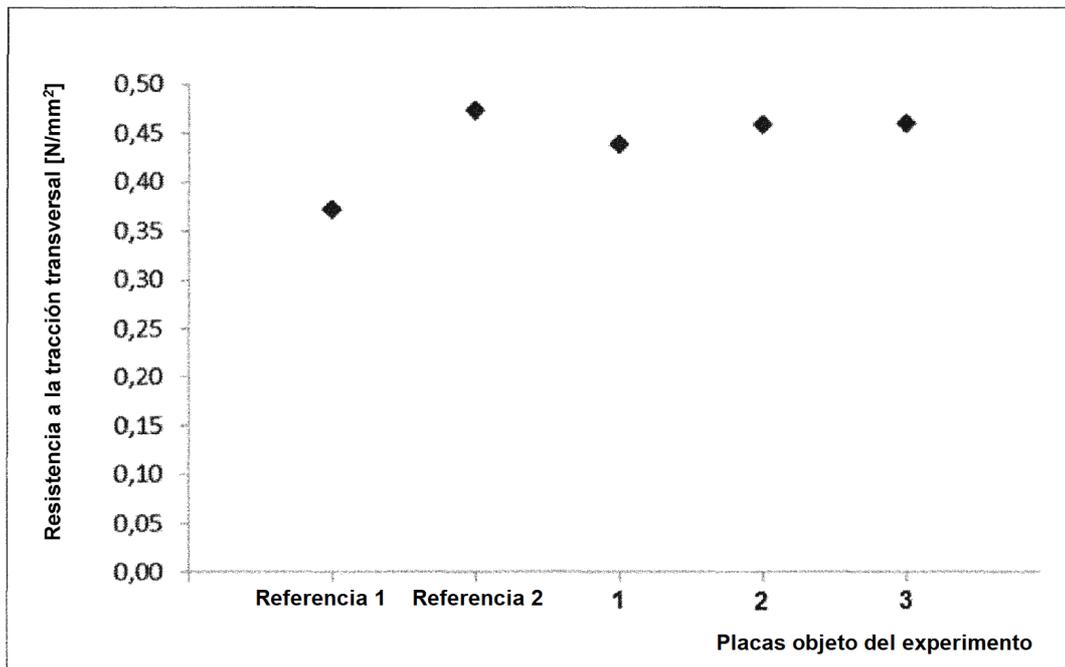


Diagrama 1: Resistencia a la tracción transversal [N/mm²] = resistencia a la tracción transversal medida según EN 319

20 En el diagrama 1 se puede ver que la resistencia a la tracción transversal de las placas objeto de experimento 1 a 3 correspondía aproximadamente a la resistencia a la tracción transversal de la placa de referencia 2. Mediante la adición del material descompuesto en el ejemplo 1, como primer endurecedor, se consiguió reducir a la mitad la cantidad del nitrato de amonio y no obstante mantener la buena resistencia a la tracción transversal.

Resultado del hinchamiento:

25 El hinchamiento se determinó en la placa de referencia 2 y las placas objeto de experimento 4 y 5. Los resultados están representados en el diagrama 2.

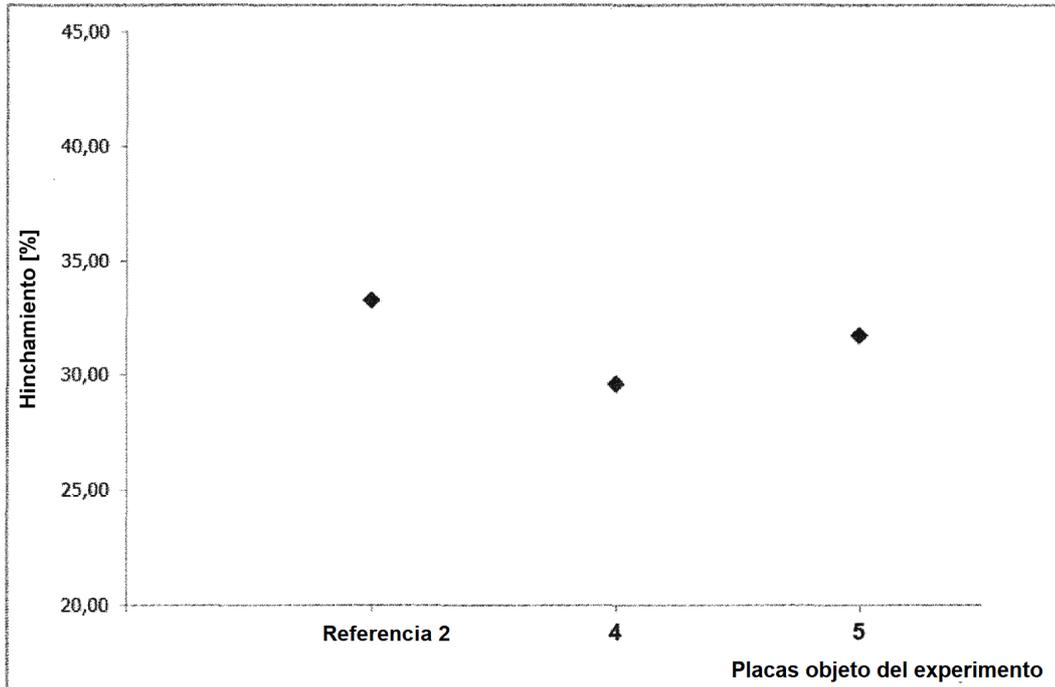


Diagrama 2: Hinchamiento [%] = hinchamiento de grosor medido según DIN EN 317

La medición arrojó para las placas objeto de experimento 4 y 5 un menor hinchamiento a pesar del contenido reducido de nitrato de amonio.

5

Resultado de la absorción de agua:

La absorción de agua se determinó en la placa de referencia 2 y la placa objeto de experimento 4. Los resultados están representados en el diagrama 3.

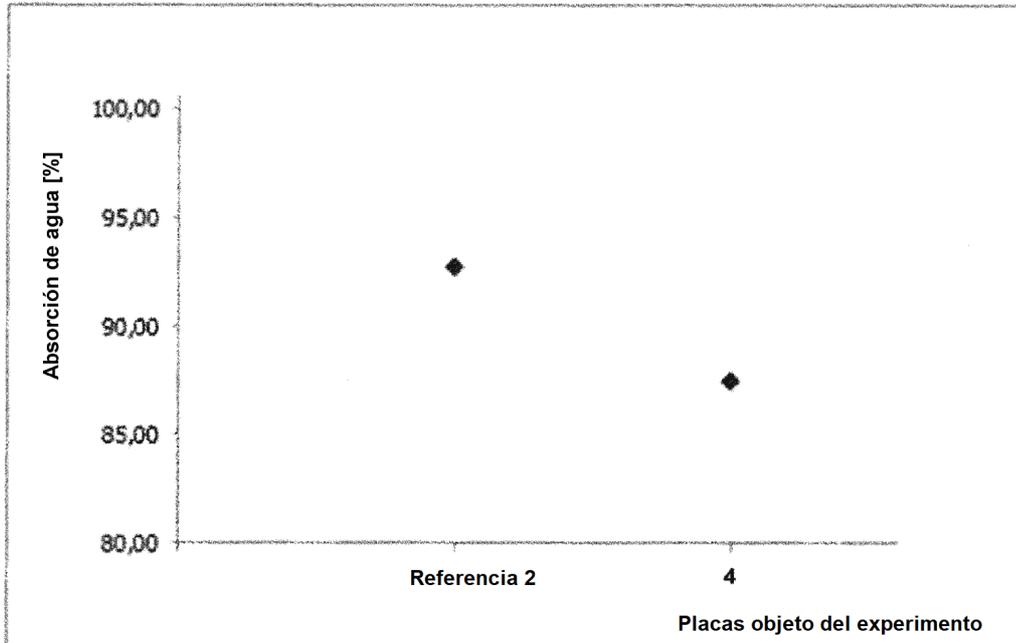


Diagrama 3: Absorción de agua [%] = aumento de masa relativo con respecto a la placa antes del hinchamiento en porcentaje

10

Se demuestra que usando el primer endurecedor se consiguió reducir la absorción de agua, a pesar del contenido reducido de nitrato de amonio.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de un material de virutas de madera, que comprende los pasos:
- 5 a) la puesta a disposición de un primer material que contiene lignocelulosa en forma de partículas de madera;  
 b) el encolado del primer material que contiene lignocelulosa con una composición que comprende al menos una resina aminoplástica y al menos un primer endurecedor y un segundo endurecedor, habiéndose obtenido el primer endurecedor mediante la descomposición hidrotérmica y mecánica de un segundo material que contiene lignocelulosa, y procediendo el segundo material que contiene lignocelulosa de una materia prima distinta del primer material que contiene lignocelulosa; y siendo el segundo endurecedor una sal de amonio  
 10 c) el prensado formando un material de virutas de madera.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** durante la descomposición hidrotérmica y/o mecánica se libera al menos un ácido a partir del segundo material que contiene lignocelulosa.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado por que** el ácido contribuye al endurecimiento de la resina aminoplástica.
4. Procedimiento según las reivindicaciones 2 o 3, **caracterizado por que** el ácido presenta un peso molecular de 40 g/mol a 500 g/mol, especialmente de 40 g/mol a 250 g/mol.
- 20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 4, **caracterizado por que** el ácido es un ácido de Brönsted con un  $pK_a$  de 2 a 8, especialmente de 3 a 6.
- 25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 5, **caracterizado por que** el ácido es un ácido carboxílico, estando seleccionado especialmente del grupo formado por ácido fórmico, ácido acético, ácido propanoico, ácido butírico, ácido pentanoico y derivados de estos.
- 30 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la descomposición hidrotérmica y/o mecánica del segundo material que contiene lignocelulosa se realiza a una temperatura de 120 a 180 °C, especialmente de 140 a 160 °C.
- 35 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la descomposición hidrotérmica y/o mecánica del segundo material que contiene lignocelulosa se realiza a una presión 3 a 10 bares, especialmente a entre 4 y 8 bares.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la duración de la descomposición hidrotérmica y/o mecánica es de 2 segundos a 40 minutos, especialmente de 5 segundos a 30 minutos.
- 40 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la descomposición hidrotérmica y/o mecánica se realiza en un depósito precalentador, un hervidor y/o un refinador.
- 45 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la composición contiene del 0,1 al 15 % en peso del primer endurecedor, especialmente del 0,5 al 10 % en peso, en cada caso con respecto a la parte de resina sólida de la resina aminoplástica.
- 50 12. Procedimiento para la fabricación de un material de virutas de madera según una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la descomposición hidrotérmica y/o mecánica indicada en el paso b) los siguientes pasos:
- (i) la descomposición hidrotérmica del segundo material que contiene lignocelulosa en un hervidor y/o un reactor a presión,  
 (ii) la descomposición mecánica mediante la trituración del segundo material que contiene lignocelulosa del paso  
 55 (i) en un refinador.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** las partículas de madera en el paso a) están seleccionadas del grupo compuesto por material de madera de partículas finas, copos de madera, rodajas finas de madera, hebras de madera, virutas de madera y recortes triturados.
- 60 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el segundo material que contiene lignocelulosa está seleccionado del grupo formado por plantas anuales, plantas útiles, hierbas, hojas, cereales, sus componentes, desechos y mezclas de estos.
- 65 15. Procedimiento según la reivindicación 14, **caracterizado por que** la planta útil está seleccionada del grupo compuesto por paja, trigo, centeno, cebada, avena, mijo, maíz, miscanthus, arroz, sus componentes, desechos y

mezclas de los mismos.

- 5 16. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la resina aminoplástica es una resina de melanina o de urea.
17. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la sal de amonio está seleccionada del grupo compuesto por nitrato de amonio, cloruro de amonio y sulfato de amonio.
- 10 18. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la composición contiene del 0,1 al 4 % en peso del segundo endurecedor, especialmente del 0,5 al 3,0 % en peso, con respecto a la parte de resina sólida de la resina aminoplástica.
- 15 19. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el material de virutas de madera es una placa de virutas o una placa OSB.
20. Uso de un material que contiene lignocelulosa, descompuesto de forma hidrotérmica y mecánica, como endurecedor para una resina aminoplástica en un procedimiento para la fabricación de un material de virutas de madera según una de las reivindicaciones 1 a 19.