

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 996 222**

51 Int. Cl.:

C08H 1/00 (2006.01)

C09J 189/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.05.2017 PCT/US2017/031332**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.11.2017 WO17193015**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.05.2017 E 17793467 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2024 EP 3452548**

54 Título: **Composiciones adhesivas para madera que comprenden proteínas y poli(glicidil éter), y usos de las mismas**

30 Prioridad:

05.05.2016 US 201662332256 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.02.2025

73 Titular/es:

**CARGILL, INCORPORATED (100.00%)
15407 McGinty Road West Mail Stop 24
Wayzata, MN 55391, US**

72 Inventor/es:

**ANDERSON, KEVIN R. y
WESCOTT, JAMES MICHAEL**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 996 222 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

Composiciones adhesivas para madera que comprenden proteínas y poli(glicidil éter), y usos de las mismas

5 **Campo de la exposición**

La presente exposición se refiere a una composición adhesiva para madera que comprende una proteína y un poli(glicidil éter), al proceso para producir un adhesivo para madera, a los usos del mismo y al material compuesto de madera fabricado usando dichas composiciones adhesivas para madera.

10 **Antecedentes**

Se han fabricado composiciones adhesivas usando materias primas tales como extractos de almidón, sangre y colágeno de huesos y pieles de animales, proteínas de leche y extractos de pescado. Sin embargo, las composiciones adhesivas fabricadas a partir de estos materiales típicamente presentan cierto número de inconvenientes, que incluyen la falta de durabilidad y la mala resistencia al agua.

Las patentes US-1.813.387, 1.724.695 y 1.994.050 describen el uso de harina de soja para composiciones adhesivas. Sin embargo, los adhesivos de soja descritos en estas patentes presentan una vida útil relativamente corta y una mala resistencia al agua.

La proteína sanguínea se utilizó en el pasado para mejorar la durabilidad en agua de las composiciones adhesivas a base de proteína de soja. Sin embargo, la proteína sanguínea es cara y, generalmente, no es deseable utilizarla en productos de madera artificial o compuesta.

Las resinas adhesivas de fenol-formaldehído (PF) y urea-formaldehído (UF) se utilizan comúnmente en composiciones adhesivas para su uso con productos de madera compuesta. Los productos de madera compuesta fabricados con resinas de fenol-formaldehído y urea-formaldehído modificadas tienen una resistencia aceptable al agua y dominan el mercado de la madera compuesta para exteriores. Las resinas a base de urea-formaldehído dominan el mercado de madera para interiores, pero carecen de estabilidad hidrolítica a lo largo de la cadena principal polimérica. Esto hace que se liberen grandes cantidades de formaldehído libre de los productos terminados de madera compuesta.

En 1987, la Agencia de Protección Ambiental (EPA) clasificó el formaldehído como “Probablemente carcinógeno para el ser humano”. En junio de 2004, la Agencia Internacional para la Investigación sobre el Cáncer (IARC) clasificó el formaldehído como “Carcinógeno para el ser humano”. En junio de 2010, la EPA reclasificó el formaldehído como “Carcinógeno conocido para el ser humano”. Finalmente, en junio de 2011, el Departamento de Salud y Servicios Humanos de los Estados Unidos incluyó el formaldehído como un “Carcinógeno conocido para el ser humano” en su “Informe sobre carcinógenos” (ROC).

Como resultado de estas recientes “clasificaciones” carcinógenas del formaldehído, se han desarrollado varias normas nuevas y más estrictas relativas a las emisiones de paneles compuestos que limitan las emisiones de formaldehído de los productos compuestos; incluida la “Medida para el Control de Sustancias Tóxicas en el Aire (ATCM) para reducir las emisiones de formaldehído de productos de madera compuesta” de la Junta de Recursos del Aire de California (CARB) de 2007 y la norma nacional similar de 2010 “Normas de formaldehído para productos de madera compuesta” (S-1660).

Las patentes US- 7.060.798 y 7.252.735; las solicitudes de patente US 2008/0021187, 2008/0050602 y 2008/0292886 de Li et al. describen composiciones adhesivas para su uso en productos de madera artificial que usan proteínas, tales como proteína de soja, junto con polímeros de amina-epiclorohidrina (polímeros AE). Los productos de madera compuesta fabricados usando composiciones adhesivas que comprenden polímeros AE y proteína de soja tienen una mejor resistencia al agua en comparación con los productos de madera compuesta fabricados solo con proteína de soja. Sin embargo, las composiciones adhesivas que comprenden polímeros AE y proteínas generalmente deben utilizarse a niveles de pH en o cercanos a las condiciones neutras para proporcionar tiempos de vida útil razonables y esto frecuentemente limita el desdoblamiento de la proteína que se puede alcanzar en un sistema de este tipo. También, las composiciones adhesivas que utilizan proteínas y polímeros AE pueden producir o contener 1-cloro-2,3-propanodiol (CPD) y 1,3-dicloro-2-propanol (DCP) que son carcinógenos conocidos en ambos casos. A pesar de su éxito comercial, estos adhesivos de proteína/polímero AE todavía padecen una resistencia al agua y una fuerza de unión en seco apenas marginales. CN105542710 describe adhesivos para madera que comprenden harina de soja y triglicidil éter de glicerol.

60 **Resumen de la descripción de la invención**

La presente solicitud se refiere a una composición adhesiva para madera contrachapada que comprende una proteína y un poli(glicidil éter) tal como se define en las reivindicaciones. Además, la solicitud se refiere a métodos para fabricar composiciones adhesivas para madera, métodos para usar composiciones adhesivas para madera y productos de madera compuesta fabricados con composición adhesiva, que no forman parte de la invención reivindicada. Los

componentes de la composición adhesiva para madera típicamente se hacen reaccionar mediante el uso de calor y/o presión para formar un adhesivo curado. El curado se refiere a que se hace reaccionar una parte sustancial de los componentes de la composición para permitir que la composición se adhiera a sí misma y al sustrato de madera de manera más eficaz que la composición no curada. Se pueden utilizar otros mecanismos conocidos por un experto en la técnica para curar la composición, tales como la radiación (p. ej., luz ultravioleta, energía de microondas, etc.) u otros medios tales como la activación sónica.

La composición adhesiva para madera es típicamente una composición de base acuosa. No según la invención reivindicada, la composición adhesiva para madera puede usarse en la producción de productos de madera compuesta tales como madera contrachapada, tablero de partículas, tablero de fibras de densidad media ("MDF"), tablero de fibra de alta densidad ("HDF"), tablero de viruta orientada ("OSB"), material para suelos de madera artificial, combinaciones de los mismos y similares.

La proteína de la invención está contenida en harinas proteicas útiles para la invención, tales como harina de soja, harina de guisante, harina de trigo, harina de maíz, harina de avena, harina de cebada, harina de arroz, harina de linaza, harina de colza, harina de semillas de algodón, harina de pipas de girasol, harina de semillas de cártamo, harina de sorgo, harina de palma y mezclas de las mismas. La harina proteica que es adecuada para el uso en las composiciones adhesivas de la invención típicamente se obtiene retirando parte o la mayor parte del aceite de un grano de cereal o semilla oleaginosa de la que se deriva la harina, para producir un grano molido grueso residual que típicamente se muele en harina proteica fina. Típicamente, se usa hexano o algún otro disolvente orgánico para extraer la mayoría de los aceites no polares del material. Típicamente, la extracción se lleva a cabo sobre material triturado de grano de cereal o semillas oleaginosas. Los métodos de extrusión/extracción conocidos para el experto en la técnica del procesamiento de aceite vegetal también se pueden utilizar para reducir el contenido de aceite en la harina proteica. El nivel de aceite en las harinas proteicas, tales como la harina de soja, es típicamente inferior al 5 por ciento en peso, preferiblemente inferior al 3 por ciento en peso, más preferiblemente inferior al 2 por ciento en peso y, lo más preferiblemente, inferior al 1 por ciento en peso de la harina proteica.

Debido a su fácil disponibilidad y a sus altos niveles de proteína, la harina de soja es particularmente útil en la invención.

En aplicaciones de productos de madera compuesta donde es deseable un nivel de sólidos más alto o un nivel de viscosidad más bajo para el contenido de sólidos, pueden ser preferibles las harinas proteicas que presentan una viscosidad más baja para un contenido de sólidos dado. Los ejemplos de tales harinas proteicas incluyen harina de guisante, harina de trigo, harina de maíz, harina de avena, harina de cebada, harina de arroz, harina de linaza, harina de colza, harina de semillas de algodón, harina de pipas de girasol, harina de semillas de cártamo, harina de sorgo, harina de palma y mezclas de las mismas. Debido a su alto contenido de proteína, la harina de guisante (del 25 % en peso al 55 % en peso de proteína) es preferible para tales aplicaciones. Ejemplos de aplicaciones de uso final que se beneficiarán de viscosidades más bajas son los procesos de fabricación en los que el adhesivo típicamente se pulveriza sobre el sustrato de madera durante el proceso de fabricación, tales como los procesos de fabricación de: tablero de partículas, tablero de fibras de densidad media, tablero de fibra de alta densidad y tablero de viruta orientada.

La proteína contenida en la harina proteica, tal como la harina de soja, frecuentemente se desnaturaliza para mejorar la adhesión de la proteína a sí misma y al sustrato de madera y para mejorar la reacción de la proteína con el agente de reticulación. La desnaturalización se refiere al proceso mediante el cual se pierde la configuración y conformación "naturales" de la proteína debido a procesos químicos (ácidos, bases, agentes caotrópicos, hidrólisis, etc.) o físicos (calor, cizallamiento, etc.). Las propiedades de los materiales que contienen proteínas pueden variar con la cantidad de desnaturalización que se haya producido. Típicamente, se utiliza un agente alcalino en el método para producir las composiciones adhesivas.

Una ventaja de las composiciones adhesivas acuosas para madera de la invención es que se pueden curar eficazmente a pH más altos que las composiciones adhesivas fabricadas de polímeros AE y proteínas. Por ejemplo, las composiciones adhesivas acuosas para madera de la invención se pueden curar eficazmente a un pH de 8 a 13, preferiblemente de 9 a 12, y más preferiblemente de 9,5 a 11,5. En algunos casos, las composiciones adhesivas acuosas para madera de la invención se elevan a un pH superior a 11, por ejemplo, un pH superior a 12, cuando el tiempo de permanencia de la composición adhesiva al pH más alto antes de la aplicación a la madera no es excesivamente largo (p. ej., menos de 4 horas, preferiblemente menos de 2 horas).

El uso de pH más altos para las composiciones adhesivas acuosas para madera de la invención y los métodos para utilizar estas composiciones en la fabricación de productos de madera compuesta facilitan una mayor desnaturalización de las proteínas de las composiciones, lo que conducirá a un mejor rendimiento de los adhesivos para madera en la fabricación de productos de madera compuesta y a propiedades de rendimiento mejoradas de los productos de madera compuesta resultantes (p. ej., mayor resistencia a la humedad y mayor fuerza de unión en seco).

A un pH superior a 13, la viscosidad de la composición adhesiva a lo largo del tiempo aumentará significativamente y puede limitar la utilidad del adhesivo en la fabricación de productos de madera compuesta.

Descripción detallada de la exposición

- La presente invención se refiere a una composición adhesiva para madera contrachapada que comprende una proteína y un poli(glicidil éter) tal como se define en las reivindicaciones. No según la presente invención, la composición adhesiva para madera es para su uso en la producción de productos de madera compuesta tales como madera contrachapada, tableros de partículas, MDF, HDF, OSB, material para suelos de madera artificial, combinaciones de los mismos y similares.
- El componente proteico del adhesivo para madera de esta invención puede ser cualquier proteína derivada de una planta. No según la invención reivindicada, el componente proteico del adhesivo para madera de esta invención puede ser cualquier proteína derivada de fuentes microbianas o animales.
- El poli(glicidil éter) puede ser cualquier poli(glicidil éter).
- La proteína típicamente comprende del 80 % al 96 % del peso seco de la composición adhesiva para madera contrachapada, y el poli(glicidil éter) en la composición adhesiva para madera contrachapada comprende del 4 % al 20 % del peso seco de la composición adhesiva para madera contrachapada.
- Para esta invención, el peso seco se refiere a una medida de los componentes de la composición en ausencia de agua. Por ejemplo, si la proteína comprende el 50 % del peso seco de la composición adhesiva para madera, entonces la proteína constituye el 50 % de la composición restante después de excluir del cálculo cualquier agua presente en la composición.
- La relación de peso de proteína a poli(glicidil éter) es preferiblemente de 10,5:1 a 2,6:1, y en algunos casos de 8:1 a 3,1:1.
- La composición adhesiva para madera de esta invención comprende preferiblemente un agente de desdoblamiento de proteínas. Se puede utilizar cualquier agente de desdoblamiento de proteínas conocido. Los agentes de desdoblamiento típicos incluyen, aunque no de forma limitativa, ácidos o bases, detergentes aniónicos, detergentes catiónicos y productos químicos que contienen grupos amino, tales como urea y guanidina. Lo más preferiblemente, se usan bases como agente de desdoblamiento de elección.
- Se pueden añadir a la composición agentes humectantes, tales como sulfito de sodio y bisulfito de sodio. Los agentes humectantes típicamente mejoran la interacción de la proteína con los agentes de desdoblamiento y acortan el tiempo que tarda la composición en alcanzar la viscosidad deseada.
- La composición adhesiva para madera contrachapada de esta invención también puede comprender un agente plastificante. Se puede usar cualquier agente plastificante conocido. Los agentes plastificantes típicos utilizados incluyen glicerol, propilenglicol, etilenglicol, derivados alquílicos y arílicos de glicerol, propilenglicol o etilenglicol, azúcares de carbohidratos y polioles, tales como glucosa, fructosa, sorbitol, isosorbida, maltitol, manitol y eritritol. También pueden usarse oligómeros y polímeros de cualquiera de los monómeros enumerados anteriormente, tales como poligliceroles, polietilenglicol (PEG), polipropilenglicoles (PPG), jarabes de glucosa, maltodextrinas, dextrinas, almidones modificados y mezclas de los mismos. También se pueden usar como plastificantes otros compuestos hidroxilados no volátiles.
- La proteína:
- La proteína de esta exposición puede estar en cualquier forma. Por ejemplo, la proteína puede ser grano molido grueso proteico, una harina proteica, un concentrado proteico, un aislado proteico y mezclas de los mismos. La proteína de la invención reivindicada está en forma de harina.
- Se utiliza una proteína vegetal. La proteína vegetal se deriva preferiblemente de semillas de plantas. Por ejemplo, la proteína vegetal puede derivarse de granos de cereales y semillas oleaginosas tales como maíz, avena, trigo, cebada, arroz, guisantes, soja, linaza, colza, semillas de algodón, pipas de girasol, semillas de cártamo, sorgo, palma y mezclas de los mismos. Debido a su fácil disponibilidad y a su alto contenido en proteínas, la proteína se deriva más preferiblemente de soja o guisantes.
- Debido a su fácil disponibilidad, su coste relativamente bajo y la facilidad con la que se puede usar para formar una composición adhesiva homogénea, la proteína vegetal derivada de semillas de plantas está en forma de harina proteica. La harina de soja o la harina de guisante son más preferidas. Incluso más preferiblemente, debido a su amplia disponibilidad, se utiliza harina de soja.
- El índice de dispersabilidad de la proteína (IDP) es una medida de la capacidad de una harina proteica para solubilizarse en solución acuosa. El IDP se determina según el procedimiento Ba 10a-05 de la AOCS.

El IDP generalmente es una indicación de la cantidad de desnaturalización de la proteína en la harina proteica y, frecuentemente, está relacionado con la solubilidad de la proteína, donde cuanto mayor es el IDP, menos desnaturalizada está la proteína y mayor es la solubilidad de la proteína. Por ejemplo, la harina de soja preparada a partir de copos de soja típicos preparados sin o con poco calentamiento añadido tendrá un valor de IDP superior a 85, y las proteínas de la harina preparada a partir de dichos copos se pueden caracterizar por tener una baja prevalencia de proteínas desnaturalizadas. La disminución de los valores de IDP se asocia con una prevalencia creciente de proteína desnaturalizada. En el caso de la harina de soja, además de la solubilidad a pH neutro, la viscosidad, el color y el grado de modificación de la lisina varían con el valor del IDP.

Las tres calidades de harinas de soja comúnmente disponibles son 90 IDP (sin tostar), 70 IDP (levemente tostadas) y 20 IDP (muy tostadas). El IDP de la harina proteica típicamente es de 95 a 10, preferiblemente de 90 a 20, más preferiblemente de 85 a 40. Y, en algunos casos, de 90 a 70. Pueden ser deseables harinas proteicas con diferentes IDP para modificar la reología, la adherencia o muchos de los diversos parámetros del proceso utilizados en la fabricación de productos compuestos de madera, tales como la capacidad de pulverizar, aplicar con rodillo o formar una cortina para aplicarla al sustrato de madera. Para la composición adhesiva final de la invención, generalmente, una harina proteica que comience con un IDP más bajo proporcionará una composición de mayor viscosidad que una harina proteica que comience con un IDP más alto al mismo nivel de incorporación de sólidos.

En un aspecto, se utiliza una mezcla de una harina proteica con un IDP relativamente alto (es decir, 60 a 90) con una harina proteica con un IDP relativamente bajo (es decir, 10 a 40). Por ejemplo, una harina proteica que comprende una mezcla del 10 % en peso al 90 % en peso de harina proteica que tiene un IDP de 10 a 40 y del 90 % en peso al 10 % en peso de harina proteica que tiene un IDP de 65 a 90. Preferiblemente, la harina proteica comprende harina de soja. Y, más preferiblemente, la mezcla comprende del 20 % en peso al 80 % en peso (por ejemplo, del 40 % en peso al 60 % en peso) de harina de soja que tiene un IDP de 15 a 30 y del 80 % en peso al 20 % en peso (por ejemplo, del 60 % en peso al 40 % en peso) de harina de soja que tiene un IDP de 70 a 85.

La harina proteica en la composición adhesiva para madera contrachapada comprende del 80 % al 96 % del peso seco de la composición adhesiva para madera contrachapada, y el poli(glicidil éter) comprende del 4 % al 20 % del peso seco de la composición adhesiva para madera contrachapada. Más preferiblemente, la harina proteica en la composición adhesiva para madera contrachapada comprende del 86 % al 95 % del peso seco de la composición adhesiva para madera, y el poli(glicidil éter) comprende del 5 % al 14 % del peso seco de la composición adhesiva para madera. Para las composiciones adhesivas fabricadas con harina proteica, la relación de peso entre proteína y poli(glicidil éter) típicamente es de 95:5 a 1:1, preferiblemente de 10,5:1 a 2,6:1, y en algunos casos de 8:1 a 3,1:1. Preferiblemente, la harina proteica es una harina de soja y/o harina de guisante que comprende del 45 % en peso al 60 % en peso de proteína.

Típicamente, el aceite residual en la harina proteica es inferior al 5 por ciento en peso, preferiblemente inferior al 3 por ciento en peso, más preferiblemente inferior al 2 por ciento en peso y lo más preferiblemente inferior al 1 por ciento en peso. En el caso de la soja, la harina que se ha tratado para reducir la cantidad de exceso de aceite residual se denomina típicamente “harina de soja”.

La harina proteica típicamente tiene entre 20 y 80 por ciento en peso de proteína, preferiblemente del 25 al 75 por ciento en peso de proteína, y más preferiblemente del 35 al 60 por ciento en peso de proteína. La harina de soja típicamente tiene del 45 al 55 por ciento en peso de proteína. La harina de guisante con alto contenido proteico, a veces denominada en la técnica de harinas proteicas “harina de guisante modificada”, típicamente tiene un contenido de proteína de entre el 45 y el 60 por ciento en peso de proteína.

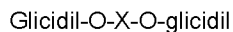
La harina proteica molida (tal como la harina de soja) también se puede identificar por el tamaño promedio de las partículas de harina, que se expresa en términos de su tamaño de malla de molienda y frecuentemente se combina con el IDP de proteína. Por ejemplo, una harina de soja 100/90 es una harina de soja molida en la que el 95 % de la harina pasa a través de una malla de 100 y tiene un índice de dispersabilidad de la proteína de 90. Una harina proteica de soja 200/20, por otro lado, indica que el 95 % de la harina pasa a través de una malla de 200, pero solo tiene un IDP de 20. El menor valor del IDP es indicativo de un mayor nivel de tratamiento térmico durante la fabricación de la harina. El tamaño de malla de la harina de soja utilizada en la invención típicamente es de 10 a 500, preferiblemente de 50 a 300, y más preferiblemente de 100 a 200.

Además de la desnaturalización que puede producirse durante el procesamiento de las harinas vegetales (como lo indica un valor de IDP más bajo), durante la formación, manipulación o uso de una composición adhesiva acuosa para madera, las proteínas pueden sufrir una desnaturalización por desdoblamiento del polímero proteico. Esto puede ocurrir debido al calentamiento durante la formación o el uso de la composición adhesiva acuosa para madera. La desnaturalización de los polímeros proteicos dispersos en agua también puede producirse debido a condiciones de pH alto y bajo, altas concentraciones de sal y mediante el uso de agentes de desdoblamiento para desnaturalizar las proteínas. La desnaturalización de las proteínas típicamente aumenta la viscosidad de la composición adhesiva acuosa para madera por encima de la viscosidad que se produciría sin la desnaturalización. Se cree que esta desnaturalización a través del desdoblamiento del polímero proteico dará como resultado un producto de madera compuesta totalmente curado que tenga una mayor resistencia al agua que un producto de madera compuesta

totalmente curado que esté fabricado con una composición adhesiva acuosa para madera que no sufra esta desnaturalización adicional.

El Poli(Glicidil éter):

La composición adhesiva para madera de esta invención comprende un poli(glicidil éter) que puede reaccionar con la proteína para formar un adhesivo curado. El poli(glicidil éter) se caracteriza por tener dos o más grupos colgantes de epóxido de metileno (un grupo glicidilo) en el carbono base, como se muestra a continuación:



en donde O es oxígeno, -O-glicidil es un grupo glicidil éter; y

en donde X puede ser un alquilo, cicloalquilo, alqueno, arilo, éter, éster; o un alquilo, cicloalquilo, alqueno, arilo, éter, poliéter, éster o poliéster sustituido con uno o más grupos glicidil éter y mezclas de los mismos.

Típicamente, X tiene al menos 2 carbonos en una cadena principal. Preferiblemente, X tiene de 2 a 30 carbonos en una cadena principal, más preferiblemente de 2 a 6 carbonos en una cadena principal, y aún más preferiblemente de 4 a 6 carbonos en una cadena principal. El poli(glicidil éter) puede tener una estructura lineal, una estructura ramificada o una estructura dendrítica. Los ejemplos de poli(glicidil éter) útiles para la invención incluyen: diglicidil éter de polipropileno, diglicidil éter de dipropileno, triglicidil éter de trimetiloetano, triglicidil éter de trimetilolpropano, diglicidil éter de 1,4-butanodiol, diglicidil éter de neopentilglicol, diglicidil éter de 1,6-hexanodiol, diglicidil éter de ciclohexanodimetanol, triepóxido de poliglicol y mezclas de los mismos. El poli(glicidil éter) típicamente tiene un peso molecular de menos de 3.000 daltons, y preferiblemente un peso molecular de menos de 1.000 daltons. Preferiblemente, el poli(glicidil éter) tiene un peso molecular de al menos 174 daltons. Preferiblemente, se utiliza diglicidil éter de neopentilglicol.

Reacción de poli(glicidil éter) y proteína:

La reacción del poli(glicidil éter) y la proteína típicamente tiene lugar después de que la composición adhesiva acuosa para madera se haya aplicado a las superficies de madera que se desea adherir. Se prefiere reducir las reacciones químicas que tienen lugar entre la proteína y el poli(glicidil éter) antes de que la composición adhesiva acuosa para madera entre en contacto con la madera. Las reacciones no deseables entre la proteína y el poli(glicidil éter) pueden conducir a un tiempo de permanencia útil escaso/ reducido (la "vida útil del adhesivo"), ya que la composición adhesiva puede retenerse en los tanques de adición química antes de su aplicación al sustrato de madera y pueden conducir a una disminución del rendimiento del adhesivo. Sorprendente e inesperadamente, los inventores han descubierto que la composición adhesiva de la invención tiene una vida útil del adhesivo significativamente mayor que las composiciones adhesivas fabricadas con proteína vegetal, tal como proteína de soja, y polímeros AE al mismo pH.

Típicamente, se incluye un agente activador de pH básico dentro de la composición adhesiva para madera para mejorar la reacción de la proteína y el glicidil éter durante el curado del producto de madera compuesta. El poli(glicidil éter) y la proteína, una vez curados, forman una red polimérica reticulada que adhiere las superficies de la madera del producto compuesto entre sí. El pH de la composición adhesiva para madera es de 9 a 12, y más preferiblemente de 9,5 a 11,5 durante o inmediatamente antes o durante la etapa de curado. En algunos casos, las composiciones adhesivas acuosas para madera presentan un pH superior a 11, por ejemplo, un pH superior a 12 inmediatamente antes o durante la etapa de curado cuando la vida útil del adhesivo no es excesivamente larga (p. ej., menos de 4 horas, preferiblemente menos de 2 horas). El agente activador básico puede estar en forma seca o líquida, y puede contener sales de metales alcalinotérreos tales como óxidos, hidróxidos, carbonatos, fosfatos, sulfatos, silicato de sodio, mezclas de los mismos y similares. El agente activador básico también puede ser reactivos amínicos tales como amoniaco, aminas primarias, aminas secundarias, aminas terciarias, mezclas de las mismas. Se prefiere elevar el pH de la composición adhesiva para madera desde un pH 9 hasta aproximadamente un pH 12 para activar la reticulación de la proteína durante el curado. Más preferiblemente, el pH de la composición adhesiva para madera se eleva entre un pH de 9,5 y un pH de 11,5. La base se puede añadir al adhesivo para madera en cualquier etapa del proceso, incluso antes, durante o después de aplicarse al sustrato de madera. Preferiblemente, la base se añade a la composición adhesiva para madera antes de que la composición adhesiva se aplique a la madera. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que la adición de la base antes de aplicar la composición adhesiva para madera a la madera facilita la desnaturalización de la proteína antes de que reaccione con el poli(glicidil éter).

En un aspecto, la proteína (tal como la harina proteica) y el poli(glicidil éter) se pueden mezclar entre sí antes de añadir la base. En un aspecto, la proteína (tal como la harina proteica) y el poli(glicidil éter) se pueden premezclar, añadiendo la base justo antes de aplicarse al sustrato de madera. Por ejemplo, la base se puede añadir a la proteína premezclada (tal como una harina proteica) y al poli(glicidil éter) en un aparato de mezcla justo antes de aplicar la composición adhesiva para madera al sustrato de madera. En un aspecto, la proteína y el poli(glicidil éter) se mezclan (opcionalmente con un agente humectante tal como el metabisulfito de sodio) al menos dos horas antes de añadir la base (por ejemplo, al menos 4, 8, 12, 18 o 24 horas antes de añadir la base). Los ejemplos de aparatos de mezcla

incluyen tanques de mezcla y mezcladores en línea. En otro aspecto, la proteína premezclada y el poli(glicidil éter) se pueden aplicar al sustrato de madera, pulverizándose posteriormente la base sobre el sustrato de madera recubierto.

El curado de la madera y la composición adhesiva para madera para formar el producto de madera compuesta típicamente se lleva a cabo mediante calentamiento con la adición de presión si se desea para garantizar que la composición adhesiva para madera penetre dentro de las estructuras porosas de la madera. Típicamente, se aplica una temperatura de desde 80 °C hasta 165 °C y se aplican presiones de 50 a 300 psi a los materiales durante el curado.

Si se utiliza un agente de desdoblamiento además de la base, tal como detergentes aniónicos, detergentes catiónicos, sales, urea y guanidina, se puede mezclar con la proteína antes del calentamiento y antes de la adición de un agente activador de pH básico. La mezcla de proteína/agente de desdoblamiento típicamente se agita en presencia de calor añadido para mejorar la desnaturalización de la proteína. Como se indicó anteriormente, la adición de un agente de desdoblamiento puede aumentar la viscosidad de la composición a medida que la proteína se desnaturaliza. Si se incluye un agente plastificante dentro de la composición adhesiva para madera, típicamente se añade al final del proceso de mezcla del adhesivo, pero se puede añadir en cualquier momento durante el proceso, incluso antes, durante o después de la aplicación a la madera.

El adhesivo para madera de esta invención también puede comprender un agente reductor de la viscosidad. Los agentes reductores de la viscosidad incluyen agentes humectantes, tales como bisulfito de sodio y sulfito de sodio. También se pueden añadir almidones modificados tales como maltodextrinas y dextrinas para reducir la viscosidad global de la composición. De forma adicional, se pueden añadir enzimas de proteasas para reducir el peso molecular de la proteína y reducir de este modo la viscosidad de la proteína.

Fabricación de productos de madera compuesta:

En un proceso típico para producir una composición adhesiva para madera para su uso como adhesivo para madera contrachapada, un polvo de proteína seca o una harina proteica, tal como una harina de soja de 20 a 90 IDP (y mezclas de harinas de soja que tienen diferentes valores de IDP), por ejemplo, una harina de soja con un IDP de 70 a 90, se dispersa en agua a una temperatura de entre 15 y 25 °C con una mezcla suficiente para producir una dispersión proteica homogénea con un porcentaje de peso de sólidos objetivo para alcanzar la viscosidad deseada de la composición adhesiva final para madera que se va a aplicar a la madera (como se explica más adelante). Típicamente, la composición adhesiva para madera comprende típicamente del 20 por ciento en peso al 60 por ciento en peso de sólidos secos, preferiblemente del 30 por ciento en peso al 50 por ciento en peso de sólidos secos, y más preferiblemente del 30 por ciento en peso al 40 por ciento en peso de sólidos secos en las composiciones adhesivas para madera útiles para la fabricación de madera contrachapada (por ejemplo, del 32 por ciento en peso al 37 por ciento en peso de sólidos secos en la composición adhesiva para madera), y del 40 por ciento en peso al 55 por ciento en peso de sólidos secos en la composición adhesiva para madera para MDF, HDF, tableros de partículas y OSB. La proporción de la composición adhesiva para madera que no se considera como sólidos secos es agua.

Opcionalmente, se añade un agente reductor de la viscosidad tal como bisulfito de sodio o sulfito de sodio. Típicamente del 0,1 % al 1,0 % en peso de sulfito de sodio seco basado en el peso seco de la harina de soja. Opcionalmente, se puede añadir un desespumante para controlar la generación de espuma durante el proceso de mezcla. Después de aproximadamente 5 a 10 minutos de mezcla, el bisulfito o sulfito típicamente ha reaccionado de manera suficiente con la proteína como para reducir la viscosidad de la dispersión. Opcionalmente, se puede añadir un agente plastificante, tal como glicerol, junto con un agente de desdoblamiento de proteínas, tal como urea. Los niveles de adición típicos del agente plastificante y el agente de desdoblamiento de proteínas pueden ser de aproximadamente el 10 % en peso del peso seco de la harina de soja más el agente plastificante y el agente de desdoblamiento, si están presentes, para cada componente. Después de mezclar para producir una formulación completamente dispersa, se añade un agente de reticulación de poli(glicidil éter). Por ejemplo, en la fabricación de madera contrachapada multicapa, se puede añadir poli(glicidil éter) (tal como diglicidil éter de neopentilglicol, diglicidil éter de 1,4-butanodiol, triglicidil éter de trimetilolpropano y otros di- y triglicidil éteres) para obtener una composición adhesiva para madera que tenga desde 4 partes en peso seco de sólidos hasta 20 partes en peso seco de sólidos del agente de reticulación para 100 partes en peso seco de sólidos de la harina proteica que contiene un 52 por ciento en peso de proteína. La mezcla continúa hasta que se alcanza una distribución uniforme del agente de reticulación en la harina proteica. En este punto, el pH de la composición adhesiva para madera se puede ajustar por encima de 8 con un agente activador básico. Opcionalmente, el agente activador básico puede añadirse a la harina proteica seca antes de formularla en una dispersión con agua para simplificar la etapa de ajuste del pH. Por ejemplo, se puede añadir óxido de magnesio u óxido de calcio seco a una harina proteica seca y mezclar a fondo en una relación suficiente para que, cuando la mezcla de óxido de proteína se disperse en agua, el pH de la formulación se eleve por encima de pH 8. Una relación de mezcla típica sería, por ejemplo, 10 partes en peso de la harina proteica (que contiene un 52 por ciento en peso de proteína) por 1 parte del óxido. En otro aspecto, el poli(glicidil éter) se añade antes o durante la dispersión de la proteína en el agua.

Alternativamente, el agente activador básico puede añadirse al agua antes de añadir la harina proteica al agua. Los demás componentes utilizados en la composición adhesiva para madera de la invención se añaden simultáneamente con la harina proteica o después de que la harina proteica se haya dispersado en el agua.

5 Cuando los componentes deseados de la composición adhesiva para madera estén mezclados de manera suficiente y se haya alcanzado el pH deseado de la formulación, el adhesivo para madera está listo para su aplicación a un producto de madera. Es importante que la composición adhesiva para madera tenga una viscosidad que permita una aplicación adecuada a la madera. En la fabricación de madera contrachapada, por ejemplo, una composición adhesiva para madera preferible de esta invención tendrá una viscosidad que varía de aproximadamente 20.000 cPs a
10 aproximadamente 200.000 cPs (Brookfield a 10 rpm) a una temperatura de 80 °F. Más preferiblemente, la viscosidad oscilaría entre aproximadamente 30.000 cPs y aproximadamente 150.000 cPs a 80 °F. Lo más preferiblemente, la viscosidad oscilaría entre aproximadamente 50.000 cPs y aproximadamente 100.000 cPs a 80 °F. Los paneles de madera contrachapada se fabrican usando las composiciones adhesivas para madera de esta invención aplicando el adhesivo a las capas de madera utilizando cualquiera de los diversos procesos comerciales; incluidos los recubridores de rodillo, los recubridores de cortina y los recubridores por pulverización. El panel de madera contrachapada ensamblado se somete después a un proceso de prensado en frío y/o en caliente para completar la transferencia del adhesivo y el curado, para formar una unión duradera de madera. Los tiempos de prensado para producir el producto final de madera contrachapada típicamente pueden oscilar entre unos pocos segundos y varios minutos, dependiendo de la temperatura de la prensa y del grosor del panel que se está prensando. Las temperaturas de la prensa típicamente pueden oscilar entre la temperatura ambiente y 165 °C. Las presiones de la prensa típicamente pueden oscilar entre aproximadamente 25 psi y 200 psi, más preferiblemente entre aproximadamente 50 y 175 psi, y lo más preferiblemente entre aproximadamente 75 y 150 psi. Las temperaturas y presiones de prensado utilizadas variarán basándose en el pH final de la composición adhesiva para madera, la proteína y el poli(glicidil éter) utilizados, el tipo de madera utilizado, el contenido de humedad de la madera y el grosor total del producto compuesto de madera.
25 Alcanzar una temperatura en la mitad del producto (es decir, típicamente en forma de panel) de 90 °C a 105 °C durante 30 a 60 segundos es generalmente suficiente para curar el adhesivo y alcanzar las propiedades deseadas del panel.

30 Cuando el producto de madera compuesta comprende madera contrachapada de múltiples capas, las chapas utilizadas para fabricar la madera contrachapada típicamente tendrán niveles de humedad del 2 al 12 por ciento en peso de humedad. En algunos aspectos, es preferible que las chapas utilizadas para fabricar la madera contrachapada tengan de 5 a 10 por ciento en peso de humedad, preferiblemente de 7 a 9 por ciento en peso de humedad, y más preferiblemente de 6 a 9 por ciento en peso de humedad. Se cree que estos niveles de humedad mejorarán la capacidad de la madera contrachapada multicapa curada acabada para superar los requisitos del ensayo de remojo. Esto puede ser especialmente beneficioso al unir dos capas de abeto entre sí.

35 También se pueden producir otros productos de madera compuesta, tales como tablero de partículas (PB) o tablero de fibras de densidad media (MDF), tablero de fibra de alta densidad (HDF), tablero de viruta orientada (OSB) usando las composiciones adhesivas para madera de esta invención. En cualquiera de esos productos, el adhesivo típicamente se aplicará a la fibra o partículas de madera usando cualquiera de los procesos de aplicación de adhesivo viables desde el punto de vista comercial, incluidos la pulverización, la mezcla por cizallamiento con paletas y la línea de soplado, y otros procesos conocidos en la técnica para formar una estera de madera impregnada con adhesivo. La estera de madera sin curar se comprime a continuación usando una prensa fría y, después, se coloca en una prensa caliente similarmente a la descrita anteriormente para la fabricación de madera contrachapada. También se puede usar una prensa continua. Las variaciones de la composición adhesiva para madera que se espera utilizar para fabricar paneles de productos de madera compuesta de este tipo serán típicamente de menor viscosidad (<20.000 cPs a 80 °F) (por ejemplo, menos de 10.000 cPs a 80 °F, y preferiblemente menos de 3.000 cPs a 80 °F) y mayores sólidos (>45 % de sólidos totales). Por ejemplo, la fuente de proteína preferida puede presentar un IDP más alto (p. ej., más de 85 IDP) y el poli(glicidil éter) típicamente tendrá un peso molecular inferior a 1.000 daltons y, en algunos casos, inferior a 500 daltons.

50 Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar la invención y para ayudar a un experto en la comprensión, fabricación y uso de la invención. Los ejemplos no pretenden en modo alguno limitar de cualquier otra manera el alcance de la invención.

55 Ejemplos

Los siguientes procedimientos de ensayo utilizados en la preparación y evaluación de las propiedades de las composiciones adhesivas para madera y su uso en la fabricación de paneles de madera contrachapada se proporcionan para los siguientes ejemplos.

60 Procedimientos de ensayo

Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera

65 Los siguientes procedimientos se utilizan para fabricar las composiciones adhesivas para madera utilizadas para fabricar las muestras de madera contrachapada de 2 y 3 capas que se exponen a continuación. A un vaso de

precipitados de acero inoxidable de 500 ml se añaden 189,0 g de agua desionizada junto con 2 gotas de un desespumante a base de polietoxilato comercializado por Hydrite Chemicals, con la designación de producto MCA 270. Se añaden 0,8 g de sulfito de sodio y el vaso de precipitados se sujeta en su lugar y se le coloca un agitador y una mezcladora superior. La agitación se inicia a una velocidad de aproximadamente 500 revoluciones por minuto ("rpm") y 110,5 g de harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (5 % de humedad) u otra proteína, tal como se indica en los ejemplos, se añaden lentamente al agua. La mezcla se continúa durante 10 minutos hasta que se alcanza una dispersión uniforme de harina de soja al 35 % en peso de sólidos totales. Una vez que se obtiene una dispersión uniforme de harina de soja, la velocidad de mezcla se reduce a 100 rpm y se mantiene durante el resto del estudio. Opcionalmente, se añaden plastificantes y agentes de desdoblamiento en este punto, si se indica para el ejemplo particular. El pH de la formulación se eleva al pH indicado en los ejemplos mediante la adición de una solución acuosa de hidróxido de sodio a aproximadamente el 25 %. A la dispersión de harina de soja con pH ajustado se añade un poli(glicidil éter) o un agente de reticulación, tal como un polímero AE, al nivel indicado en los ejemplos. Después de mezclar durante un mínimo de 10 minutos, la dispersión del material está lista para su uso en los productos de madera. Preferiblemente, el material se agitará continuamente antes de su uso para mantener una dispersión homogénea de poli(glicidil éter), harina de soja y otros aditivos. Como se indica en los ejemplos, el poli(glicidil éter) se puede añadir antes o después de ajustar el pH. Si se añade después de ajustar el pH, se puede aplicar un ajuste de pH adicional. El ensayo de la Fase 3 se lleva a cabo con el pH ajustado después de añadir el poli(glicidil éter).

Mediciones de la viscosidad

Para los siguientes ejemplos, las Mediciones de la viscosidad se realizan a 75 °F (salvo que se indique lo contrario) en un viscosímetro Brookfield modelo RV DV-II+ (Brookfield Engineering, Middleboro, MA) utilizando el husillo estándar n.º 6 a 10 rpm. Se cree que la viscosidad medida a 75 °F sería levemente superior a las mediciones (menos de un 10 % mayor) que la viscosidad medida a 80 °F. Las lecturas de viscosidad se toman 10 segundos después de que comience la rotación del husillo para garantizar que se emplee un procedimiento de medición preciso y uniforme. Se pueden utilizar otros husillos si la viscosidad es <20.000 o superior a 100.000, pero la velocidad debe ser siempre de 10 rpm para mantener una velocidad de cizallamiento constante.

Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la fase 1

Se utilizan muestras de madera contrachapada de dos capas fabricadas con depresores de lengua de abedul para determinar las propiedades de resistencia en seco y resistencia en húmedo de las composiciones adhesivas para madera para la evaluación de la Fase 1. Se utilizan depresores de lengua de abedul estándar de 6 pulgadas (15 cm) por 5/8 pulgadas (17 mm) por 1/16 pulgadas de grosor comercializados por Crosstex International, Inc. de Hauppauge, Nueva York, para fabricar muestras de madera contrachapada de dos capas. Se cortan tiras de dos pulgadas de estos depresores para las capas superiores. Para la capa inferior, se corta un depresor de lengua por la mitad. Las dos mitades coincidentes de la capa inferior se vuelven a ensamblar en una lámina de papel secante y a esta se le aplica la tira de la capa superior de dos pulgadas que contiene el adhesivo para madera en una sola superficie. El panel superior se centra y se presiona en su lugar sobre la capa inferior justamente entre el corte del panel inferior para crear una unión solapada. Se centra una placa de metal en la parte superior de las muestras de madera ensambladas, tres muestras para la evaluación de la resistencia en seco y cinco muestras para la evaluación de la resistencia en húmedo, y se coloca un peso de 6 kg sobre la placa de metal durante un período de tiempo de reposo de 10 minutos. El prensado en frío posterior de las muestras de laminado de madera se realiza en una prensa manual TAPPI estándar (Noram press, Lorentzen & Wettre, Pointe Claire, Quebec, Canadá) a un ajuste de presión de entrada de 70 psi (200 psi aplicado a las muestras de madera contrachapada) y a temperatura ambiente. La primera configuración de prensado se usa para el ciclo de prensado en frío, que presiona durante 5,5 minutos. El ciclo de prensado en caliente se realiza en una prensa en caliente de doble placa de calentamiento fabricada de forma independiente con un ajuste de presión de entrada de 200 psi a las placas de prensado (60 psi aplicado a las muestras de madera contrachapada). Las placas tienen una temperatura controlada y el ajuste de temperatura de la prensa en caliente se controla a 125 °C para las placas superiores e inferiores. El tiempo del ciclo de prensado en caliente es de 5 minutos. Las muestras prensadas de 2 capas se dejan equilibrar de 14 a 20 horas en condiciones ambientales de laboratorio antes del ensayo.

El rendimiento de resistencia en seco de las muestras de madera contrachapada de 2 capas resultantes se mide en un sistema de ensayo de tracción Instron modelo 5943 equipado con un cabezal de ensayo de 1 kN. Los bordes longitudinales inferiores de la capa inferior se sujetan al sistema de ensayo de tracción Instron y los cabezales se separan a una velocidad de 25 mm por minuto hasta que se produce la rotura de la muestra de dos capas. Las tres muestras de dos capas se miden para determinar la fuerza de tracción pico alcanzada, y los resultados de cada muestra se promedian para obtener los resultados de la fuerza de tracción en seco para el adhesivo particular utilizado.

Para evaluar la resistencia en húmedo de la Fase 1, se calienta un baño de agua a al menos 95 °C y las muestras de madera contrachapada de dos capas se añaden al baño de agua hirviendo y se remojan durante 1 hora. Las muestras se retiran cuidadosamente del agua caliente y se colocan sobre una toalla para su enfriamiento y para retirar el exceso de agua. Tras enfriar a temperatura ambiente durante un período no superior a 5 minutos, la capa inferior de las muestras de madera contrachapada de 2 capas se sujeta con una pinza al sistema de ensayo de tracción Instron modelo 5943 equipado con un cabezal de ensayo de 1 kN, tal como se describe anteriormente, y se tira de ella a una velocidad de 25 mm por minuto hasta que se produce la rotura. Las cinco muestras de madera contrachapada de 2

capas se miden para determinar la fuerza de tracción pico alcanzada, y los resultados se promedian para obtener la fuerza de tracción en húmedo para el adhesivo particular utilizado.

Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la fase 2

Se utilizan chapas de abeto de cuatro pulgadas por cuatro pulgadas de 1/8 de pulgada de grosor para construir muestras de madera contrachapada de 3 capas, como se describe a continuación. Se aplican de dos a tres gramos de las composiciones adhesivas para madera preparadas expuestas en los ejemplos a una capa de abeto que se va a usar en la parte inferior de las muestras de madera contrachapada de 3 capas y el adhesivo para madera preparado indicado en los ejemplos se extiende para cubrir de forma uniforme la superficie de la capa de abeto usando un rodillo manual de caucho. Típicamente, se aplican de 1,5 a 2 gramos de una composición adhesiva para madera a cada línea de unión entre las capas. La capa central de abeto está centrada en la parte superior de la capa inferior, siendo la veta de la madera de la capa central perpendicular a la veta de la madera de la capa inferior. La composición adhesiva para madera adicional, como se indica en los ejemplos, se extiende para cubrir de forma uniforme la superficie superior de la capa central usando un rodillo de caucho. La capa superior de abeto está centrada sobre la superficie superior de la capa central, siendo la veta de la madera de la capa central perpendicular a la veta de madera de la parte superior de la capa central. Se coloca una placa de metal en la pila de muestra de 3 capas junto con un peso de 6 kg durante un período de tiempo de 10 minutos. Esto es para simular un procedimiento comercial de “tiempo de espera”.

El prensado en frío de la Fase 2 de las muestras de madera contrachapada de 3 capas se realiza en una prensa manual TAPPI estándar (Noram press, Lorentzen & Wettre, Pointe Claire, Quebec, Canadá) a un ajuste de presión de entrada de 70 psi (163 psi aplicado a la muestra de madera contrachapada) y a temperatura ambiente. La primera configuración de prensado se usa para el ciclo de prensado en frío, que presiona durante 5,5 minutos. El prensado en caliente de las muestras de madera contrachapada de tres capas se realiza en una prensa en caliente de doble placa de calentamiento fabricada de forma independiente con un ajuste de presión de entrada de 200 psi (49 psi aplicado a la muestra de madera contrachapada) a las placas de prensado. Las placas tienen una temperatura controlada y el ajuste de temperatura de la prensa en caliente se controla a 125 °C para las placas superiores e inferiores. El tiempo del ciclo de prensado en caliente es de 10 minutos. Las muestras prensadas de madera contrachapada de 3 capas se dejan equilibrar de 14 a 18 horas en condiciones ambientales de laboratorio antes del ensayo.

Las muestras de madera contrachapada curada en tres capas de la Fase 2 se someten al método establecido en el ensayo de remojo en tres ciclos ANSI/HPVA HP-1-2000 (sección 4.6) para evaluar la estabilidad del adhesivo para madera en agua, con la excepción de que las muestras de madera contrachapada eran de 4 pulgadas por 4 pulgadas en lugar de las muestras de madera contrachapada de dos por cinco pulgadas exigidas en el método. Después del tercer ciclo de remojo y secado, se realiza una evaluación de la delaminación midiendo el área total de delaminación entre cada capa (cm^2 o pulgadas^2), dividiendo este número por el área total de la línea de encolado de las muestras de madera contrachapada de tres capas curadas y multiplicándolo por 100. Esto proporciona una evaluación cuantitativa del % de delaminación para cada muestra de madera contrachapada de tres capas curada.

Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la fase 3

Se utilizan chapas de madera de doce pulgadas por doce pulgadas para construir muestras de madera contrachapada de 5 capas, como se describe a continuación. Las tres capas centrales de las muestras de madera contrachapada de 5 capas son de abeto de 1/6 pulgadas o 1/10 pulgadas, mientras que las chapas utilizadas para la capa superior e inferior son de arce y roble de 1/40 pulgadas, y se ensamblan como se muestra en la configuración que se muestra en la Tabla 1:

Tabla 1

Ensamblaje de madera contrachapada		
Tipo de madera	Grietas de debobinado	Grosor (pulgadas)
Arce	Hacia abajo	1/40
Abeto	Hacia abajo	1/10
Abeto	Hacia abajo	1/6
Abeto	Hacia abajo	1/10
Roble	Hacia arriba	1/40
	Total (pulgadas)	0,42

Las composiciones adhesivas para madera se aplican con un rodillo de caucho para depositar la cantidad de composición adhesiva para madera que se indica en la Tabla 2 en la parte superior e inferior de la segunda y cuarta capas (es decir, las capas de abeto de 1/10 pulgadas de grosor) para simular una máquina de recubrimiento de rodillo comercial. El período de tiempo de reposo, el período de tiempo de ensamblaje (indicado como tiempo “abierto”), el tiempo del ciclo de prensado en frío, la temperatura de prensado en frío y la presión del prensado en frío, y el tiempo del ciclo de prensado en caliente, la temperatura de prensado en caliente y la presión del prensado en caliente son los que se exponen en la Tabla 2.

Tabla 2

Parámetros del proceso de madera contrachapada	
Adhesivo para madera aplicado (g/ft ²)	21-29
Período de tiempo abierto (min)	9-12
Período de tiempo de reposo (min)	10
Temperatura de prensado en frío (°C)	Temperatura ambiental
Tiempo del ciclo de prensado en frío (min)	5
Presión de prensado en frío aplicada (psi)	100
Temperatura de prensado en caliente (°F)	215-235
Tiempo del ciclo de prensado en caliente (min)	2,5-5,0
Presión de prensado en caliente aplicada (psi)	135

El período de reposo es de 10 minutos y durante este período se aplica un peso de 10 libras a la pila de madera para simular el peso de una pila. El ciclo de prensado en frío de la Fase 3 se realiza en una prensa Carver de 12 toneladas (Carver, Inc., Wabash, IN) ajustada a una presión de 100 psi en los paneles de madera a una temperatura de 70 a 73 °F. El tiempo del ciclo de prensado en frío es de 5 minutos. El ciclo de prensado en caliente de la Fase 3 se realiza en una prensa en caliente Carver de 12 toneladas (Carver, Inc., Wabash, IN) ajustada a una temperatura de 215 a 235 °F (102 a 113 °C) y una presión de 135 psi. El tiempo de ciclo de prensado en caliente varía entre 2,5 y 5 minutos como se expone en los ejemplos para evaluar la velocidad de curado de las composiciones adhesivas para madera. Tras el prensado en caliente, las muestras de madera contrachapada de 5 capas y 12 x 12 pulgadas se cortan en bloques de 2 x 5 pulgadas para un ensayo de remojo en tres ciclos según el método descrito en ANSI/HPVA HP-1-2000 (sección 4.6). Después del tercer ciclo de remojo y secado, se realiza una evaluación de la delaminación para determinar tanto una evaluación de superado/no superado según la norma y una medición del área de delaminación entre cada capa (cm² o pulgadas²), dividiendo este número por el área total de la línea de encolado del panel de madera contrachapada y multiplicándolo por 100 para determinar una evaluación cuantitativa del % de delaminación de las muestras de madera contrachapada de 5 capas curadas de los ejemplos.

Ejemplo 1

Evaluación de la tracción en seco y húmedo de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1

Ejemplo comparativo 1.1:

Se prepara una dispersión acuosa a temperatura ambiente de harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP comercializada por Cargill, Incorporated bajo la marca Prolia (52 % en peso de proteína) con un 35 % de sólidos, como se describe en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente. Se retiran pequeñas muestras que se aplican para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente.

Ejemplo comparativo 1.2:

Tras prensar y curar las muestras de madera contrachapada de 2 capas del Ejemplo comparativo 1.1, el pH de la dispersión de harina de soja restante, se ajusta a 10,5 con una solución de hidróxido de sodio al 25 %. La dispersión de harina de soja se deja mezclar durante 10 minutos y las muestras pequeñas se retiran y se aplican para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la sección Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1.

Ejemplo 1.1:

Tras prensar en caliente las muestras de madera contrachapada de 2 capas del Ejemplo comparativo 1.2, se añaden 11 g de diglicidil éter de neopentilglicol, comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68, a la dispersión de harina de soja restante y se deja mezclar durante 30 minutos. Se retiran pequeñas muestras que se aplican para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente.

Ejemplo 1.2:

Tras prensar en caliente las muestras de madera contrachapada de 2 capas del Ejemplo 1.1, se retiran pequeñas muestras adicionales de la composición adhesiva del Ejemplo 1.1 y se aplican para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas, como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1 anteriormente, pero con un adhesivo que tenía 1,5 horas adicionales de tiempo de mezcla durante el tiempo de mezcla de la muestra de adhesivo del Ejemplo 1.1.

Tras el prensado, las muestras de madera contrachapada de 2 capas del Ejemplo comparativo 1.1, el Ejemplo comparativo 1.2, el Ejemplo 1.1 y el Ejemplo 1.2 se dejan equilibrar en condiciones ambientales de laboratorio durante 20 horas. Los ensayos de tracción en seco y tracción en húmedo se llevan a cabo según los procedimientos descritos en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1. Los resultados de este ensayo se exponen en la Tabla 3:

Tabla 3

Muestra	Tracción en seco (gramos-fuerza)	Tracción en húmedo (gramos-fuerza)
Ejemplo comparativo 1.1	908,6	77,4
Ejemplo comparativo 1.2	942,5	324,5
Ejemplo 1.1	>1.000*	381,5
Ejemplo 1.2	> 1.000*	517,5
*No se rompió. Se alcanzó el máximo del cabezal de 1 kN del Instron.		

Como puede verse en la Tabla 3, la tracción en seco y en húmedo (también conocida como resistencia a la tracción) de las muestras de madera contrachapada de 2 capas fabricadas usando las composiciones adhesivas para madera de la invención aumenta con respecto a la resistencia a la tracción en seco y en húmedo presentada por las muestras de madera contrachapada de 2 capas fabricadas usando la dispersión de harina de soja por sí misma (Ejemplo comparativo 1.1), y la de la dispersión de harina de soja a pH elevado (Ejemplo comparativo 1.2). También se demuestra que la resistencia a la tracción en húmedo presentada por las muestras de madera contrachapada de 2 capas fabricadas con la composición adhesiva para madera de la invención que se han sometido a tiempos de mezcla adicionales mejora en comparación con las muestras de madera contrachapada de 2 capas fabricadas con composiciones adhesivas para madera sometidas a un tiempo de mezcla más corto. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que el tiempo de mezcla adicional después de ajustar el pH permite que las proteínas de la composición se desdobl原因 más eficazmente que las muestras fabricadas usando un tiempo de mezcla más corto después de ajustar el pH. Esto hará que la composición adhesiva para madera de la invención sea particularmente útil en líneas de producción comerciales en las que la composición adhesiva para madera se somete a largos períodos antes de su aplicación al sustrato de madera, por ejemplo, de 4 a 24 horas.

Ejemplo 2

Evaluación de la tracción en seco y húmedo de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1

Ejemplo comparativo 2:

Se prepara una mezcla de polvo seco mezclando harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína) comercializada por Cargill, Incorporated bajo la marca Prolia con óxido de magnesio (98 % de pureza) comercializado por Acros Organics en una relación de peso de 6 partes de harina de soja por 1 parte de óxido de magnesio. Se prepara una dispersión acuosa a temperatura ambiente de la mezcla 100/90 de harina de soja/óxido de magnesio con un 35 % de sólidos, como se describe en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente, excepto que no se añade ninguna solución acuosa de hidróxido de sodio para elevar el pH. La mezcla se deja mezclar durante 30 minutos y se mide que el pH de la dispersión, de 10,2. Se retiran pequeñas muestras que se aplican para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente.

Ejemplo 2.1:

A la dispersión restante de harina de soja/óxido de magnesio se le añaden 0,5 g de diglicidil éter de neopentilglicol comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68 y se mezcla durante 30 minutos antes de retirar pequeñas muestras y aplicarlas para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente.

Ejemplo 2.2:

A la composición restante del Ejemplo 2.1, se le añaden 0,5 g adicionales de diglicidil éter de neopentilglicol y la composición se mezcla durante 30 minutos antes de retirar pequeñas muestras y aplicarlas para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente.

Ejemplo 2.3:

A la composición restante del Ejemplo 2.2, se le añaden 1,0 g adicionales de diglicidil éter de neopentilglicol y la composición se mezcla durante 30 minutos antes de retirar pequeñas muestras y aplicarlas para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente.

Ejemplo 2.4:

Se prepara una mezcla de polvo seco mezclando harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína) comercializada por Cargill, Incorporated bajo la marca Prolia con óxido de magnesio (98 % de pureza) comercializado por Acros Organics en una relación de peso de 6 partes de harina de soja por 1 parte de óxido de magnesio. Se prepara una dispersión a temperatura ambiente de la mezcla 100/90 de harina de soja/óxido de magnesio con un 35 % de sólidos, como se describe en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente. Se mezcla la mezcla durante 30 minutos y se mide que el pH de la dispersión sea de 10,2.

Se añaden 2,0 g de diglicidil éter de 1,4-butanodiol comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 67, a la dispersión y la composición se mezcla durante 30 minutos adicionales antes de retirar pequeñas muestras y aplicarlas para construir muestras de madera contrachapada de 2 capas como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1, anteriormente. Las muestras de madera contrachapada de 2 capas del Ejemplo 2 se dejan equilibrar en condiciones ambientales de laboratorio durante 20 horas antes de llevar a cabo el ensayo de tracción en húmedo según los procedimientos descritos en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 2 capas de la Fase 1. Los resultados de este ensayo se exponen en la Tabla 4:

Tabla 4

Muestra	Tracción en húmedo (gramos-fuerza)
Ejemplo comparativo 2	134,2
Ejemplo 2.1	332,3
Ejemplo 2.2	343,8
Ejemplo 2.3	361,7
Ejemplo 2.4	379,0

Como puede verse en la Tabla 4, la tracción en húmedo de la composición adhesiva para madera de esta invención (Ejemplos 2.1 a 2.4) aumenta con respecto a la de la dispersión de harina de soja/óxido de magnesio (Ejemplo comparativo 2). Este Ejemplo también demuestra que el pH de la composición adhesiva para madera se puede ajustar mediante la adición de sales de metales alcalinotérreos secas a la harina de soja seca antes de dispersarla en agua. Este Ejemplo también demuestra que se pueden utilizar diversos poli(glicidil éteres) en la invención.

Ejemplo 3

Determinación de la viscosidad de la composición adhesiva para madera en función del tiempo

Se preparan tres composiciones adhesivas para madera separadas de la invención según el método descrito en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente, con las siguientes

excepciones: 1) el % en peso de sólidos de las composiciones se eleva al 38 % de sólidos totales; y 2) las composiciones se preparan a 90 °F y se mantienen a esa temperatura durante todo el experimento.

El **Ejemplo 3.1** se prepara utilizando una harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína), comercializada por Cargill, Incorporated bajo la designación Prolia, que se ajusta a un pH de 10,5 con una solución de hidróxido de sodio al 25 % a la que se añade el 10 % en peso de diglicidil éter de neopentilglicol basado en el peso seco total de la harina de soja más diglicidil éter de neopentilglicol (comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68). Como se indica, la temperatura de mezcla es de 90 °F. Las muestras se toman en los tiempos de mezcla indicados en la Tabla 5.

El **Ejemplo 3.2:** se prepara utilizando una mezcla 6:1 peso/peso de harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína), comercializada por Cargill, Incorporated bajo la designación Prolia, y carbonato de magnesio. Tras la dispersión de esta mezcla a 90 °F, el 10 % en peso de diglicidil éter de neopentilglicol basado en el peso seco total de la harina de soja, se añade carbonato de magnesio y diglicidil éter de neopentilglicol (comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68). Se determina que el pH de la mezcla es 9,5. La temperatura de mezcla se mantiene a 90 °F durante la duración del ensayo y las muestras se toman en los tiempos de mezcla indicados en la Tabla 5.

El **Ejemplo 3.3:** se prepara utilizando una harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína), comercializada por Cargill, Incorporated bajo la designación Prolia, y diglicidil éter de neopentilglicol comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68. El pH de esta muestra no es un pH ajustado (pH = 5,0). La temperatura de mezcla se mantiene a 90 °F y las muestras se toman en los tiempos de mezcla indicados en la Tabla 5. Las mediciones de viscosidad se llevan a cabo en las composiciones adhesivas para madera como se describe en la descripción de Mediciones de la viscosidad anteriormente, con los resultados expuestos en la Tabla 5:

Tabla 5

Tiempo de mezcla a 90 °F	Ejemplo 3.1 Viscosidad cPs a 90 °F*	Ejemplo 3.2 Viscosidad cPs a 90 °F*	Ejemplo 3.3 Viscosidad cPs a 90 °F*
30 minutos	52.500	66.500	28.500
1 hora	53.600	56.500	28.500
2 horas	56.300	49.700	28.700
3 horas	67.200	46.500	27.100
4 horas	86.200	47.400	28.800
5 horas	92.500	47.300	29.200
6 horas	96.800	49.000	32.600
*Se cree que la viscosidad medida a 90 °F sería levemente inferior a las mediciones (menos del 10 % menor) que la viscosidad medida a 80 °F.			

A partir de los resultados de la Tabla 5, las composiciones adhesivas para madera de esta invención tienen una viscosidad utilizable (p. ej., superior a 20.000 cPs e inferior a 200.000 durante un período de tiempo de 6 horas). También, como se puede observar en la Tabla 5, la viscosidad de las muestras es mayor para pH superiores a 9, y a pH superiores a 10, la composición adhesiva para madera proporciona una viscosidad mejorada de más de 50.000 cPs a medida que los tiempos de mezcla aumentan. Por lo tanto, será preferible utilizar valores de pH más altos (es decir, superiores a 9 y, más preferiblemente, superiores a 10) cuando sea importante mantener o aumentar la viscosidad cuando la composición adhesiva para madera se mantenga durante un período de tiempo prolongado antes de utilizarse para fabricar productos de madera compuesta.

Ejemplo 4

Preparación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la fase 2

Ejemplo comparativo 4:

Se prepara una dispersión acuosa a temperatura ambiente de harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína), comercializada por Cargill, Incorporated bajo la marca Prolia, con un 35 % de sólidos, como se describe en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente. Se ajusta el pH de la dispersión con una solución acuosa al 25 % de hidróxido de sodio hasta 10,45. Después de 10 minutos de mezcla, se retira una muestra y se aplica a la parte superior de una capa de abeto blanco

de 4 pulgadas por 4 pulgadas (con las grietas de debobinado hacia arriba), destinando de 1,5 a 2 gramos de composición adhesiva para madera a la capa, y se aplica con un rodillo manual hasta que se aplica una distribución uniforme de la composición. Se coloca una segunda capa de abeto Douglas (con las grietas de debobinado hacia abajo) sobre la capa inferior de abeto, asegurándose de que la dirección de la veta de la madera de la segunda capa sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la capa inferior. Se aplica una composición adhesiva para madera adicional a la parte superior de la segunda capa, con un objetivo de 1,5 a 2 gramos de la composición. La parte superior de la segunda capa se aplica con un rodillo manual hasta alcanzar una distribución uniforme de la composición adhesiva para madera en la parte superior de la segunda capa. Se coloca una capa superior de abeto blanco (con las grietas de debobinado hacia abajo) en la parte superior del segundo panel para garantizar que la dirección de la veta de la madera de la capa superior sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la segunda capa. Se coloca una placa de acero inoxidable sobre las muestras de 3 capas y se añade un peso de 6 kg y se deja reposar durante 10 minutos. Una vez completado el tiempo de reposo, las muestras de 3 capas se prensan en frío y en caliente, como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2, anteriormente.

Ejemplo 4:

A la composición restante del Ejemplo comparativo 4 (100 g de harina de soja de peso seco), se le añaden 11,0 g de diglicidil éter de neopentilglicol, comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68, para preparar una composición adhesiva para madera con proteína y poli(glicidil éter). La mezcla se deja mezclar a aproximadamente 100 rpm durante 1 hora antes de aplicarla para construir muestras de abeto de 3 capas, que se curan y ensayan según los procedimientos establecidos en Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2. Los resultados del ensayo se exponen en la Tabla 6.

Ejemplo 5

Preparación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la fase 2

Ejemplo comparativo 5:

Se prepara una dispersión acuosa a temperatura ambiente de harina de guisante seca que contiene un 55 % en peso de proteína, comercializada por Dakota Dry Bean, Inc., con un 35 % de sólidos como se describe en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente. Se ajusta el pH de la dispersión con una solución acuosa al 25 % de hidróxido de sodio hasta 10,50 y se mezcla durante 10 minutos adicionales antes de retirar la muestra y aplicarla a la parte superior de un panel de abeto blanco de 4 pulgadas por 4 pulgadas (con las grietas de debobinado hacia arriba), con el objetivo de aplicar de 1,5 a 2 gramos de la composición a la superficie superior de la capa, y se aplica con un rodillo manual hasta alcanzar una distribución uniforme de la composición. Se coloca una segunda capa de abeto Douglas (con las grietas de debobinado hacia abajo) sobre la capa inferior de abeto, asegurándose de que la dirección de la veta de la madera de la segunda capa sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la capa inferior. Se aplican de 1,5 a 2 gramos adicionales de la composición a la parte superior de la segunda capa. Se usa un rodillo manual para distribuir de forma uniforme la composición en la parte superior de la segunda capa. Se coloca una capa superior de abeto blanco (con las grietas de debobinado hacia abajo) en la parte superior de la segunda capa con la dirección de la veta de la madera dispuesta perpendicularmente a la dirección de la veta de la madera de la segunda capa. Se coloca una placa de acero inoxidable sobre las muestras de 3 capas y se añade un peso de 6 kg y se deja reposar durante 10 minutos. Una vez completado el tiempo de reposo, las muestras de 3 capas se prensan en frío y en caliente, como se describe en la Preparación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2, anteriormente.

Ejemplo 5:

A la dispersión restante del Ejemplo comparativo 5 se le añaden 11,0 g de diglicidil éter de neopentilglicol, comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68, para preparar una composición adhesiva para madera con proteína y poli(glicidil éter). Se mezcla la mezcla a aproximadamente 100 rpm durante 1 hora antes de aplicar la mezcla a los paneles de abeto similares a los utilizados en el Ejemplo comparativo 5 para construir muestras de abeto de 3 capas, que se curan y ensayan según los procedimientos establecidos en Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2. Los resultados del ensayo se exponen en la Tabla 6.

Ejemplo 6

Preparación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la fase 2

Ejemplo comparativo 6:

Se prepara una dispersión acuosa a temperatura ambiente de aislado proteico de maíz seco, comercializada por Cargill, Incorporated (95 % en peso de proteína), con un 16 % de sólidos como se describe en el Procedimiento general

para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente. Se ajusta el pH de la dispersión con una solución al 25 % de hidróxido de sodio hasta 10,52. Después de 10 minutos de mezcla adicional, se retira una muestra y se aplica a una capa inferior de un panel de abeto blanco de 4 pulgadas por 4 pulgadas (con las grietas de debobinado hacia arriba), destinando de 1,5 a 2 gramos de adhesivo para la parte superior de la capa, y se aplica con un rodillo manual hasta que se aplica una distribución uniforme de la composición. Se coloca una segunda capa de abeto Douglas (con las grietas de debobinado hacia abajo) sobre la capa inferior de abeto, dispuesta de modo que la dirección de la veta de la madera de la segunda capa sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la capa inferior. Se aplican cantidades adicionales de la composición de dispersión a la parte superior de la segunda capa de nuevo con el objetivo de 1,5 a 2 gramos de la composición de dispersión. Se distribuye la composición con un rodillo manual hasta alcanzar una distribución uniforme de la composición en la parte superior de la segunda capa. Se coloca una capa superior de abeto blanco (con las grietas de debobinado hacia abajo) en la parte superior de la segunda capa, con la capa dispuesta de modo que la dirección de la veta de la madera de la capa superior sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la capa superior. Se coloca una placa de acero inoxidable sobre las muestras de 3 capas y se añade un peso de 6 kg y se deja reposar durante 10 minutos. Una vez completado el tiempo de reposo, las muestras de 3 capas se prensan en frío y en caliente, como se describe en la Preparación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2, anteriormente.

Ejemplo 6:

A la dispersión restante del Ejemplo comparativo 6, se le añaden 5,0 g de diglicidil éter de neopentilglicol, comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 68. La mezcla se deja mezclar a aproximadamente 100 rpm durante 1 hora adicional antes de aplicarla a los paneles de abeto similares a los utilizados en el Ejemplo comparativo 5 para construir muestras de abeto de 3 capas, que se curan y ensayan según los procedimientos establecidos en Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2. Los resultados del ensayo se exponen en la Tabla 6.

Ejemplo 7

Preparación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la fase 2

Ejemplo comparativo 7:

Se prepara una dispersión acuosa a temperatura ambiente de harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP (52 % en peso de proteína), comercializada por Cargill, Incorporated bajo la marca Prolia, con un 35 % de sólidos, como se describe en el Procedimiento general para producir una composición adhesiva para madera, anteriormente. Se ajusta el pH de la dispersión con una solución al 25 % de hidróxido de sodio hasta 10,45. Después de 10 minutos adicionales de mezcla, se retira una muestra y se aplica a la superficie superior de una capa inferior de 4 pulgadas por 4 pulgadas de abeto blanco (con las grietas de debobinado hacia arriba), destinando de 1,5 a 2 gramos de la composición en dispersión para la superficie superior de la capa, y se aplica con un rodillo manual hasta que se aplica una distribución uniforme de la composición. Se coloca una segunda capa de abeto Douglas (con las grietas de debobinado hacia abajo) sobre la capa inferior de abeto, asegurándose de que la dirección de la veta de la madera de la segunda capa sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la capa inferior. Se aplican de 1,5 a 2 gramos de la misma composición aplicada a la capa inferior a la superficie superior de la segunda capa, con un objetivo de 1,5 a 2 gramos de la composición. Se usa un rodillo manual para distribuir uniformemente la composición sobre la superficie superior de la segunda capa. Se coloca una capa superior de abeto blanco (con las grietas de debobinado hacia abajo) en la superficie superior de la segunda capa, con la dirección de la veta de la madera de la capa superior dispuesta de modo que sea perpendicular a la dirección de la veta de la madera de la segunda capa. Se coloca una placa de acero inoxidable sobre las muestras de 3 capas y se añade un peso de 6 kg y se deja reposar durante 10 minutos. Una vez completado el tiempo de reposo, las muestras de 3 capas se prensan en frío y en caliente, como se describe en la Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2, anteriormente.

Ejemplo 7:

A la dispersión restante del Ejemplo comparativo 7, se le añaden 5,5 g de triglicidil éter de trimetilolpropano, comercializado por Cargill, Incorporated con la designación ChemMod 48. Se mezcla la mezcla a aproximadamente 100 rpm durante 1 hora antes de aplicarla a los paneles de abeto similares a los utilizados en el Ejemplo comparativo 5 para construir muestras de abeto de 3 capas, que se curan y ensayan según los procedimientos establecidos en Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2. Los resultados del ensayo se exponen en la Tabla 6.

Ejemplo 8

Evaluación de los paneles de madera de la fase 2

Los paneles de madera de la Fase 2 preparados en los Ejemplos 5, 6 y 7 se evalúan mediante el ensayo de remojo en tres ciclos ANSI/HPVA HP-1-2000 (sección 4.6) con los siguientes resultados.

Tabla 6

Muestra	Área delaminada cm ²	% de delaminación
Ejemplo comparativo 4	28	87,5 %
Ejemplo 4 -	2	6,25 %
Ejemplo comparativo 5	16	50 %
Ejemplo 5	4	12,5 %
Ejemplo comparativo 6	2	6,25 %
Ejemplo 6	0	0 %
Ejemplo comparativo 7	27	84,4 %
Ejemplo 7	0	0 %

Como se puede observar en los resultados de la Tabla 6, las composiciones adhesivas para madera de esta invención demuestran una mejor resistencia al agua, medida en el ensayo de remojo en tres ciclos (descrita en la sección Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 3 capas de la Fase 2), en comparación con los Ejemplos comparativos. De forma adicional, estos ejemplos demuestran que se pueden utilizar diversas proteínas vegetales en la preparación de las composiciones adhesivas para madera de esta invención. También se ha demostrado que pueden utilizarse glicidil éteres bi y trifuncionales en la preparación de las composiciones adhesivas para madera de esta invención.

Ejemplo 9

Preparación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la fase 3

En este ejemplo, se preparan paneles de 12 pulgadas por 12 pulgadas en la configuración como se describe en la Preparación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la Fase 3 anteriormente con los siguientes parámetros clave:

1) Velocidad de curado/tiempo de prensado: las composiciones adhesivas para madera se evalúan usando varios tiempos de prensado en caliente.

2) Resistencia de la unión en seco: las uniones secas dentro de las muestras de 5 capas se evalúan “acuchillando” los paneles para determinar la rotura de la madera de unión en seco. Cuanto mayor sea la rotura de la madera, a diferencia de la rotura del pegamento, mejor será el resultado. Aunque no es un requisito formal, una fuerte unión en seco con un alto porcentaje de roturas de la madera es de gran importancia para los fabricantes. Las uniones se consideran deficientes (de ninguna a pocas roturas de la madera), regulares (nivel modesto de roturas de la madera) o buenas (alto nivel de roturas de la madera).

3) Durabilidad y rendimiento de remojo del panel final: los ensayos se realizaron según la descripción expuesta en la sección Preparación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la Fase 3. Tal como exige la norma ANSI/HPVA HP-1, la calificación aprobatoria del ensayo de remojo en tres ciclos se produce con una delaminación mínima o nula. La unión abeto-abeto evaluada en este estudio se considera una de las más exigentes de la industria con respecto al rendimiento del remojo.

Las composiciones adhesivas para madera se fabrican usando los siguientes ingredientes:

HS IDP 90 es harina de soja de un tamaño de malla de molienda de 100/90 IDP, comercializada por Cargill, Incorporated bajo la marca Prolia (52 % en peso de proteína);

HS 70/20 es una mezcla de harina de soja IDP 70, comercializada por Cargill, Incorporated, que tiene un 52 % en peso de proteína, y harina de soja IDP 20, comercializada por Cargill, Incorporated, que tiene un 52 % en peso de proteína, en donde la relación de peso entre harina de soja IDP 70 y harina de soja IDP 20 es de 80:20;

SMBS es metabisulfito de sodio (un agente desnaturalizante ligero y humectante);

ChemMod 68 ("CM 68") es diglicidil éter de neopentilglicol, comercializado por Cargill, Incorporated;

Óxido de Mg es óxido de magnesio;

5 **NaOH 25 %** es una solución acuosa de hidróxido de sodio con una concentración del 25 %;

Visc cPs es la viscosidad en centipoise medida en un RV Brookfield modelo DV-II+ que utiliza el husillo n.º 6, a 10 rpm a una temperatura de 75 °F; y

10 **CA1920A 20 %** es una solución acuosa que contiene un 20 % en peso seco de polímero de amina-epiclorohidrina, comercializada por Solenis, Inc. con la designación CA1920A.

Los ingredientes se combinan en las concentraciones/porcentajes en peso indicados en la Tabla 7 usando el siguiente proceso:

15 El proceso de preparación de la composición adhesiva para madera de la Fase 3 utiliza una amasadora Kitchen Aid con el accesorio amasador de pan. Se añade la cantidad prescrita de agua, antiespumante y bisulfito de sodio al bol de mezcla y se introduce el cabezal de mezcla de Kitchen Aid en la mezcla. Se establece la velocidad de mezcla en 3 y se añade la harina de soja lentamente (1 a 2 minutos) hasta que toda la harina de soja se humedece con el agua. A
20 continuación, se establece la velocidad de mezcla en 4 y los componentes se dejan mezclar durante 2 minutos. Después se añade el poli(glicidil éter) ChemMod 68 y la mezcla continúa durante 5 a 8 minutos adicionales. En las Muestras 9.3 a 9.7, el pH se eleva después mediante la adición de la cantidad prescrita de la solución de hidróxido de sodio al 25 % y la mezcla continúa durante 3 minutos adicionales. En este momento, se mide el pH con un medidor
25 de pH calibrado para garantizar que se alcanza el pH correcto del adhesivo. En las Muestras 9.1 y 9.2, la hidratación del óxido de magnesio crea una condición de pH alto y, por lo tanto, no es necesario ningún ajuste adicional del pH. En la Muestra 9, el pH del adhesivo se mantiene casi neutro.

Tabla 7

	<u>Muestra 9.1</u>	<u>Muestra 9.2</u>	<u>Muestra 9.3</u>	<u>Muestra 9.4</u>	<u>Muestra 9.5</u>	<u>Muestra 9.6</u>	<u>Muestra 9.7</u>	<u>Muestra comparativa 9</u>
30	Agua	487,8 g	464,8 g	328,3 g	465,7 g	466,1 g	465,7 g	394,0 g
35	HS IDP 90	199,0 g	217,2 g					
	HS 70/20			174,2 g	241,5 g	232,9 g	241,5 g	276,3 g
	SMBS	0,7 g	0,7 g	0,6 g	0,8 g	0,8 g	0,8 g	0,9 g
40	CM 68	27,3 g	29,9 g	16,5 g	28,7 g	36,8 g	28,7 g	
	Óxido de Mg	33,0 g	36,2 g					
45	NaOH 25 %	0,9 g		9,5 g	14,0 g	13,0 g	12,0 g	20,0 g
	Antiespumante	0,4 g	0,4 g	0,3 g	0,4 g	0,4 g	0,4 g	0,4 g
	CM 68 %	12,5	12,5	10	12,5	16,65	12,5	12,5
50	CA1920A 20 %							187,5 g
	% de sólidos	33,0	36,0	35,0	35,0	35,0	35,0	35,5
55	pH	10,2	10,2	10,2	10,2	10,3	9,5	11,0
	Visc cPs	8.500	25.400	54.100	59.000	44.200	51.400	80.600
								75.000

60 Se preparan muestras de madera contrachapada de 5 capas de la Fase 3 durante un período de dos días usando capas de madera de 12 pulgadas por 12 pulgadas como se describe en la sección Preparación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la Fase 3 durante un período de dos días. Las chapas de abeto utilizadas para ensamblar las muestras de madera contrachapada de 5 capas el primer día presentaron niveles de humedad de entre el 7 y el 9 % en peso. Las chapas de abeto utilizadas para ensamblar las muestras de madera contrachapada de 5 capas el día 2 tienen un nivel de humedad de entre el 2 y el 4 % en peso; en lo demás, los procedimientos de ensamblaje son los mismos. Al preparar las muestras de madera contrachapada de 5 capas, se observa que las chapas con menor
65 nivel de humedad son más difíciles de unir que las chapas de mayor humedad. Se preparan múltiples Muestras de

madera contrachapada de 5 capas utilizando las diversas composiciones adhesivas para madera tal como se expone en la Tabla 8.

Tabla 8

N.º de muestra de madera contrachapada de 5 capas	N.º de muestra de adhesivo para madera	Cantidad de aplicación de adhesivo g/ft ²	Temperatura de prensado °F	Tiempo de prensado (min)
Día 1				
9.1.1	9,3	23-25	235	4
9.1.2	9,3	23-25	235	2,5
9.1.3	9,3	23-25	217	4
9.1.4	9,3	29	217	5
9.1.5	9,4	21-22	217	3
9.1.6	9,4	21-22	217	4
9.1.7	9,4	21-22	217	5
Día 2				
9.2.1	9,5	21-22	215	5
9.2.2	9,5	21-22	215	4
9.2.3	9,5	21-22	215	3
9.2.4	9,6	21-22	215	5
9.2.5	9,6	21-22	215	4
9.2.6	9,6	21-22	215	3
9.2.7	9,7	21-22	215	5
9.2.8	9,7	21-22	215	4
9.2.9	9,7	21-22	215	3
9,2/10	9,1	21-22	215	5
9,2/11	9,2	21-22	215	5
9,2/12	9,2	21-22	215	4
9.2.13	9,2	21-22	215	3
9.2.14	Muestra comparativa 9	21-22	215	5
9.2.15	Muestra comparativa 9	21-22	215	4
9.2.16	Muestra comparativa 9	21-22	215	3

El rendimiento de adherencia en húmedo de las Muestras de madera contrachapada de 5 capas del Ejemplo 9 es de bueno a excelente para las Muestras 9.2 a 9.8. Se cree que el bajo rendimiento de adherencia en húmedo de la Muestra 9.1 es el resultado de la baja viscosidad de la Muestra 9.1 (es decir, menos de 10.000 cPs).

Las Muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas con las Muestras 9.1 a 9.8 y la Muestra comparativa 9 se enfrían y recortan en bloques de 2 pulgadas por 5 pulgadas, y se someten después al ensayo de remojo en tres ciclos descrita anteriormente. Se evaluaron seis muestras obtenidas de cada Muestra de madera contrachapada de 5 capas como Superado/No superado, y de 1 a 2 muestras de cada Muestra de madera contrachapada de 5 capas se

evaluaron mediante la evaluación del % de delaminación descrita en la sección Preparación y evaluación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la Fase 3, anteriormente. Los resultados se exponen en la Tabla 9.

Tabla 9

N.º de muestra de madera contrachapada de 5 capas	N.º de muestra de adhesivo para madera	Tiempo de prensado (min)	Ensayo de remojo Superado/No superado	% de delaminación
Día 1				
9.1.1	9,3	4	Superado	0,6 %
9.1.2	9,3	2,5	Superado	1,3 %
9.1.3	9,3	4	Superado	0,6 %
9.1.4	9,3	5	Superado	0,0 %
9.1.5	9,4	3	Superado	3,8 %
9.1.6	9,4	4	Superado	5,6 %
7	9,4	5	Superado	0,6 %
Día 2				
9.2.1	9,5	5	Superado	0,0 %
9.2.2	9,5	4	Suspenso	7,5 %
9.2.3	9,5	3	Suspenso	5,0 %
9.2.4	9,6	5	Superado	1,5 %
9.2.5	9,6	4	Suspenso	0,5 %
9.2.6	9,6	3	Suspenso	27,5 %
9.2.7	9,7	5	Suspenso	6,3 %
9.2.8	9,7	4	Superado	6,3 %
9.2.9	9,7	3	Superado	2,5 %
9,2/10	9,1	5	Suspenso	60,0 %
9,2/11	9,2	5	Superado	35,0 %
9,2/12	9,2	4	Suspenso	90,0 %
9.2.13	9,2	3	Suspenso	30,0 %
9.2.14	Muestra comparativa 9	5	Suspenso	30,0 %
9.2.15	Muestra comparativa 9	4	Suspenso	40,0 %
9.2.16	Muestra comparativa 9	3	Suspenso	32,5 %

Como puede verse en la Tabla 9, las Muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas usando las composiciones adhesivas para madera de esta invención tienen una relación Superado/No superado favorable en comparación con las Muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas usando la Muestra comparativa 9 (Muestras 9.1.14 a 9.1.16). Si bien no todas las Muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas con las composiciones adhesivas para madera de la invención superaron el ensayo de remojo en tres ciclos, un gran número de ellas mostraron una resistencia de buena a excelente durante el ensayo de remojo en tres ciclos y solo las chapas muy secas del segundo día del ensayo mostraron alguna rotura. Además, el aumento del pH mejoró aún más el rendimiento de remojo incluso con las chapas secas desde el segundo día.

La evaluación de la unión en seco en las Muestras de madera contrachapada de 5 capas del Ejemplo 9 se realiza intentando separar las capas indicadas con una cuchilla. El nivel de rotura de la madera se determina cualitativamente y los resultados se agrupan en tres categorías: Buena, Regular y Deficiente. Los resultados de algunas de las Muestras de madera contrachapada de 5 capas no están disponibles para el ensayo de unión en seco y no se incluyen en la Tabla 10.

Tabla 10

	N.º de muestra de madera contrachapada de 5 capas	N.º de muestra de adhesivo para madera	Unión de arce y abeto	Unión de abeto y abeto
5	Día 1			
	9.1.1	9,3	Deficiente	Buena
10	9.1.2	9,3	Buena	Buena
	9.1.3	9,3	Deficiente	Deficiente
	9.1.4	9,3	Regular	Regular
15	9.1.5	9,4	Regular	Regular
	9.1.6	9,4	Regular	Regular
	9.1.7	9,4	Regular	Regular
20	Día 2			
	9.2.1	9,5	Regular	Regular
	9.2.2	9,5	-	-
25	9.2.3	9,5	-	-
	9.2.4	9,6	-	-
	9.2.5	9,6	Regular	Buena
30	9.2.6	9,6	Buena	Regular
	9.2.7	9,7	Buena	Buena
	9.2.8	9,7	Buena	Buena
35	9.2.9	9,7	Buena	Buena
	9,2/10	9,1	Regular	Regular
	9,2/11	9,2	Regular	Regular
40	9,2/12	9,2	Regular	Regular
	9.2.13	9,2	Deficiente	Buena
	9.2.14	Muestra comparativa 9	Deficiente	Regular
45	9.2.15	Muestra comparativa 9	Regular	Regular
	9.2.16	Muestra comparativa 9	-	-

Como puede verse en la Tabla 10, las Muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas usando las composiciones adhesivas para madera de esta invención se clasificaron de Buena a Regular en términos de evaluación cualitativa de la unión en seco.

Ejemplo 10:

Preparación de muestras de madera contrachapada de 5 capas de la Fase 3

En este ejemplo, se preparan paneles de 12 pulgadas por 12 pulgadas usando métodos de preparación similares a como se describen en el Ejemplo 9 para las Muestras 9.3 a 9.5. Las composiciones adhesivas para madera utilizadas en este Ejemplo 10 presentan un pH de 10,2 a 10,3 antes de aplicarse a las chapas. Las chapas de abeto utilizadas en este Ejemplo varían en contenido de humedad del 2 % en peso al 12 % en peso antes de aplicar las composiciones adhesivas para madera. Los ingredientes adicionales se utilizaron para la fabricación de los paneles de madera contrachapada de 5 capas:

HS 70/20 es una mezcla de harina de soja IDP 70, comercializada por Cargill, Incorporated, que tiene un 52 % en peso de proteína, y harina de soja IDP 20, comercializada por Cargill, Incorporated, que tiene un 52 % en peso de proteína, en donde la relación de peso entre harina de soja IDP 70 y harina de soja IDP 20 es de 80:20;

SMBS es metabisulfito de sodio (un agente desnaturalizante ligero y humectante);

ChemMod 68 ("CM 68") es diglicidil éter de neopentilglicol, comercializado por Cargill, Incorporated;

5 **NaOH 25 %** es una solución acuosa de hidróxido de sodio con una concentración del 25 %; y

Visc cPs es la viscosidad en centipoise medida en un RV Brookfield modelo DV-II+ que utiliza el husillo n.º 6, a 10 rpm a una temperatura de 75 °F.

10 Las muestras de paneles de madera contrachapada de 5 capas se evalúan usando los procedimientos de ensayo como se describen para el Ejemplo 9. Las muestras de madera contrachapada de 5 capas se agrupan en tres grupos: (i) Humedad baja se refiere a las muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas con chapas de abeto que tienen un contenido de humedad del 2 al 4 por ciento en peso; (ii) Humedad media se refiere a las muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas con chapas de abeto que tienen un contenido de humedad del 5 al 10 por ciento en peso; y (iii) Humedad alta se refiere a las muestras de madera contrachapada de 5 capas fabricadas con chapas de abeto que tienen un contenido de humedad superior al 10 por ciento en peso. A continuación, se muestra un resumen de los resultados típicos de los ensayos de unión en seco y remojo húmedo obtenidos para cada uno de los grupos de muestras de madera contrachapada en la Tabla 11. Los descriptores Superado, No superado, Deficiente, Regular y Bueno se determinan de la misma manera que se expuso en el Ejemplo 9.

20 Tabla 11

Muestras de madera contrachapada de 5 capas	Contenido de humedad de la capa de abeto (% en peso)	Unión de arce y abeto	Unión de abeto y abeto	Ensayo de remojo Superado/No superado
Humedad baja	2-4	Buena	Buena	Superado*
Humedad media	5-10,0	Buena	Buena	Superado*
Humedad alta	>10,0	Buena	Buena	Superado*

35 Este Ejemplo 10 y los resultados de la Tabla 11 muestran que las muestras de madera contrachapada de 5 capas de los tres grupos típicamente superaron los ensayos de delaminación en seco. Sin embargo, como indica el asterisco *, un porcentaje mayor de muestras de madera contrachapada de 5 capas de Humedad media superaron el ensayo de remojo húmedo que el porcentaje de muestras de madera contrachapada de 5 capas de Humedad baja o el porcentaje de muestras de madera contrachapada de 5 capas de Humedad alta que superaron el ensayo de remojo húmedo cuando se utilizaron métodos y parámetros de fabricación similares para todas las muestras.

REIVINDICACIONES

1. Una composición adhesiva para madera contrachapada que comprende una proteína y un poli(glicidil éter), en donde la composición tiene una viscosidad de 30 a 150 Pas (30.000 a 150.000 cps) a 26,7 °C (80 °F) medida con un viscosímetro Brookfield a 10 rpm;

en donde la proteína es una proteína vegetal, en forma de harina;
 en donde la harina proteica comprende del 80 al 96 por ciento del peso seco de la composición adhesiva para madera contrachapada, y el poli(glicidil éter) comprende del 4 al 20 por ciento del peso seco de la composición adhesiva para madera contrachapada; y
 en donde el pH de la composición es de 9 a 12.

2. La composición adhesiva para madera contrachapada de la reivindicación 1, en donde la relación de peso entre la proteína y el poli(glicidil éter) es de 9,1:1 a 2,8:1.

3. La composición adhesiva para madera contrachapada de la reivindicación 1, en donde la proteína está en forma de una harina proteica.

4. La composición adhesiva para madera contrachapada de la reivindicación 3, en donde la harina proteica se selecciona del grupo que consiste en: maíz, avena, trigo, cebada, arroz, guisantes, soja, linaza, colza, semillas de algodón, pipas de girasol, semillas de cártamo, sorgo, palma y mezclas de los mismos.

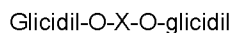
5. La composición adhesiva para madera contrachapada de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la proteína está en forma de harina de soja que comprende del 45 al 55 por ciento en peso de proteína.

6. La composición adhesiva para madera contrachapada de la reivindicación 5, en donde la harina de soja tiene un IDP de 20 a 90.

7. La composición adhesiva para madera contrachapada de la reivindicación 6, en donde la harina de soja tiene un IDP de 70 a 90.

8. La composición adhesiva para madera contrachapada de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la composición tiene una viscosidad de 50 a 100 Pas (50.000 a 100.000 cps) a 26,7 °C (80 °F).

9. La composición adhesiva para madera contrachapada de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el poli(glicidil éter) se **caracteriza por** tener más de un grupo colgante epóxido de oximetileno según la fórmula:



en donde O es oxígeno; y
 en donde X puede ser un alquilo, cicloalquilo, alquenilo, arilo, éter, éster; o un cicloalquilo, alquilo, alquenilo, arilo, éter, poliéter, éster o poliéster sustituido con uno o más grupos glicidil éter y mezclas de los mismos.

10. La composición adhesiva para madera contrachapada de cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9, en donde el poli(glicidil éter) tiene un peso molecular de al menos 174 dalton.

11. La composición adhesiva para madera contrachapada de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el poli(glicidil éter) comprende un diglicidil éter de neopentilglicol.

12. La composición adhesiva para madera contrachapada de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde la proteína está en forma de una mezcla de harina proteica que comprende una harina proteica que tiene un IDP de 60 a 90 y una harina proteica que tiene un IDP de 10 a 40.