



INSTITUTO NACIONAL  
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

(11) Número de Publicação: **PT 1501664 E**

(51) Classificação Internacional:  
**B27K 3/08** (2006.01)

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(22) Data de pedido: **2003.05.08**

(30) Prioridade(s): **2002.05.08 DK 2002007**  
**2002.07.16 DK 2002011**

(43) Data de publicação do pedido: **2005.02.02**

(45) Data e BPI da concessão: **2006.08.25**  
**001/2007**

(73) Titular(es):

**VKR HOLDING A/S**  
**TOBAKSVEJEN 10 2860 S BORG** **DK**

(72) Inventor(es):

**OLE HENRIKSEN** **DK**  
**TOMMY LARSEN** **DK**  
**STEEN, BRUMMERSTED IVERSEN** **DK**  
**KARSTEN FELSVANG** **DK**

(74) Mandatário:

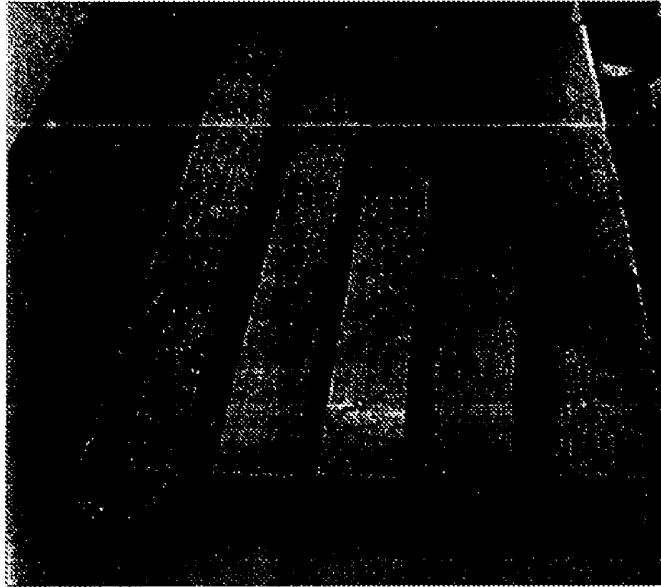
**MARIA SILVINA VIEIRA PEREIRA FERREIRA**  
**RUA CASTILHO, N.º 50, 5º - ANDAR 1269-163 LISBOA** **PT**

(54) Epígrafe: **PROCESSO PARA TRATAMENTO DE MADEIRA USANDO UM SUPORTE FLUIDO SOB ALTA PRESSÃO SEM DANIFICAR A MADEIRA**

(57) Resumo:

## RESUMO

### **“PROCESSO PARA TRATAMENTO DE MADEIRA USANDO UM SUPORTE FLUIDO SOB ALTA PRESSÃO SEM DANIFICAR A MADEIRA”**



É apresentado um processo para o tratamento de madeira susceptível aos danos e com um comprimento maior que o comprimento crítico, com um fluido a alta pressão. O processo é realizado de forma a que o fluido não seja deixado ficar em forma líquida dentro da madeira. Numa concretização o processo é realizado de forma a não deixar temperatura durante a pressurização exceder a temperatura de plastificação da madeira. Nesta concretização a taxa de danos da madeira é ainda mais reduzida.

## DESCRIÇÃO

### **“PROCESSO PARA TRATAMENTO DE MADEIRA USANDO UM SUPORTE FLUIDO SOB ALTA PRESSÃO SEM DANIFICAR A MADEIRA”**

A presente invenção refere-se a tratamentos de madeira com um suporte fluido sob condições de alta pressão, especificamente em condições supercríticas. Mais especificamente a invenção refere-se a medidas e procedimentos a levar em conta de modo a evitar o dano da madeira durante o tratamento com um fluido supercrítico, de preferência dióxido de carbono.

#### Antecedentes da invenção

Os suportes fluidos sob alta pressão, tal como sob condições supercríticas, são usados cada vez com mais frequência em processos de tratamento de madeira para fins de impregnação ou extração. Os fluidos sob alta pressão têm propriedades, em parte, similares tanto a gases como a líquidos. Portanto, as propriedades de penetração de fluidos supercríticos são similares a gases enquanto que as propriedades de solvabilidade são similares aos líquidos.

O dióxido de carbono é um composto bastante atractivo para usar como um meio supercrítico para tratamento de madeira devido a ponto crítico adequado (31°C, 73 bar), uma reactividade química baixa e uma toxicidade baixa. Além disso o dióxido de carbono está disponível em grande quantidades a um custo relativamente baixo.

Um artigo de Morrell e Levien: "Development of New Treatment Processes for Wood Protection" relatório da

conferência de "Conference on Wood Preservation in the '90s and Beyond" Savannah, Georgia, EUA, Setembro 26-28 1994, trata da impregnação de espécies de madeira normalmente resistentes à impregnação, usando dióxido de carbono supercrítico para aplicar e depositar biocida na madeira mencionada. Em estudos são descritas experiências onde são usadas para impregnação amostras de madeira de 100 mm ou menos.

US 5,364,475 descreve um processo para remover conservantes químicos por extração usando um dióxido de carbono supercrítico como o meio extractivo e amostras de madeira de um tamanho de 10 x 50 mm.

WO 00/27601 apresenta uma impregnação de Madeira usando um dióxido de carbono supercrítico onde a pressão é libertada após o tratamento de uma forma pulsante de modo a evitar ou reduzir a exsudação de resina para a superfície da madeira.

Na literatura têm havido relatórios de mudança de propriedades mecânicas de amostras de madeira tratadas em condições supercríticas.

Em Anderson et. al. 2000, Forest Products Journal, 50:85-93, é descrito que as propriedades mecânicas são afectadas pelo tratamento supercrítico. O cedro vermelho ocidental apresentou uma redução de até 23,1 % de módulo de ruptura e uma redução de até 13,7 % no módulo de elasticidade. É igualmente descrito que algumas amostras exibiram defeitos de tratamento dramáticos e ficaram separadas em centenas de longas ripas delgadas. Foi igualmente descrito que existe uma relação entre o tamanho da amostra e os danos da madeira, onde amostras maiores são mais danificadas do que

amostras menores. Os danos observados foram alegadamente causados por gradientes de pressão dentro da madeira.

#### Descrição sumária da invenção

Um objectivo da presente invenção é providenciar um processo para tratamento de madeira susceptível a dano sob alta pressão, tal como sob condições supercríticas, onde os danos são evitados ou reduzidos. A madeira em tratamento tem um comprimento superior ao comprimento crítico.

Numa concretização preferida um objective da invenção é um método englobando os passos seguintes:

- a) um recipiente é carregado com madeira para ser tratada;
- b) o recipiente é pressurizado usando o suporte fluido até a pressão de tratamento ser atingida;
- c) um período de espera onde a pressão é no essencial constante ou a pressão varia a uma taxa baixa;
- d) despressurização do recipiente para temperatura ambiente seguido pela remoção da madeira tratada.

Os autores da presente invenção aperceberam-se de que quando o comprimento das amostras de madeira aumenta há um determinado comprimento onde a incidência de danos à madeira aumenta em pique. Este comprimento é definido nesta descrição como o comprimento crítico.

Este objectivo é alcançado através de um método para tratamento a alta pressão, onde não se permite que o fluido entre na fase líquida em qualquer ponto ou momento durante o processo.

Numa concretização preferida o processo é realizado de maneira que a temperatura da madeira a ser tratada não exceda a temperatura de plastificação da madeira durante a pressurização do recipiente onde o tratamento irá ter lugar.

Noutra concretização preferida o processo é realizado de maneira que a temperatura da madeira a ser tratada não excede a temperatura de plastificação da madeira durante a pressurização e despressurização do recipiente de tratamento.

A invenção é baseada na constatação que os fluidos, adequados para tratamentos a alta pressão, especificamente tratamentos supercríticos, na forma líquida têm uma penetração significativamente mais baixa do que no estado gasoso ou supercrítico e, conseqüentemente, os fluidos mencionados na forma líquida podem ficar presos dentro da madeira e causar a formação de gradientes de pressão excessivos os quais podem dar origem a danos na madeira.

Em alternativa os líquidos condensados podem sofrer uma alteração de volume significativa se a temperatura for aumentada subseqüentemente durante o ciclo de pressão. Esta última pode igualmente causar gradientes de pressão significativos e dar origem a danos.

Adicionalmente constatou-se que quando a temperatura da madeira excede a temperatura de plastificação, a madeira fica susceptível a danos até pelos gradientes de pressão mais fracos.

Um objectivo da invenção é portanto fornecer um processo para tratamento de madeira usando um meio de suporte sob

alta pressão especificamente sob condições supercríticas, evitando danos à madeira em tratamento.

Uma concretização da invenção refere-se a um método para tratamento de madeira susceptível a danos, englobando os passos seguintes:

- a) um recipiente é carregado com madeira a ser tratada
- b) o recipiente é pressurizado com um fluido contendo opcionalmente um composto activo dissolvido, até a pressão de tratamento ser alcançada
- c) um período de espera onde a pressão é substancialmente constante
- d) despressurizar o recipiente até à temperatura ambiente onde a temperatura é controlada de maneira tal que não é permitido ao fluido existir na forma líquida na madeira.

O dióxido de carbono é um meio preferido para ser usado como meio de suporte de acordo com a invenção.

Outro objectivo da invenção é fornecer um método para determinar um percurso adequado de pressurização e despressurização para o tratamento de madeira.

São objectivos suplementares da invenção fornecer métodos para despressurizar uma câmara de tratamento de madeira por dióxido de carbono supercrítico de modo a evitar dano da madeira.

No que diz respeito à invenção com a pressurização e despressurização do recipiente contendo madeira aplica-se a qualquer processo onde madeira é tratada num recipiente usando um fluido sob alta pressão, a invenção refere-se

especificamente a processos de impregnação, tingimento, secagem e extracção.

Em algumas concretizações aumentar a temperatura acima da temperatura de plastificação pode fornecer uma maior deposição e/ou adesão do composto activo na madeira. Tais concretizações são igualmente contempladas como fazendo parte da invenção.

É importante que o aumento da temperatura acima da temperatura de plastificação seja realizada quando nenhum gradiente de pressão em pique esteja presente na madeira, tal como no período de espera do processo de tratamento.

#### Descrição sumária dos desenhos

A Figura 1 mostra um diagrama de temperature-entropia (diagrama TS) para o dióxido de carbono onde a fronteira entre o estado supercrítico e o estado líquido é indicado com uma linha grossa.

A Figura 2 mostra um diagrama TS para o dióxido de carbono com indicação de três trajectos diferentes respectivamente A, B e C, para despressurização.

A Figura 3 mostra um diagrama TS para o dióxido de carbono com um trajecto preferido para despressurização.

A Figura 4 mostra uma fotografia de amostras de Madeira após tratamento sob condições supercríticas onde a pressão do recipiente de tratamento foi libertada sem o uso das precauções de acordo com a invenção. O comprimento das amostras são, da esquerda para a direita, 1,2 m, 1,0 m, 0,75 m, 0,5 m e 0,25 m.

### Descrição detalhada da invenção

O tratamento de Madeira usando um meio de suporte sob alta pressão tem sido, nos anos recentes, explorado extensivamente de modo a explorar os benefícios de meios de suporte sob alta pressão. Especificamente têm sido explorados meios de suporte sob condições supercríticas tendo propriedades de penetração similares a um gás e propriedades de solubilidade como um líquido.

O procedimento de tratamento é usualmente dividido em pelo menos três passo funcionais diferentes ou períodos, um passo de pressurização, onde a pressão no recipiente de tratamento aumenta da pressão ambiente até à pressão de tratamento; um período de espera onde a pressão é relativamente constante e onde os compostos a ser depositados na madeira são depositados; e finalmente um passo de despressurização onde a pressão é diminuída até à pressão ambiente outra vez.

Apesar da pressão durante o período de espera não ser necessariamente constante, as variações de pressão e conseqüentemente os gradientes de pressão no recipiente e dentro da madeira serão relativamente pequenas quando comparado com situações durante a pressurização e despressurização.

Apesar de estar descrito que a deposição ocorre durante o período, será levado em conta que alguma deposição pode ocorrer também durante os passos de pressurização e despressurização.

Na presente aplicação o termo suporte ou meio de suporte tem como intenção significar um fluido na forma de um gás

ou no estado supercrítico usado para o tratamento específico. Dependendo do uso específico o suporte servirá como solvente para os compostos activos a serem aplicados à madeira no caso de um processo de impregnação ou como solvente para os compostos serem dissolvidos da madeira no caso de um processo de extracção.

O suporte pode incluir outros componentes conforme o procedimento de tratamento particular a executar, tal como deposição de componentes activos na madeira, co-solventes para facilitar a dissolução dos componentes activos ou para facilitar a extracção de componentes particulares da madeira. O especialista pode sugerir mais componentes que podem ser incluídos no suporte.

De acordo com a presente invenção, o tratamento com o meio de suporte decorre sob alta pressão. Os suportes sob alta pressão ou nas condições supercríticas são também designados ocasionalmente na literatura por gases densos.

Apesar de a presente descrição ser principalmente explicada relativamente a suportes em condições supercríticas, o especialista irá considerar que as condições que conduzem a danos na madeira tratada se aplicam de forma semelhante a suportes sob alta pressão mas abaixo das condições supercríticas e por conseguinte o presente pedido de patente refere-se a processos de tratamento utilizando um meio de suporte sob alta pressão independentemente de o suporte estar em estado supercrítico ou não.

Um processo que decorre sob alta pressão pretende, de acordo com a presente invenção significar que a pressão na estação de tratamento, em pelo menos um período durante o

processo de tratamento é significativamente maior que a pressão ambiente. Em particular a pressão é pelo menos 20 bar acima da pressão ambiente, de preferência pelo menos 40 bar acima da pressão ambiente, com maior preferência mais de 60 bar acima da pressão ambiente e numa concretização preferida em particular mais de 80 bar acima da pressão ambiente.

Numa concretização preferida, o tratamento é realizado a uma pressão entre os 85 e 300 bar, de preferência 100 a 200 bar, com maior preferência entre 120 e 170 bar e o mais preferido entre 140 e 160 bar.

O termo "penetração" designa, de acordo com a invenção, a propriedade do suporte fluido de entrar na madeira em tratamento. Assim, um fluido que entre num compartimento da madeira, localizado a uma grande distância da superfície possui melhores propriedades de penetração do que um fluido que, nas mesmas condições, entre apenas em compartimentos da madeira localizados próximo da superfície.

Um fluido no estado gasoso ou supercrítico possui propriedades de penetração significativamente melhores do que o mesmo fluido em estado líquido.

O termo "permeabilidade" pretende, de acordo com a invenção, significar uma propriedade da madeira descrevendo a resistência contra a penetração de um fluido na dita madeira. Deste modo, tipos de madeira com um elevado grau de permeabilidade, exerce uma resistência mais baixa à penetração de um fluido do que tipos de madeira com um baixo grau de permeabilidade.

O meio de suporte destinado a ser utilizado de acordo com a invenção pode, em princípio, ser qualquer suporte adequado com as propriedades de dissolução desejadas para o fim em vista. É preferível utilizar um meio com um ponto crítico a uma baixa temperatura e baixa pressão de forma a evitar uma temperatura demasiado elevada e uma pressão demasiado alta. Assim, é utilizado na invenção um meio com um ponto crítico a uma temperatura entre 20 e 50°C e uma pressão entre 5 e 100 bares.

Os suportes adequados serão conhecidos na técnica. Faz parte das competências do profissional médio seleccionar um suporte adequado para o fim em vista.

Exemplos de suportes utilizáveis de acordo com a invenção são conhecidos para o especialista na técnica. O dióxido de carbono é um suporte preferido.

A presente invenção prescreve medidas para evitar danificar a madeira durante o tratamento a alta pressão. Assim, o especialista irá aperceber-se que a presente invenção pode ser utilizada para qualquer tratamento de madeira sob alta pressão.

O tratamento pode consistir num processo de impregnação, em que um ou mais compostos activos são depositados na madeira. Os compostos activos podem ser biocidas, fungicidas, insecticidas, corantes, compostos retardantes do fogo, compostos que reforçam a dureza, etc.

O tratamento pode consistir num processo de extracção, em que são extraídos compostos particulares da madeira, tais como resina, terpenos, etc, ou podem ser compostos tóxicos

que têm de ser removidos da madeira antes da eliminação da madeira.

Na manipulação de meios a altas pressões sabe-se que ao aumentar a pressão de um gás a temperatura irá aumentar e que com a redução da pressão a temperatura diminui. Estas propriedades são bem conhecidas das teorias físicas que descrevem o comportamento de gases (tais como o efeito Joule-Thomson).

Em consequência, o especialista na técnica irá reconhecer que um meio de suporte utilizado em condições de alta pressão pode entrar no estado líquido durante o tratamento por causa de uma queda da temperatura provocada por uma queda da pressão.

Se a queda da temperatura dentro da madeira permite ao suporte existir em estado líquido verifica-se uma alteração dramática. O suporte líquido com uma penetração na madeira significativamente menor ficará retido dentro da madeira e, à medida que o suporte é removido do recipiente forma-se um gradiente de pressão cada vez maior a partir do interior da madeira, onde o líquido está retido, para o exterior da madeira, de onde o suporte é removido. Este gradiente de pressão pode eventualmente levar a uma ruptura e danificação da madeira se esta for de uma espécie susceptível a danos.

Pelo contrário, se o suporte for mantido num estado gasoso ou supercrítico, a penetração do suporte na madeira é tão elevada que pode escapar sem danificar a madeira ou danificando a madeira apenas num grau muito menor.

A madeira, enquanto material natural, não é muito homogénea e, tal como se sabe, varia de árvore para árvore e de fonte para fonte devido a condições atmosféricas diferentes, características do solo, antecedentes genéticos, etc. Além disso, uma vez que o crescimento das árvores é um processo multi-anual, as propriedades de uma única amostra de madeira podem variar devido a alterações climáticas.

Por conseguinte, inerentemente a madeira não é homogénea e é possível encontrar uma amostra de madeira que resiste ao tratamento que irá danificar outra amostra, mesmo se as duas amostras são da mesma espécie.

A estrutura e arquitectura da madeira é bem conhecida, com fibras longas na direcção axial, dispostas num padrão característicos com anéis anulares. A estrutura leva a permeabilidades muito diferentes nas direcções axial e radial, sendo a permeabilidade na direcção axial significativamente maior do que na direcção radial. Parte-se do princípio que a permeabilidade na direcção axial é 10 a 20 vezes ou mais superior à direcção radial. No entanto, não se pretende que a invenção se limite a qualquer teoria em particular.

Sob pressurização e despressurização, acredita-se que o fluido de suporte penetre na madeira e flua axialmente e/ou radialmente através da madeira e que as paredes da célula da madeira formem a resistência observada contra o fluxo. Assim, durante a pressurização e despressurização, são formados gradientes de célula para célula através da madeira.

Como consequência do fluxo dominante na direcção axial, o especialista na técnica irá constatar que os maiores gradientes de pressão entre a parte central da madeira e o exterior serão formados nos espécimes mais compridos em comparação com os espécimes mais curtos.

Este facto conduz à expectativa de que grandes pedaços de madeira deveriam ser mais susceptíveis a danos durante o tratamento com suportes sob alta pressão. De facto, a ligação entre o comprimento dos espécimes e a susceptibilidade de danos pode ser observada experimentalmente.

Pode-se definir um comprimento crítico para espécimes de uma espécie de madeira susceptível, o que define o comprimento onde ocorre a susceptibilidade aos danos. Para tratar os espécimes anteriores, as dimensões particulares do comprimento crítico mencionadas têm de ser consideradas para evitar danificar a madeira, enquanto que para espécimes inferiores ao comprimento não são necessárias estas medidas. Devido à variação da madeira de um lote este limite pode ser amplo. Para utilização de acordo com a invenção, o comprimento crítico é definido como o comprimento em que a susceptibilidade aos danos no lote está a um nível aceitável, isto é, a frequência dos danos observados é inferior a 5 %, de preferência menos de 2 %, em que a frequência é entendida como a frequência de tábuas com um ou mais danos.

O comprimento crítico varia entre espécies diferentes de madeira e pode ainda variar dentro da mesma espécie, conforme o local de crescimento e condições determinadas, p.ex. pela latitude onde a madeira em particular cresceu. O

comprimento crítico para um dado lote de madeira pode ser determinado por meio de impregnação de amostras com comprimentos diferentes, sob condições supercríticas, com uma retirada rápida e ininterrupta do fluido supercrítico depois da impregnação, seguida de inspecção visual das amostras para estabelecer o comprimento crítico a partir do qual as amostras são danificadas a um grau grave.

O comprimento crítico é determinado por meio de impregnação das amostras a uma pressão entre os 85 e os 150 bar e a uma temperatura de 40 a 60°C, libertando a pressão até aos 20 bar ao longo de 40 a 60 minutos e libertando finalmente a pressão para 1 bar ao longo de 40 minutos, seguido de inspecção visual das amostras.

Comprimentos críticos típicos são encontrados entre os 0,4 a 6 m, e mais tipicamente entre 0,5 e 3m.

O comprimento crítico pode variar com o teor de água da madeira. Outro comprimento crítico pode depender da temperatura da pressão particular seleccionada.

Por exemplo, estabeleceu-se que para amostras de abetos de Lilleheden, Dinamarca, o comprimento crítico era 1,2 m.

Na ausência de dados experimentais pode-se assumir para fins práticos que o comprimento crítico para um dado lote é 1m.

Espécies de madeira diferentes apresentam susceptibilidades diferentes aos danos durante os tratamentos com fluidos supercríticos. Algumas espécies são muito resistentes aos danos enquanto que outras espécies são susceptíveis. Parte-

se do princípio que os factores determinantes da susceptibilidade de uma dada espécie de madeira não residem na estrutura da madeira mesmo se o factor determinante não é explicitamente conhecido.

As espécies de madeira susceptíveis aos danos são, de acordo com a invenção, designadas também como espécies refractárias.

Assim, o especialista na matéria ira avaliar, partindo das teorias da presente descrição, se um artigo de madeira é um artigo de madeira susceptível, se o artigo é originário de uma espécie refractária e se a dimensão do artigo é tal que o comprimento do artigo exceda o comprimento crítico para a espécie particular.

De forma a determinar se uma espécie de madeira é uma espécie refractária, podem-se submeter um número adequado de espécimes a pressão, utilizando o suporte fluido em questão e despressurizar num curto espaço de tempo e subsequentemente examinar os espécimes para detectar danos. Por exemplo, as amostras podem ser pressurizadas com dióxido de carbono até 150 bars a 35°C e despressurizadas em 30 min e subsequentemente examinadas para detectar danos. Se o número de danos observados após este tratamento se situar acima do limite escolhido a madeira é de espécie refractária.

Os exemplos de espécies de madeira refractária de acordo com a presente invenção são: abeto, cedro vermelho ocidental e abeto Engelman.

De acordo com a presente invenção, os danos da madeira causados pelo tratamento supercrítico podem ter impacto diferente. Os danos podem ser observados como uma redução da robustez, redução da elasticidade, fendas, compressões ou rupturas da estrutura da madeira na medida em que a madeira é fragmentada em numerosas ripas longas e finas. Para objectivo da presente invenção não existe qualquer distinção entre as várias formas de danos e são todos designados simplesmente como "danos".

Quando um pedaço de madeira, pressurizado por um meio de suporte, p.ex. dióxido de carbono, é despressurizado podem seguir-se diferentes vias de entropia da temperatura, conforme a localização na madeira. Numa célula central da madeira a despressurização é assumida como sendo essencialmente isoentrópica, isto é, seguindo uma via correspondente à via A na figura 2. Em células fora das células centrais o dióxido de carbono vem desde as células interiores e simultaneamente o dióxido de carbono flui para fora das células em questão e por conseguinte a despressurização já não é isoentrópica para segue uma via semelhante à via B ou C na figura 2, em que a via B representa uma célula localizada mais perto da célula central do que a célula representada pela via C.

Tal como se pode constatar a partir da figura 2, as vias A e B cruzam a linha grossa que separa o líquido e a condição supercrítica e, por conseguinte, irá formar-se dióxido de carbono líquido nesta célula. A formação de dióxido de carbono líquido tem consequências dramáticas porque a penetração do dióxido de carbono líquido na madeira é significativamente mais baixa do que a penetração do dióxido de carbono supercrítico na madeira e

consequentemente, a libertação do dióxido de carbono da dita célula é significativamente reduzida. Em consequência, forma-se um gradiente de pressão a pique entre a dita célula e a vizinhança, o que pode provocar a ruptura e danificação da madeira.

De acordo com a invenção, a danificação durante o tratamento supercrítico da madeira susceptível a danos e com um comprimento maior que o comprimento crítico é evitado ou reduzido por meio da realização do tratamento de forma que o fluido supercrítico não é deixado existir sob forma líquida dentro da madeira.

O especialista na técnica saberá como interpretar o diagrama de temperatura-entropia (diagrama TS) tal como apresentado na figura 1 ou semelhante e irá saber em que estado se encontra o composto em questão em diferentes áreas do diagrama. Em especial, irá reconhecer o limite entre o estado supercrítico e o estado líquido, limite esse que não deve ser ultrapassado de acordo com a presente invenção. Assim, a tarefa do especialista na técnica consiste em seleccionar as condições e uma via de despressurização que não ultrapasse o limite mencionado.

O inventor apercebeu-se ainda que para além dos danos que ocorrem devido ao fluido utilizado como fluido supercrítico ficar retido sob forma líquida dentro da madeira, podem ocorrer outros danos durante a pressurização ou despressurização da madeira. Em especial verificou-se que os danos ocorrem durante a pressurização ou despressurização conforme a temperatura da madeira, sendo a madeira mais danificada se a temperatura subir acima da temperatura de plastificação da madeira.

A temperatura de plastificação da madeira é definida como a temperatura a que a madeira se torna deformável por pequenas diferenças de pressão. O especialista na técnica irá constatar que a temperatura de plastificação de acordo com a invenção corresponde à temperatura necessária para deformar a madeira com uma caixa de vapor vulgar e irá constatar também como determinar estas temperaturas.

A temperatura de plastificação pode também ser conhecida como plastifização ou temperatura de amolecimento. No presente pedido de patente estes termos são considerados equivalentes.

Por exemplo, para o abeto nórdico com um teor de humidade entre 16 e 23 % descobriu-se que a temperatura de plastificação é aproximadamente 50°C a 55°C.

Se desejar ficar preso a nenhuma teoria, acredita-se que quando a temperatura da madeira excede a temperatura de plastificação a madeira torna-se facilmente deformável e susceptível à deformação mesmo com gradientes de pressão modestos, o que pode conduzir a danos da madeira.

Assim, numa concretização preferida de acordo com a invenção, a madeira é tratada com um fluido supercrítico em que a temperatura da madeira não excede a temperatura de plastificação durante a pressurização ou despressurização.

Numa concretização preferida particular, de acordo com a invenção o processo é realizado de forma que o fluido utilizado como fluido supercrítico não é deixado passar ao estado líquido dentro da madeira e a temperatura da madeira

não é deixada exceder a temperatura de plastificação durante a pressurização e despressurização.

Aumentar a temperatura acima da temperatura de plastificação da madeira pode, de acordo com a invenção, aumentar a deposição dos compostos que se pretende depositar. É importante que a temperatura não suba acima da temperatura de plastificação, quando grandes gradientes de pressão estão presentes no recipiente de forma a evitar a danificação da madeira. Por conseguinte, não se deve aumentar a temperatura acima da temperatura de plastificação da madeira antes de se atingir a pressão de espera ou até se desacelerar consideravelmente o aumento da taxa de pressão. A temperatura deveria diminuir para abaixo da temperatura de plastificação antes de se iniciar a despressurização.

Aumentar a temperatura acima da temperatura de plastificação da madeira pode proporcionar, nalgumas concretizações uma melhor deposição e uma melhor adesão dos compostos activos à madeira, o que conduz a uma maior eficácia de impregnação e menos fugas dos compostos activos depositados depois do tratamento.

De forma a tratar a madeira com um suporte sob alta pressão poderão ser úteis informações acerca das condições dentro da madeira. Esta informação, particularmente no que se refere à temperatura e pressão, pode ser obtida por meio de experiências rotineiras, p.ex. por meio de inserção de sondas num número adequado de pedaços de madeira e medição da temperatura e pressão durante um tratamento de ensaio com alta pressão. Um especialista na técnica irá avaliar que um número adequado de amostras deveriam ser utilizadas

para este ensaio cujo número deverá ser seleccionado no que se refere à heterogeneidade do lote, etc.

A invenção pode também ser utilizada sem conhecimento pormenorizado das condições dentro da madeira. A presente aplicação ensina que as condições em que o suporte se encontra sob forma líquida não devem ter lugar dentro da madeira e a temperatura da madeira não deve ultrapassar a temperatura de plastificação da madeira durante a pressurização e despressurização do recipiente. O especialista na técnica irá avaliar como evitar estas condições. As medidas que podem ser aplicadas são medidas que conduzem a um afastamento do limite entre o fluido supercrítico e o líquido, isto é pressão e temperatura e de preferência temperatura, tendo o cuidado de não ultrapassar a temperatura de plastificação.

Numa concretização preferida, aplica-se calor ao recipiente onde tem lugar o tratamento supercrítico durante a despressurização. A quantidade de calor aplicado deve ser suficiente para garantir que as condições dentro da madeira não permitam que o fluido utilizado no tratamento fique sob a forma líquida. Por exemplo, se o fluido supercrítico é dióxido de carbono, uma temperatura acima da temperatura crítica de 31°C irá garantir que não há dióxido de carbono em estado líquido.

A temperatura pode ser medida por meio da inserção de um sensor térmico p.ex. um termómetro, num ou mais espécimes de cada vez ou num número representativo de espécimes durante o ensaio.

Os meios disponíveis ao especialista na técnica para ajustar a temperatura durante o tratamento inclui a adição

de fluido, remoção de fluido, adição de calor, remoção de calor e qualquer combinação adequada destes.

Numa concretização o calor é aplicado ao recipiente alimentando e removendo o fluido supercrítico simultaneamente onde a temperatura do fluido que está a ser alimentado para o recipiente é superior à temperatura do fluido que está a ser removido e a quantidade do fluido que está a ser alimentado é inferior à quantidade que está a ser removida.

Numa outra concretização preferida a despressurização é realizada pelas seguintes fases:

- a) remoção do suporte do recipiente até a pressão e a temperatura abaixo da condição de partida serem atingidas;
- b) adição de um fluido supercrítico com uma temperatura superior à do fluido no recipiente até e atingir uma pressão inferior à pressão de partida na fase (a) e/ou adição de calor ao recipiente;
- c) repetição da fase (a) e (b) uma ou mais vezes;
- d) quando a pressão é suficientemente baixa, libertação da pressão até aproximadamente a pressão atmosférica e remoção da madeira tratada.

O especialista na técnica irá constatar que durante a fase (a) a temperatura irá cair no recipiente e dentro das amostras de madeira.

Nesta concretização segue-se uma via num diagrama TS, conforme sublinhado na figura 3, em que a via indicada é a condição no centro da madeira.

O número e alturas de cada fase (a), bem como a diferença de temperatura entre os fluidos retirados e alimentados na

fase (b) podem ser determinados por meio de experiências rotineiras com referência ao diagrama TS. Prefere-se que o número de fases seja entre 2 e 10, de preferência entre 3 e 6. A altura de cada fase situa-se de preferência entre 5 e 50 bares, mais preferido entre 10 e 30 bares e com maior preferência 15 a 25 bares.

Um método preferido inclui as seguintes fases:

- a) um recipiente é carregado com madeira para ser tratada;
- b) o recipiente é pressurizado usando o suporte fluido até a pressão de tratamento ser atingida;
- c) um período de espera onde a pressão é no essencial constante ou a pressão varia a uma taxa baixa;
- d) despressurização do recipiente para temperatura ambiente seguido pela remoção da madeira tratada.

Como pressões e temperaturas preferidas pode-se mencionar: Um tratamento em que a pressão de tratamento supercrítica na fase (c) situa-se entre os 85 e 300 bar, de preferência 100 a 200 bar, com maior preferência entre 120 e 170 bar e o mais preferido entre 140 e 160 bar.

Um tratamento, em que a temperatura do suporte fluido na madeira se situa acima dos 10°C, de preferência acima dos 20°C, de preferência acima dos 25°C, de preferência acima dos 30°C, com maior preferência acima de 32,5°C e o mais preferido 35°C.

Um tratamento em que a temperatura do suporte na madeira oscila entre 25 e 65°C, de preferência entre 31 e 55°C na fase b) e d) quando a pressão está acima dos 30 bares.

Um tratamento em que a temperatura durante as fases b) e d) se situa abaixo dos 65°C, de preferência abaixo dos 60°C, de preferência abaixo dos 55°C, com maior preferência abaixo dos 50°C e o mais preferido abaixo dos 45°C.

Um tratamento em que a temperatura durante a fase d) se situa acima dos 45°C, de preferência acima dos 50°C, de preferência acima dos 55°C e com maior preferência acima dos 60°C quando a pressão está acima dos 30 bares.

Quando a pressão foi reduzida para entre 10 e 30 bares pode ser libertada para a pressão atmosférica sem mais medidas (fase (d)).

Pressupõe-se que os danos podem também ser evitados por meio da redução da velocidade de redução da pressão. Desta forma a despressurização poderá levar mais tempo, o que garante uma melhor distribuição do calor e conseqüentemente a temperatura no centro não é deixada cair tanto quando cairia se a pressão fosse libertada com maior velocidade. Além disso haverá tempo para que o fluido supercrítico dentro da madeira escorra para fora da madeira. Conseqüentemente, os gradientes de pressão formados serão menos acentuados. No entanto, de um ponto de vista industrial esta solução não é atractiva porque mais tempo para a redução da pressão significa que cada lote ocupa as instalações durante mais tempo, o que significa uma vez mais que a productividade da instalação é reduzida.

A invenção passa agora a ser ilustrada em pormenor através dos exemplos seguintes que se destinam ilustrar a invenção e não devem de forma alguma ser considerados como limitadores.

Exemplos

Exemplo 1

Determinação do comprimento crítico

Com este fim utilizaram-se amostras de madeira de abeto da Lilleheden, Dinamarca.

As amostras com comprimentos entre 0,25 e 1,2 m foram impregnadas sob condições supercríticas, com dióxido de carbono como solvente.

As amostras foram impregnadas a uma temperatura de 55° e a uma pressão de 150 bar, com 50 g de biocida correspondendo a uma deposição de 0,25 kg de biocida por m<sup>3</sup> de madeira.

Depois de uma impregnação durante 20 minutos a pressão no recipiente foi libertada de acordo com as vias enumeradas no quadro 1 a seguir.

Quando a pressão atingiu a pressão atmosférica o recipiente foi aberto e as amostras removidas e inspeccionadas visualmente para detectar danos.

Quadro 1

Comprimento (m)	0,25	0,25	0,5	0,75	1,0	1,2	1,2
Tempo de libertação da pressão 150 a 85 bar (min)	20	40	20	20	20	20	40
Tempo de libertação da pressão 85 a 20 bar (min)	40	60	40	40	40	40	60
Tempo de libertação da pressão 20 a 1 bar (min)	40	40	40	40	40	40	40
Danificadas	não	não	não	não	não	sim	sim

A partir dos resultados verifica-se que o comprimento crítico da madeira é 1,2 m. Além disso, pode-se constatar que o abrandamento da libertação da pressão e conseqüente prolongamento do tempo de libertação da pressão 150 a 85 bares de 20 para 40 minutos e 85 a 20 bar de 40 para 60 minutos não alterou o comprimento crítico.

Na figura 4 as amostras são apresentadas quando é óbvio que a amostra de 1,2 m ficou gravemente danificada, enquanto que as outras amostras não estão danificadas.

#### Exemplo 2

##### Efeito da temperatura no número de danos

Este exemplo demonstra a dependência da temperatura quanto ao número de danos.

Num recipiente havia tábuas de 1" x 3" de abeto vulgares tratadas com dióxido de carbono supercrítico como meio. As tábuas tinham um comprimento total de 1,5 m. Para simular tábuas com um comprimento de 3 m, as tábuas foram tapadas numa ponta de forma que o meio só conseguia entrar nas tábuas por um lado.

Escolheram-se então diferentes pressões, temperaturas e tempos de despressurização conforme indicado no quadro 2 e a taxa de danificação foi calculada como a percentagem de tábuas com um ou mais danos.

Quadro 2

Comprimento (m)	Temperatura (°C)	Tempo de despressurização (min.)	Taxa de danos (%)
1,5	45	39	22
3	45	39	41
3	55	39	13
3	65	39	5
3	55	90	7
3	65	90	0

A partir dos dados do quadro 2 pode-se deduzir que o comprimento das tábuas possui uma influência significativa na taxa de danos entre 22 e 41 % com um aumento no comprimento de 1,5 para 3 m.

Além disso pode-se deduzir que a temperatura de tratamento, isto é a temperatura inicial antes da despressurização tem uma influência marcada na taxa de danos. Com um tempo de despressurização de 39 minutos pode-se observar uma diminuição de 41% para 5% a uma temperatura de 45°C para 65°C respectivamente.

Uma diminuição semelhante pode ser observada para um tempo de despressurização de 90 minutos, agora a um nível mais baixo devido ao tempo mais prolongado.

Lisboa, 22 de Novembro de 2006

## REIVINDICAÇÕES

1. Método de tratamento da madeira susceptível aos danos, com um comprimento maior que o comprimento crítico, utilizando um suporte fluido com um ponto crítico a uma temperatura entre 20 e 50°C e uma pressão de 5 a 100 bar, sob uma pressão de pelo menos 20 bar e a uma temperatura inferior a 65°C, caracterizado por não se deixar fluido ficar na forma líquida dentro da madeira.

2. Método de acordo a reivindicação 1, em que o tratamento é seleccionado de entre impregnação, extracção, tingimento ou secagem.

3. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, em que o método inclui as seguintes fases:

- a) um recipiente é carregado com madeira para ser tratada;
- b) o recipiente é pressurizado usando o suporte fluido até a pressão de tratamento ser atingida;
- c) um período de espera onde a pressão é no essencial constante ou a pressão varia a uma taxa baixa;
- d) despressurização do recipiente para temperatura ambiente seguido pela remoção da madeira tratada.

4. Método de acordo com a reivindicação 3, em que o tratamento é uma impregnação e os componentes activos são adicionados ao sistema na fase a) ou b).

5. Método de acordo com a reivindicação 4, em que o tratamento é executado pelo menos parcialmente no estado supercrítico.

6. Método de acordo com a reivindicação 5, em que a pressão de tratamento supercrítica na fase c) se situa entre os 85 e 300 bar, de preferência 100 a 200 bar, com maior preferência entre 120 e 170 bar e o mais preferido entre 140 e 160 bar.

7. Método de acordo com a reivindicação 5 ou 6, em que a temperatura do suporte fluido na madeira se situa acima dos 10°C, de preferência acima dos 20°C, de preferência acima dos 25°C, de preferência acima dos 30°C, com maior preferência acima de 32,5°C e o mais preferido 35°C.

8. Método de acordo com a reivindicação 7, em que a temperatura do suporte na madeira oscila entre 25 e 65°C, de preferência entre 31 e 55°C na fase b) e d) quando a pressão está acima dos 30 bar.

9. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 8, em que a temperatura da madeira está abaixo da temperatura de plastificação da madeira durante a fase b).

10. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 9, em que a temperatura durante as fases b) e d) se situa abaixo dos 65°C, de preferência abaixo dos 60°C, de preferência abaixo dos 55°C, com maior preferência abaixo dos 50°C e o mais preferido abaixo dos 45°C.

11. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 9, em que o suporte inclui dióxido de carbono.

12. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 11, em que o calor é removido durante a fase d).

13. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 12, em que se adiciona calor durante a fase b).

14. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que a madeira susceptível aos danos é seleccionada de entre as espécies de madeira refractárias.

15. Método de acordo com a reivindicação 14, em que a madeira susceptível aos danos é seleccionada de entre abeto, abeto Engelman e cedro vermelho ocidental.

16. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 15, em que a temperatura é aumentada acima da temperatura de plastificação durante a fase c).

17. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que a temperatura durante a fase d) se situa acima da temperatura de plastificação quando a pressão está acima de 30 bar.

18. Método de acordo com a reivindicação 17, em que a temperatura durante a fase d) se situa acima dos 45 °C, de preferência acima dos 50°C, de preferência acima dos 55°C e com maior preferência acima dos 60°C quando a pressão está acima dos 30 bares.

19. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 18, em que a despressurização é realizada segundo as seguintes fases:

i) remoção do fluido do recipiente até serem atingidas uma pressão e a temperatura no estado supercrítico mas abaixo da condição de partida;

ii) adição de fluido e/ou calor até se atingir a pressão que é inferior à pressão de partida na fase i);

iii) repetição da fase i) e ii) uma ou mais vezes;

iv) quando a pressão é suficientemente baixa, libertação da pressão até aproximadamente a pressão atmosférica e remoção da madeira tratada.

20. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 19, em que a madeira é abeto e a temperatura é maior que 31°C durante o processo e inferior a 55°C durante a pressurização e despressurização.

21. Artigo de madeira susceptível aos danos, com um comprimento acima do comprimento crítico, tratado de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 20.

22. Método de estabelecimento das condições para um tratamento de acordo com a reivindicação 1 de madeira susceptível aos danos, com um comprimento maior que o comprimento crítico, com um fluido supercrítico, em que um número de espécimes são pressurizados utilizando o suporte fluido, despressurizados e subsequentemente examinado para detectar danos.

23. Método de acordo com a reivindicação 22, em que os espécimes são pressurizados com dióxido de carbono a 150 bares a 35°C e despressurizados em 30 min.

24. Método de acordo com a reivindicação 22, em que a temperatura da madeira durante a pressurização e

despressurização está abaixo da temperatura de  
plastificação da madeira. 5

Lisboa, 22 de Novembro de 2006

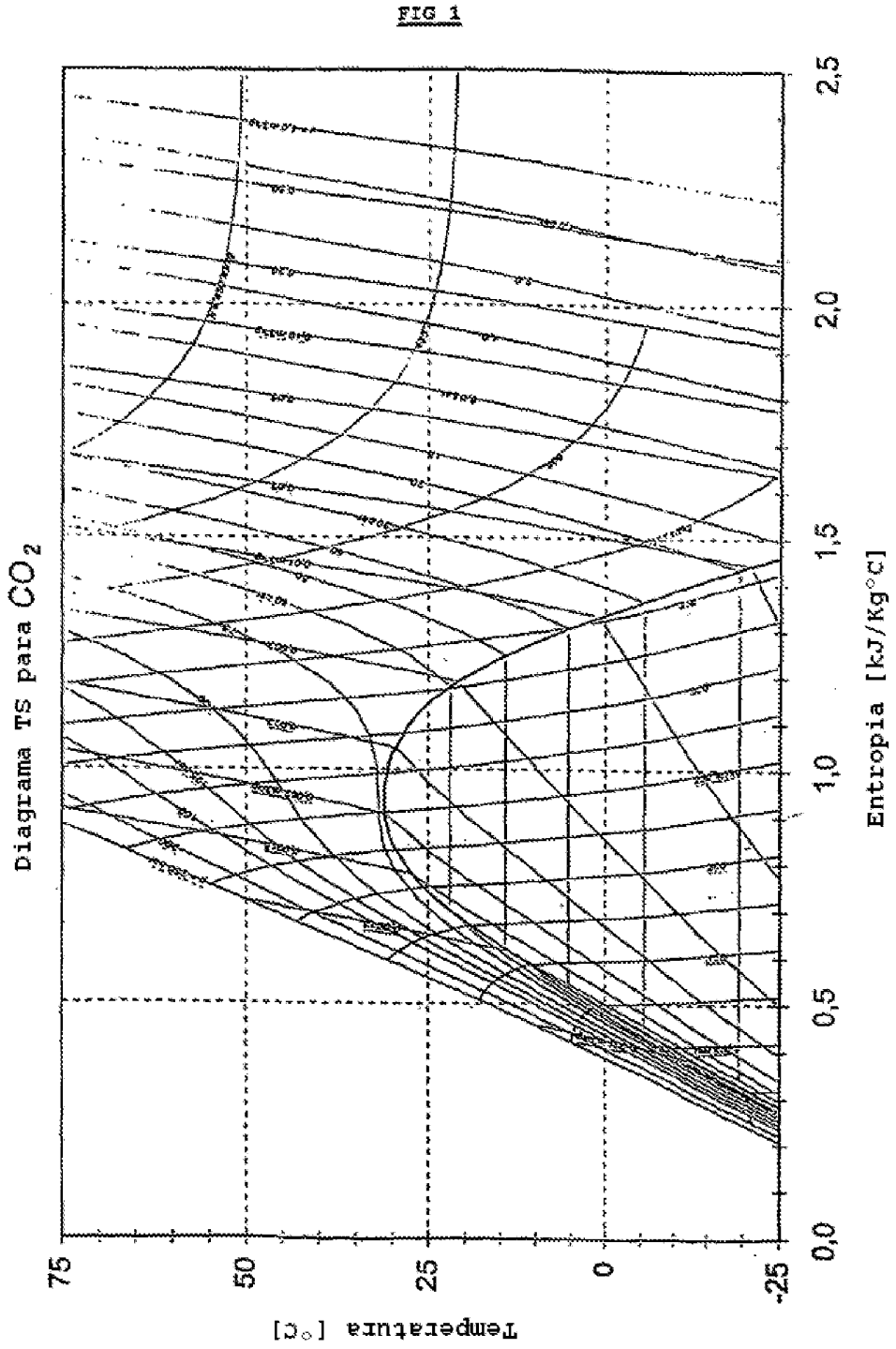


Diagrama TS para CO<sub>2</sub>

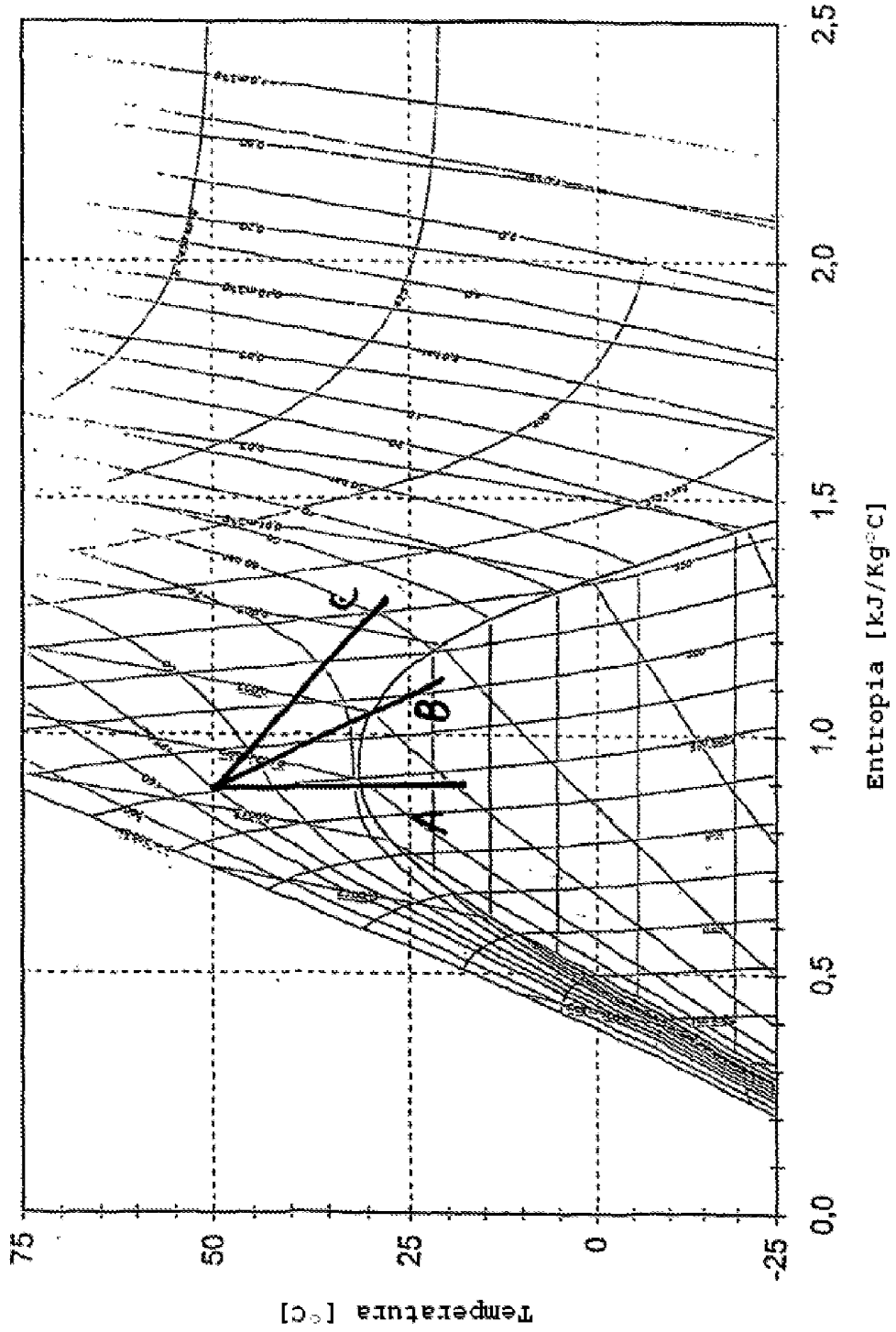


FIG 3

FIG 3

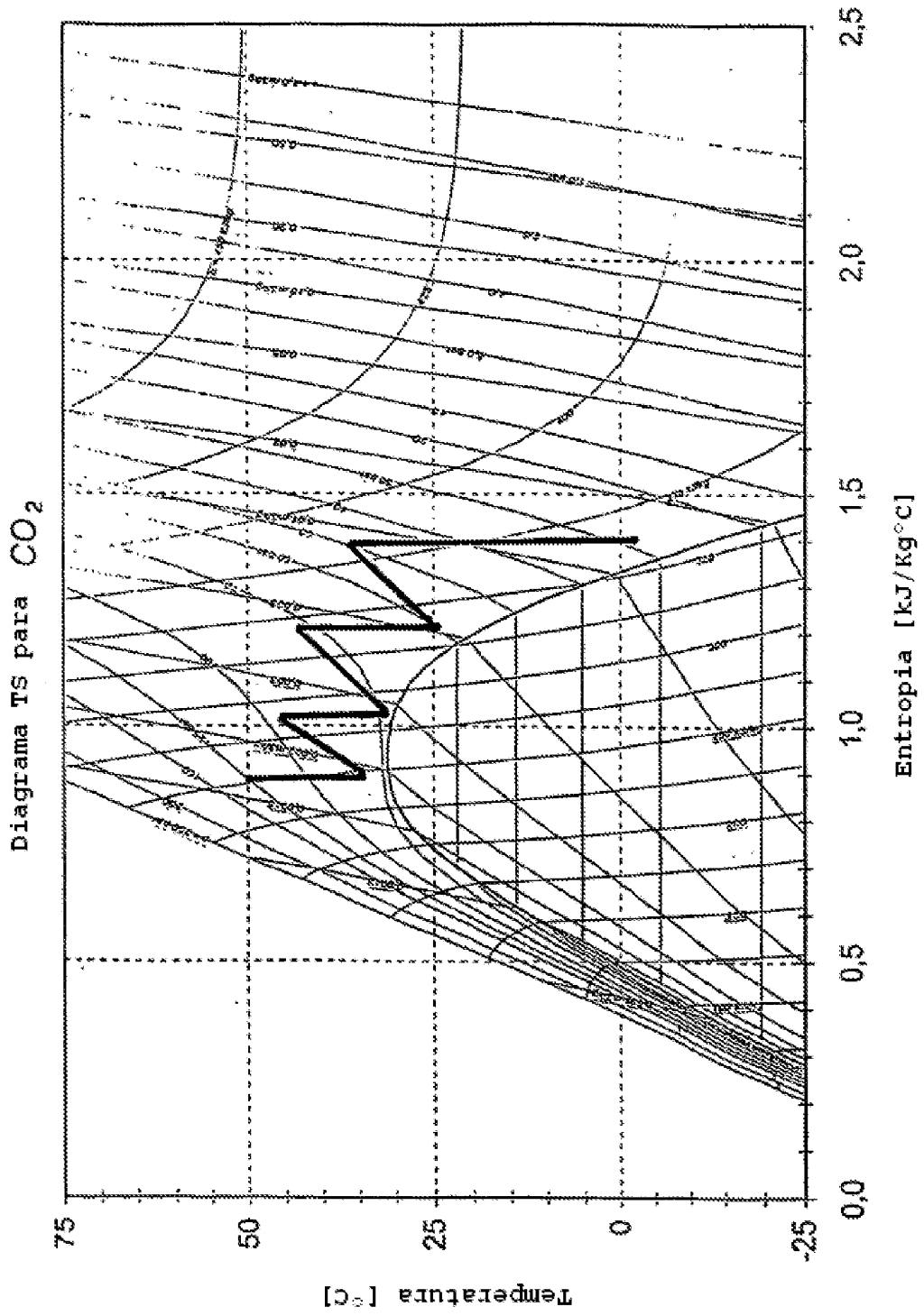


FIG 4

