(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 383 188**

(51) Int. CI.:
B27N 3/02 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **07848228 .8**
(96) Fecha de presentación: **13.09.2007**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2064036**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **03.06.2009**

(54) Título: **Procedimiento de realización de un producto en corcho aglomerado y el producto así obtenido**

(30) Prioridad:
13.09.2006 FR 0608006

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.06.2012

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.06.2012

(73) Titular/es:
COSUCRA-GROUPE WARCOING
1, RUE DE LA SUCRERIE
07740 WARCOING, BE

(72) Inventor/es:
BOSLY, Eric;
BOURGEOIS, Audrey y
WILLEMS Philippe

(74) Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

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 de realización de un producto en corcho aglomerado y el producto así obtenido

La invención se relaciona con un procedimiento de realización de un producto en corcho y más precisamente en corcho natural aglomerado. La invención se relaciona más particularmente con la utilización de un tal procedimiento para realizar un tapón.

Los tapones en corcho aglomerado tales como los tapones de champaña son llamados tapones “técnicos”. La fabricación se realiza a partir de residuos de tubuladuras que resultan de la fabricación de los tapones en corcho natural.

Los residuos son transformados en granulados de corcho que son a continuación aglomerados con el fin de formar el tapón técnico. La aglomeración de los gránulos se realiza por la impregnación de los gránulos con un pegamento. El producto así obtenido sufre a continuación una etapa de acabado mecánico que permite formar el tapón con las dimensiones deseadas.

El documento FR-A-2799183 divulga un procedimiento según el preámbulo de la reivindicación 1 y un artículo según el preámbulo de la reivindicación 13.

Los pegamentos empleados para impregnar los gránulos de corcho son generalmente a base de isocianato, por ejemplo pegamentos de poliuretano, y son utilizados en forma acuosa.

El empleo de tales pegamentos presenta un cierto número de inconvenientes.

Inicialmente, estos pegamentos son tóxicos para el personal afectado en la producción de los tapones. En efecto, el pegamento es tóxico por inhalación e ingestión y es fuertemente irritante para la piel y las mucosas.

El empleo de este pegamento necesita por lo tanto tomar precauciones particulares de utilización con el fin de proteger el personal lo que complica la cadena de producción y aumenta el coste.

Además, algunos componentes del pegamento pueden migrar en el líquido con el cual el tapón está en contacto, por ejemplo con vino o alcohol, lo que puede desnaturalizar el gusto del líquido, o igualmente comprender riesgos sanitarios.

Los pegamentos acuosos pueden, además, presentar problemas de estabilidad o almacenamiento como, por ejemplo, sufrir una contaminación microbiana, lo que hace necesario la adición de un biocida al pegamento.

Los pegamentos acuosos generan igualmente efluentes, que serán por consiguiente tratados posteriormente.

Existen también otros procedimiento que consisten en utilizar pegamentos líquidos obtenidos a partir de una preparación de almidón soluble en frio que contiene una mezcla de melanina y de formaldehído.

Esta técnica que se describe particularmente en la US 2562558, tiene por inconveniente mayor que conduce a un desprendimiento importante de formaldehído libre que es particularmente volátil y tóxico.

Además, la solubilización de almidón necesita la adición de una cantidad significativa de agua, lo que implica problemas de supresión de vapor y riesgos de explosión durante la etapa posterior de aglomeración que comprende una fase de compresión y una fase de calentamiento con una elevación muy importante de la temperatura del corcho.

Finalmente, estos pegamentos acuosos presentan un tiempo de secado importante y los productos en corcho aglomerado obtenidos no secan fácilmente ni rápidamente en su núcleo.

La invención se dirige a mejorar estos inconvenientes proponiendo un procedimiento de realización de un producto aglomerado en corcho natural, tal como un tapón, según la reivindicación 1, en el cual se utiliza un aglomerante de origen natural, eventualmente proveniente de agricultura biológica que no presenta riesgo sanitario y se emplea bajo la forma de polvo y no se emplea más que una cantidad muy baja de agua.

Para este efecto, la invención se relaciona con un procedimiento de realización de un producto en corcho aglomerado a partir de gránulos de corcho natural, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) preparación de un aglomerante con base en almidón en polvo soluble en frio,

b) cubrimiento y/o impregnación de los gránulos de corcho por medio de aglomerante a base de almidón;

c) aglomeración de gránulos impregnados;

d) terminado mecánico del producto obtenido con el fin de darle las dimensiones y forma deseadas y,

porque la cantidad de agua introducida en las etapas de impregnación y/o de aglomeración es inferior o igual al 25% del peso del corcho.

La invención se relaciona igualmente con un artículo en corcho natural aglomerado según la reivindicación 13.

El procedimiento según la invención puede ser utilizado para realizar tapones técnicos, pero igualmente otros productos en corcho aglomerado, tales como revestimiento de suelos, productos decorativos, productos para el textil y la confección, productos para aplicaciones domésticas o industriales, productos destinados a la construcción y/o para ingeniería civil (aislamiento acústico y térmico, elementos anti vibración…), etc.

El almidón es un aglomerante natural que puede ser ingerido sin riesgo alimentario. Así, la migración del almidón en un líquido no lo hace en propio para el consumo.

El procedimiento según la invención es por lo tanto particularmente bien adaptado para la fabricación de tapones en corcho, para el acondicionamiento de bebidas y, particularmente, vinos, espirituosos y champaña.

Además, el aglomerante a base de almidón no es tóxico para el personal afectado en la producción del producto en corcho. Este personal puede por lo tanto manipularlo sin riesgo.

Los gránulos de corcho pueden ser obtenidos de manera tradicional, es decir por trituración de los residuos de tubuladura de tapones naturales para obtener la granulometría deseada.

Según una variante de realización particular, el aglomerante se mezcla con un agente de reticulante en polvo, adaptado para el contacto alimentario. Este agente tiene una función insolubilizante.

Según una característica ventajosa, esta mezcla comprende de 70% a 100% en peso de almidón y comprende, además, sensiblemente de 0% a 30% en peso de agente reticulante.

Preferiblemente, la mezcla comprende sensiblemente de 80% a 95% en peso de almidón y sensiblemente de 5 a 20% en peso del agente reticulante.

El almidón se presenta bajo la forma de polvo soluble en frío y eventualmente modificado químicamente.

El aglomerante de almidón se realiza bajo la forma de polvo soluble en frío. Así, se evitan los problemas ligados a los pegamentos acuosos de la técnica anterior: simplicidad de almacenamiento sin riesgo de migración microbiana, tiempo de secado corto, supresión de los riesgos posteriores de explosión de vapor, etc.

La solubilización en frío se obtiene, preferiblemente, por pregelinización por medio de un extrusor o de un tambor secador según técnicas conocidas por otro lado.

El almidón pregelatinizado es almidón que ha sido mecánicamente tratado en presencia de agua, con la ayuda de un procedimiento técnico o no, para romper todo o parte de los granos de almidón y que ha sido a continuación desecado. No contiene normalmente ninguna sustancia agregada, pero puede ser modificado para hacerlo compresible y mejorar sus características de fluidez.

Después de la humidificación, el aglomerante en polvo forma un gel apto para la adherencia debido a su fuerte viscosidad.

La solicitante constató que la cualidad de los tapones habían mejorado cuando el almidón utilizado para realizar el aglomerante es almidón extraído de legumbres tales como los guisantes.

En efecto, el almidón a base de guisantes presenta un contenido naturalmente elevado de amilosa lo que mejora la flexibilidad y la resistencia al agua del almidón.

Además, el almidón de guisantes presenta una viscosidad más fuerte que los otros almidones y una mejor estabilidad en forma de gel.

Sin embargo, otros tipos de almidones puede ser empleados, por ejemplo almidones provenientes de maíz, trigo, maíz ceroso, patata, tapioca, arroz, etc.

Con el fin de facilitar la dispersión del almidón en polvo, el procedimiento puede prever una etapa de humidificación de los gránulos de corcho antes de su impregnación por el aglomerante.

Según aún otra variante de realización, la proporción de almidón con respecto al corcho está comprendida entre el 10% y 25% en peso.

La etapa de aglomeración del procedimiento de fabricación de corcho aglomerado según la invención comprende una fase de compresión y una fase de elevación de la temperatura.

La aglomeración de los gránulos de corcho puede ser efectuada por molido directo por extrusión. Se prevé por ejemplo una extrusión a una temperatura comprendida entre 120ºC y 130ºC durante 3 a 10 minutos. En el caso de un molido directo, la aglomeración se hace entre 110ºC y 120ºC durante aproximadamente 1 hora.

Durante la fase de compresión la presión alcanzada es del orden de 2 MPa (20 bars).

El procedimiento implica que la cantidad de agua añadida sea inferior a 25% del peso del corcho con el fin de prevenir los riesgos de explosión de vapor, en particular durante la fase de aglomeración y con el fin de permitir un secado rápido en el centro de la corcho aglomerado.

Durante el procedimiento descrito más arriba se utilizó para realizar un tapón, es decir cuando la etapa de terminado mecánico es una etapa de formación de un tapón técnico en corcho, se pueden prever etapas suplementarias de fijación de un disco de corcho con uno o con los dos extremos del tapón, siendo realizada esta fijación por pegado por medio del aglomerante a base de almidón que reviste la cara del disco que se va a pegar.

En efecto, para algunos tapones, con el fin de limitar el contacto entre el vino o, más generalmente, bebidas alcoholizadas y gránulos de corcho, se prevé disponer de los discos de corcho masivo en los extremos del tapón. El aglomerante a base de almidón se solubiliza antes de ser aplicado en el disco en corcho.

Preferiblemente, el agente reticulante está bajo la forma de polvo previamente mezclado con el almidón.

Según otra variante de la realización, el agente reticulante está bajo forma líquida y es mezclado con un corcho antes o después de su recubrimiento y/o su impregnación por el aglomerante.

El agente reticulante empleado es oficialmente utilizado para estar en contacto alimentario.

Según una variante de realización particular, el agente reticulante empleado es el Urecoll SMV cuya composición es conforme a las recomendaciones de las autoridades sanitarias Europeas relacionadas con lo papeles para embalaje alimentario que estipulan, además, que “el extracto de agua fría” no debe contener más de 1.0 mg de formaldehído para 100 cm^2de papel.

La solicitante ha efectuado varios ensayos en dos series para demostrar que el almidón de guisantes soluble en frío está particularmente adaptado en utilización como en calidad de aglomerante, en particular, para tapones de corcho.

Estos ensayos tienen por objetivo agregar gránulos de cocho con almidón de guisantes con el fin de producir tapones de corcho que respondan a las normas alimentarias y presenten las propiedades de resistencia mecánica necesarias. Por este hecho, bloques de corcho se han formado por mezcla de gránulos de corcho, almidón pregelatinizado (soluble en frío), agua y un agente reticulante, seguido de una aglomeración con la ayuda de una prensa caliente.

Los bloques de corcho deben tener una densidad comprendida entre 250 y 300 g/dm^3 y resistir a la prueba de inmersión en agua a 100ºC durante 1 hora.

Los bloques de corcho han sido realizados de la siguiente manera:

- mezcla de agua y de agente reticulante con los gránulos de corcho;

- mezcla con cuchara hasta unificación de todo el corcho;
- adición del almidón progresivamente a continuación de la mezcla;
- relleno de un molde con una parte de la mezcla obtenida;
- presión en frío con 2 MPa (20 bars);
- nuevos reemplazos del molde y presiones hasta agotamiento de la mezcla;
- presión de la mezcla a 2 MPa (20 bars) durante 30 minutos a 110ºC;
- (eventualmente) presión del bloque formado con 2 MPa (20 bars) durante 10 minutos a temperatura ambiente;
- desmolde del bloque de corcho;
- corte del bloque en rectángulos de aproximadamente 2.5 cm x 2.5 cm x 5 cm.

El agente reticulante en todos los ensayos es un reticulante líquido (70% MS) y la cantidad indicada en las Tablas es por lo tanto en cada vez el porcentaje de la cantidad líquida (en peso) relativamente con la cantidad de almidón (en peso).

Varios bloques de corcho de las diferentes composiciones se han realizado. Estas composiciones son reagrupadas en la siguiente Tabla:

Ensayo	Corcho (g)	Agua (% corcho)	Agente reticulante (% almidón)	Tipo reticulante	Almidón (% corcho)
Almidón de guisantes pregelatinizado en tambor					
Ni-0	102.5	20	0	-	15
NiG-1		20	1.5	Glyoxal® P	
NiG-3		20	10		
NiU-1		20	1.5	Urecoll® SMV	
NiU-3		20	10		
NiU-4		20	15		
NiU-5		20	20		
Almidón de guisantes pregelatinizado por extrusión					
EmU-5	102.5	20	20	Urecoll® SMV	15
Almidón de maíz pregelatinizado en tambor de calentamiento					
MU-5	102.5	20	20	Urecoll® SMV	15

Desde el punto de vista de la densidad, han sido obtenidos los siguientes resultados:

Muestra	Densidad (g/dm^3)
Ni-0	239
NiG-1	230
NiG-3	241
NiU-1	229
NiU-3	228
NiU-3 (bis)	238
NiU-4	255
NiU-5	241
EmU-5	259
MU-5	252

Como se puede constatar, las densidades obtenidas son próximas a la gama deseada. Es probable que esta densidad pueda ser incluso aumentada con material más adaptado.

Se realizó una prueba de inmersión de los ensayos. Esta prueba consiste en marcar los tiempos al inicio del cual el bloque de corcho está totalmente disgregado cuando se sumerge en agua a 100ºC. Los tapones deben ser perfectamente formados después de una hora de inmersión para que el resultado sea considerado como positivo.

La prueba ha sido llevada con los ensayos mencionados anteriormente un día después de su fabricación y ocho horas después de su fabricación.

Los resultados de esta prueba son mencionados en la Tabla de más abajo:

Muestra	Tiempos[(1)] con J + 1 (min)	Tiempos[(1)] con J + 8 (min)
Ni-0	2	2.5
NiG-1	2.5	3
NiG-3	5	6
NiU-1	2	2.5
NiU-3	10.5	13
NiU-3 (bis)	16	20
[(1)] Tiempos al inicio del cual el bloque de corcho está totalmente disgregado		

Como se puede constatar esta primera serie de resultados no es satisfactoria, los bloques se disgregan antes de 1 hora de inmersión. Estos resultados han sido obtenidos por los bloques que presentan un contenido en agente

reticulante inferior o igual a 10% de almidón.

Cuando este contenido es superior al 10% de almidón, se obtiene los siguientes resultados:

Muestra	Tiempos[1] J + 1 y J + 8 (min)	Aspecto[2] con J + 1	Aspecto[2] con J + 8
NiU-4	> 60	Tapón fuertemente deformado (reventado en el medio) pero no totalmente disgregado	Tapón embebido en agua y deformado
NiU-5	> 60	Tapón embebido en agua ligeramente deformado	Tapón embebido en agua y no deformado
EmU-5	> 60	Tapón embebido en agua ligeramente deformado	Tapón embebido en agua y no deformado
MU-5	> 60	Tapón embebido en agua ligeramente deformado	Tapón embebido en agua y no deformado
[1] Tiempo al inicio del cual el bloque de tapón está totalmente disgregado [2] Aspecto visual después de la inmersión 1 h a 100ºC			

Como se puede constatar, los bloques de corcho responden a los criterios de la prueba de inmersión y los resultados son sensiblemente mejores después de una semana de almacenamiento de los bloques.

Se realizó una segunda serie de ensayos. La composición en almidón, agua y agente reticulante se retoma en la siguiente Tabla:

Pruebas	Columna granulados de corcho (g)	Agua (% corcho)	Agente reticulante (%/almidón)	Tipo reticulante	Almidón (% corcho)
Almidón de guisantes pregelatinizados por extrusión					
EmU-6	102.5	13.3	20	Urecoll® SMV	20
EmU-7		16.7			25
EmU-8		25			15
EmU-9		20			10

El mercado de la construcción necesita para alguno de sus productos densidades cercanas a los 500 g/dm^3.

La prueba Bât EmU-5 se realizó con corcho de más baja granulometría igualmente llamado “impulsor de corcho” comúnmente empleado en algunos productos de construcción. La baja densidad del corcho permite una mejor compresión e, igualmente, la obtención de una más alta densidad del producto final. La composición de la prueba se reporta en la siguiente Tabla:

Pruebas	Columna granulados de corcho (g)	Agua (% corcho)	Agente reticulante (%/almidón)	Tipo reticulante	Almidón (% corcho)

(g) Almidón de guisantes pregelatinizados por extrusión					
Bât EmU-6	102.5	20	20	Urecoll® SMV	15

Los diferentes ensayos son caracterizados por su densidad expresada en g/dm^3, por su flexibilidad medida en TA-XT2i *texture analyser* y por su resistencia a la pruebas de inmersión en agua en ebullición.

Resultados de densidad obtenidos por los diferentes pruebas:

Muestra	Densidad (g/dm^3)
EmU-6	261
EmU-7	268
EmU-8	253
EmU-9	251
Bât EmU-5	414

Las densidades de las pruebas EmU-6, EmU-7, EmU-8 y EmU-9 están comprendidos en la gama de los valores deseados (250 - 300 g/dm^3).

La densidad del ensayo Bât EmU-5 se aproxima a los 500 g/dm^3 teniendo en cuenta que es menor de lo esperado. La autorización de un material más adaptado permite alcanzarlos.

La determinación de la textura de los artículos en corcho se realizan con la ayuda del analizador de textura TA-XT2i *texture analyser*.

El artículo en corcho para analizar es previamente cortado bajo forma de rectángulo en las siguientes dimensiones: 2.5 cm x 2.5 x 5 cm.

La media se realiza según la altura de la muestra y corresponde a la fuerza máxima aplicada para comprimirlo a 3 mm.

El análisis se efectuó como sigue:

Tipo de sondeo: P25 22 mm DIA CYLINDER ALUMINIUM

Cabeza de análisis: 25 kg

Duración de la prueba: 15.60 s

Modo de análisis: medida de una fuerza en compresión

Velocidad:

Preprueba: 2.0 mm/s

Prueba: 0.2 mm/s

Postprueba: 5.0 mm/s

Distancia de compresión: 3.0 mm

La fuerza necesaria para comprimir las muestras de 3 mm se midió en el curso del tiempo, los resultados se reportan en la siguiente Tabla:

	Fuerza máx (g)				
	EmU-6	EmU-7	EmU-8	EmU-9	Bât EmU-5
T0	14582	14064	9532	8028	9341
T + 1 mes	20134	21952	14154	13500	16508
T + 2 mes	29600	33223	20110	15458	19801
T + 3 mes	30313	35000	23600	17196	23114

Los ensayos muestran que el contenido en almidón es determinante en la flexibilidad de las muestras en corcho aglomerado. Las muestras cuyo contenido en almidón es elevado tiene una textura más dura y este fenómeno persiste en el transcurso del tiempo. La dureza de las muestras aumentan en el transcurso del envejecimiento.

De manera general, el contenido en almidón de los bloques obtenidos en los ejemplos está comprendido entre 9% y 20% en peso.

Una prueba de inmersión se realizó en las pruebas previamente cortadas en rectángulos con dimensiones de 2.5 cm x 2.5 x 5 cm. La prueba consistió en revelar los tiempos al inicio del cual la muestra estaba totalmente disgregada cuando se sumergía en agua a 100ºC. La muestra debe ser perfectamente formada después de 1 hora de inmersión para que el resultado se considere como positivo. Los resultados de esta prueba se mencionan en la Tabla más abajo:

Muestra	Tiempo[(1)] J + 1 (min)	Aspecto[(2)] con J + 1
EmU-6	> 60	Muestra poco embebida en agua y no deformada
EmU-7	> 60	Muestra poco embebida en agua y no deformada
EmU-8	> 60	Muestra embebida en agua y deformada
EmU-9	> 60	Muestra embebida en agua y deformada
Bât EmU-5 Bât EmU-5	> 60	Muestra embebida en agua y ligeramente deformada
[(1)] Tiempos al inicio del cual el bloque de corcho está totalmente disgregado [(2)] Aspecto visual después de la inmersión 1 h a 100ºC		

Los cuatro ensayos resisten a la prueba de inmersión en agua en ebullición.

Los ensayos EmU-6 y EmU-7 cuyos contenidos en almidón son más importantes dan mejores resultados en el sentido en el cual las muestras absorben menos agua y no se deforman.

En conclusión, se constata que los tapones responden a las normas requeridas para las aplicaciones del tipo tapón técnico, pueden ser fabricadas reemplazando el pegamento obtenido a partir de productos de síntesis por un aglomerante natural a base de almidón sin alteración o degradación de las propiedades mecánicas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de realización de un producto en corcho aglomerado a partir de gránulos de corcho natural caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) preparación de un aglomerante con base en almidón en polvo soluble en frío,
b) recubrimiento y/o impregnación de los gránulos aglomerantes por medio de aglomerante,
c) aglomeración de los gránulos impregnados;
d) terminación mecánica del producto obtenido con el fin de darle la dimensiones y forma deseadas y,

porque la cantidad de agua introducida en las etapas de recubrimiento y/o de impregnación y/o de aglomeración es inferior o igual a 25% del peso del corcho.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en mezcla el aglomerante con un agente reticulante en polvo, se adapta al contacto alimentario.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la mezcla contiene de 70% a 100% en peso de almidón y de 0% a 30% en peso de agente reticulante.

4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la mezcla comprende sensiblemente de 80 a 95% en peso de almidón y sensiblemente de 5 a 20% en peso de agente reticulante.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente reticulante está bajo forma líquida y es mezclado con agua antes de ser añadido a otros granulados.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque los gránulos de corcho son humidificados antes de su recubrimiento y/o su impregnación por el aglomerante.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque el dicho aglomerante es a base de almidón químicamente modificado.

8. Procedimiento según un cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el almidón utilizado para realizar el aglomerante es almidón a base de guisantes.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la aglomeración de los granulados del corcho se realiza por moldeo directo o por extrusión.

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la proporción de almidón relativamente al corcho está comprendido entre 10% y 25% en peso.

11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque la etapa de terminado mecánico es una etapa de realización de un tapón técnico en corcho.

12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque comprende las etapas complementarias de pegado de un disco de corcho a uno o a los dos extremos del tapón, siendo el dicho pegado realizado por medio del aglomerante a base de almidón aplicado en la cara del disco que se va a pegar.

13. Artículo en corcho natural aglomerado realizado con el procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12 caracterizado porque comprende del 9% a 20% en peso de almidón.

14. Artículo en corcho natural aglomerado según la reivindicación 13 caracterizado porque presenta una densidad comprendida entre 250 y 500 g/dm^3.