República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112016012283-6 B1

(22) Data do Depósito: 27/01/2015

(45) Data de Concessão: 21/06/2022

(54) Título: MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE UM PRODUTO À BASE DE FIBRAS

(51) Int.Cl.: B27N 3/00; C08L 97/00; C08L 97/02; G01N 21/29; G01N 21/59; (...).

(30) Prioridade Unionista: 28/01/2014 FI 20145090.

(73) Titular(es): UPM-KYMMENE CORPORATION.

(72) Inventor(es): SUVI PIETARINEN; SANNA VALKONEN; OKKO RINGENA.

(86) Pedido PCT: PCT FI2015050051 de 27/01/2015

(87) Publicação PCT: WO 2015/114211 de 06/08/2015

(85) Data do Início da Fase Nacional: 30/05/2016

(57) Resumo: PRODUTO À BASE DE FIBRAS. A invenção se refere a um método para a produção de um produto à base de fibra, em que o método compreende as etapas de: a) aplicação de uma composição ligante sobre pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibra; b) determinar a distribuição da composição ligante aplicada sobre o pelo menos uma superfície inteira do pelo menos um substrato à base de fibras; e c) com base na determinação da etapa b), ou aceitar o pelo menos um substrato à base de fibras tratado para a produção do produto à base de fibra ou rejeitar o pelo menos um substrato à base de fibras tratado da produção do produto à base de fibras. A invenção se refere ainda a um método para a produção de uma composição ligante, a uma composição ligante e a um produto à base de fibras.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para: **" MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE UM PRODUTO À BASE DE FIBRAS ".**

[001] CAMPO DE INVENÇÃO

[002] A invenção se refere a um método para a produção de um produto à base de fibras, um método para a produção de uma composição ligante, uma composição ligante e um produto à base de fibra.

[003] ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[004] Os modernos processos de produção na indústria de madeira, tem uma velocidade de produção muito alta. Isso acarreta elevados requisitos para a confiabilidade e eficiência de controle de qualidade durante os processos. É sabido que as formas tradicionais de monitoramento de defeitos de produtos durante, por exemplo, resultado produção da madeira compensada em altas taxas de rejeição do produto final devido ao atraso entre a produção efetiva e a disponibilidade dos resultados de testes de qualidade dos mesmos. Para os produtos colados ou impregnados as principais fontes de defeitos estão relacionadas com o ligante e sua interação com o substrato. As já pequenas diferenças entre diferentes lotes de cola (por exemplo, viscosidade ou distribuição peso molecular) ou nas propriedades do substrato (por exemplo, teor de umidade ou densidade) já irão alterar significativamente o comportamento de adsorção e absorção do ligante sobre e dentro do substrato. Consequentemente, a fase de colagem é a parte mais desafiadora no processo de produção de madeira compensada. Problemas na colagem geralmente podem ser vistos somente após a prensagem a quente quando já é tarde demais.

[005] Os inventores da presente invenção têm reconhecido a necessidade de melhorar os sistemas para monitorar a qualidade dos substratos colados nos quais foi aplicada a composição ligante. A presente invenção se refere a um novo método para a produção de um produto à base de fibras, compreendendo um modo para monitorar a uniformidade da composição ligante aplicada.

[006] FINALIDADE DA INVENÇÃO

[007] O objetivo da invenção é proporcionar um novo tipo de método para a produção de um produto à base de fibra e proporcionar um método para a produção de uma composição ligante que permite o fácil monitoramento em linha dos defeitos imediatamente após a fase de colagem. O objetivo da invenção é também proporcionar uma nova composição ligante e um produto à base de fibra.

[008] SUMÁRIO

[009] O método para a produção de um produto à base de fibras de acordo com a presente invenção é caracterizado pelo que é apresentado na reivindicação 1.

[010] O método para a produção de uma composição ligante de acordo com a presente invenção é caracterizado pelo que é apresentado na reivindicação 18.

[011] A composição ligante obtida pelo método de acordo com a presente invenção é caracterizada pelo que é apresentado na reivindicação 28.

[012] O produto à base de fibra de acordo com a presente invenção é caracterizado pelo que é apresentado na reivindicação 29.

[013] BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[014] O desenho anexo, que é incluído para proporcionar uma maior compreensão da invenção e constitui uma parte desta descrição, ilustra as modalidades da invenção e juntamente com a descrição ajuda a explicar os princípios da invenção. No desenho:

[015] FIG. 1 é uma ilustração em diagrama de fluxo de um método de acordo com uma modalidade da presente invenção.

[016] DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[017] A presente invenção se refere a um método para a produção de um produto à base de fibra, compreendendo as etapas de:

a) aplicação de uma composição ligante sobre pelo menos uma superfície de pelo menos um substrato à base de fibras, cuja composição

ligante é preparada pelo uso de pelo menos substância polimerizável, agente reticulante, e corante, e em que o corante é usado em uma quantidade tal que a diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante preparada sem o uso do corante, tal como medida na escala de Gardner, é de pelo menos 3 unidades;

b) determinar a distribuição da composição ligante aplicada ao longo de toda a pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibras, e

c) com base na determinação da etapa b) aceitar o pelo menos um substrato à base de fibras tratado para a produção do produto à base de fibras ou rejeitar o pelo menos um substrato tratado à base de fibras da produção do produto à base de fibra.

[018] Os inventores da presente invenção surpreendente descobriram que a adição de um corante na composição ligante na quantidade de acordo com a presente invenção, facilita a determinação da distribuição da composição ligante aplicada sobre uma superfície do substrato à base de fibras. Especialmente, os inventores descobriram uma maneira eficiente de verificar imediatamente a distribuição antes de prosseguir para outras etapas de produção do produto à base de fibra. Isto aumenta o processo de produção, porque, se a composição ligante for uniformemente aplicada sobre a superfície desejada do substrato à base de fibras, a resistência do produto à base de fibra é boa. A informação sobre a distribuição da composição ligante na fase inicial da produção do produto à base de fibras, por exemplo, reduz significativamente os resíduos de madeira durante o processo de produção.

[019] A presente invenção se refere ainda a um método para a produção de uma composição ligante compreendendo a etapa de preparar a composição ligante, usando pelo menos uma substância polimerizável, agente de reticulação, e corante, em que o corante é usado em uma quantidade tal que a diferença entre a cor a composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante preparada sem o uso do corante, tal como medida na

escala de Gardner, é de pelo menos 3 unidades.

[020] A correspondente composição ligante é uma composição ligante de referência. A correspondente composição ligante é preparada da forma correspondente como a composição ligante de acordo com a presente invenção, exceto que o corante é excluído. No caso da preparação da composição ligante de acordo com a presente invenção incluir a adição do corante a uma composição anteriormente produzida compreendendo agentes de reticulação polimerizados com substância polimerizável, a correspondente composição ligante é preparada da mesma maneira como que a composição ligante de acordo com a presente invenção, exceto que o corante não é adicionado à correspondente composição ligante. No caso de a preparação da composição ligante de acordo com a presente invenção incluir a polimerização da substância polimerizável, o agente de reticulação e o corante, o corante é substituído, na preparação da correspondente composição ligante, pela mesma quantidade de uma substância polimerizável antes da etapa de polimerização.

[021] A presente invenção se refere ainda a uma composição ligante obtenível pelo método de acordo com a presente invenção.

[022] A presente invenção se refere ainda a um produto à base de fibra que compreende pelo menos um substrato à base de fibras tendo uma composição ligante aplicada sobre pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibras, cuja composição ligante é preparada pelo uso de pelo menos substância polimerizável, agente de reticulação, e corante, em que o corante é usado em uma quantidade tal que a diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante preparada sem o uso do corante, tal como medida na escala de Gardner, é de pelo menos 3 unidades.

[023] Em uma modalidade da presente invenção, a substância polimerizável é um composto selecionado a partir da classe de fenóis. Em uma modalidade da presente invenção, a substância polimerizável é selecionada a partir de um grupo que consiste em fenol, cresol, resorcinol e suas

combinações. Em uma modalidade da presente invenção, a substância polimerizável é fenol. Em uma modalidade da presente invenção, a substância polimerizável é selecionada de um grupo consistido de hidroxifenois de base biológica e seus derivativos.

[024] Em uma modalidade da presente invenção, o agente de reticulação é selecionado a partir de um grupo de aldeídos. Em uma modalidade da presente invenção o grupo de aldeídos compreende um aldeído, um derivado de um aldeído, um composto formador de aldeído e qualquer combinação dos mesmos. Em uma modalidade da presente invenção o derivado de um aldeído é hexametilenotetramina ou trioxano. Em uma modalidade da presente invenção, o agente de reticulação é selecionado a partir de um grupo de compostos consistindo de um aldeído aromático, glioxal, álcool furfurílico, caprolactama e glicol. O aldeído aromático pode ser aldeído furfurílico. Em uma modalidade da presente invenção, o agente de reticulação é um aldeído, e, preferivelmente formaldeído, paraformaldeído ou uma combinação destes.

[025] Em uma modalidade da presente invenção pelo menos um catalisador é usado para a produção da composição ligante. Em uma modalidade da presente invenção, o catalisador é uma base. Em uma modalidade da presente invenção, o catalisador é um metal alcalino ou um hidróxido alcalino. Em uma modalidade da presente invenção o catalisador compreende um sal ou um hidróxido de um metal alcalino. Em uma modalidade da presente invenção, o catalisador é selecionado a partir de um grupo que consiste em hidróxido de sódio, hidróxido de potássio e qualquer mistura dos mesmos. Em uma modalidade da presente invenção, o catalisador é uma amina orgânica.

[026] Em uma modalidade da presente invenção a pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato a base de fibras é qualquer parte da área superficial total do substrato à base de fibras. Em uma modalidade da presente invenção a pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibras é a metade da área total da superfície do substrato à base de

fibras. Em uma modalidade da presente invenção, a superfície do pelo menos um substrato à base de fibras significa várias formas na superfície do substrato à base de fibra. Em uma modalidade da presente invenção, a forma é uma faixa ou faixas múltiplas. Em uma modalidade da presente invenção, a forma é um ponto ou vários pontos. Por “a pelo menos uma superfície inteira” do pelo menos um substrato à base de fibras, isso significa a superfície inteira sobre a qual foi aplicada a composição ligante. Em outras palavras, “a pelo menos uma superfície inteira” não é necessariamente a área superficial total do substrato à base de fibras.

[027] Em uma modalidade da presente invenção, o pelo menos um substrato tratado à base de fibras é, na etapa c) aceito para a produção do produto à base de fibras quando a composição ligante aplicada é uniformemente distribuída sobre toda a superfície, como determinado visualmente.

[028] Em uma modalidade da presente invenção, o pelo menos um substrato tratado à base de fibras é, na etapa c), aceito para a produção do produto à base de fibra, quando o valor de contraste é de 50 % ou menos, em que o valor de contraste é determinado como $(D_S-D_t)/D_S \cdot 100$ %, em que D_S é a densidade de reflexão da composição ligante e D_t é a densidade de reflexão da superfície do pelo menos uma substrato à base de fibras tendo a composição ligante aplicada sobre o mesmo, tal como medido pela densitometria de reflexão.

[029] Densitometria de reflexão é a prática de caracterizar a quantidade de absorção de luz de materiais através da medição da refletância e calcular e reportar a densidade de reflexão. Densidade de reflexão (D) é a propriedade de absorção de luz de um material, expressa como o logaritmo do recíproco do fator de refletância (R). Maior densidade de reflexão é uma indicação de mais luz absorvida. Densidade de reflexão é calculada como se segue: $D = \text{Log}_{10}(1/R) = -\log_{10}(R)$. Densidade de reflexão do substrato à base de fibras sobre as quais a composição ligante foi aplicada é medida usando um densitômetro de

reflexão ou espectrodensitômetro de acordo com o método de teste padrão ASTM para a densidade da reflexão de material impresso (D7305-08a (reaprovado em 2013)). Ao longo de um intervalo limitado, as leituras da densidade da reflexão a partir de um densitômetro são aproximadamente proporcionais à espessura do filme da composição ligante, isto é, a uniformidade da composição ligante aplicada.

[030] A densitometria de reflexão pode ser usada para determinar se o filme da composição ligante aplicado é uniforme através da medição da densidade de reflexão sobre uma vasta área. Múltiplas medições de densidade de reflexão são tomadas em posições especificadas da superfície sobre a qual a composição ligante foi aplicada a fim de determinar um resultado médio. Por exemplo, cinco medições são tomadas, uma em cada canto, 25 mm da borda da superfície sobre a qual a composição ligante foi aplicada e um no meio da superfície. A média das cinco leituras é calculada. O contraste entre o substrato à base de fibras sobre a qual foi aplicada a composição ligante e a composição ligante é determinado. O valor de contraste é uma medida da uniformidade da camada de composição ligante sobre a superfície do substrato à base de fibras. Um valor de contraste de 50 % ou inferior é aceitável.

[031] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é usado em uma quantidade tal que a diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante preparada sem o uso do corante, tal como medida na escala de Gardner, é, preferivelmente, pelo menos 5 unidades, mais preferivelmente pelo menos 7 unidades, e ainda mais preferivelmente pelo menos 10 unidades.

[032] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é usado em uma quantidade tal que a diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante preparada sem o uso do corante, tal como medida na escala de Gardner, é de 3-18 unidades, preferivelmente 10-18 unidades e, mais preferivelmente 14-17 unidades. A diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante

também pode ser maior do que 18 unidades, mas o limite superior da escala de Gardner é de 18 unidades.

[033] Em uma modalidade da presente invenção, as fibras do substrato à base de fibras são fibras sintéticas ou naturais. As fibras sintéticas são feitas a partir de polímeros sintetizados ou moléculas pequenas. As fibras naturais são feitas a partir de fontes vegetais, animais e minerais. Em uma modalidade da presente invenção, as fibras do substrato à base de fibras são fibras naturais à base de madeira.

[034] Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras é um folheado. Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibra é de madeira ou material contendo madeira. Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras é um produto à base de celulose de madeira. Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras é um produto gluelam.

[035] Em uma modalidade da presente invenção, a composição ligante é aplicada sobre pelo menos uma superfície de pelo menos dois folheados e as pelo menos duas folheados são coladas em conjunto com a composição ligante. Em uma modalidade da presente invenção, pelo menos dois folheados são colados em conjunto com a composição ligante sob a influência de prensagem a quente.

[036] Em uma modalidade da presente invenção, o folheado é feito de madeira macia. Em uma modalidade da presente invenção, o folheado é feito de madeira.

[037] Em uma modalidade da presente invenção, o folheado é selecionado a partir de um grupo que consiste em folheado de pinheiro, choupo folheado, folheado de faia, folheado de abeto, folhado de vidoeiro. Em uma modalidade da presente invenção o folheado é folheado de abeto ou folheado de pinho. Em uma modalidade da presente invenção, o folheado é folhado de vidoeiro.

[038] Em uma modalidade da presente invenção, a etapa a) compreende a aplicação de 80-250 g, e mais preferivelmente 100-200 g de composição

ligante por metro quadrado de folheado. A quantidade da composição ligante aplicada por metro quadrado de folheado de acordo com a presente invenção resulta em bom contato entre a composição ligante e o folheado, o que leva a uma boa resistência e valor de falha de madeira do produto à base de fibra.

[039] Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras é uma lasca de madeira, papel, papelão ou algodão. Lasca de madeira é um pedaço de madeira formado pelo corte ou descamação de grandes peças de madeira. O tamanho das lascas de madeira pode variar.

[040] Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras base compreende fibras orgânicas, fibras inorgânicas, fibras de plástico, fibras de vidro, fibras de carbono, ou qualquer combinação das mesmas. Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras compreende ou é consistido por lã mineral. Em uma modalidade da presente invenção o substrato à base de fibras compreende ou é consistido em lã de rocha. Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras compreende ou é consistido de borracha, poliamida ou poliéster. Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras compreende ou é consistido de fibra vulcanizada.

[041] Em uma modalidade da presente invenção, a substância polimerizável, o agente de reticulação e o corante são polimerizados. Em uma modalidade da presente invenção a etapa de preparação da composição ligante compreende a etapa de polimerização da substância polimerizável, o agente de reticulação e o corante. Em uma modalidade da presente invenção a composição ligante, de acordo com a presente invenção é preparada pela formação de uma composição aquosa compreendendo corante, substância polimerizável e um agente de reticulação, e por permitir que as reações de polimerização ocorram entre estes componentes reagentes sob a influência de aquecimento da composição. Em uma modalidade da presente invenção, a composição ligante de acordo com a presente invenção é preparada pela mistura do corante com uma composição previamente produzida

compreendendo agente de reticulação polimerizado com a substância polimerizável.

[042] Em uma modalidade da presente invenção, a composição aquosa compreendendo pelo menos uma substância polimerizável e um agente de reticulação é aquecida a uma temperatura de 30-95 °C para permitir que as reações de polimerização ocorram, até que uma composição ligante com um valor de viscosidade de 80-1200 CP seja formada.

[043] Em uma modalidade da presente invenção, a composição aquosa compreendendo pelo menos uma substância polimerizável, agente de reticulação, e corante é aquecida a uma temperatura de 30-95 °C para permitir que as reações de polimerização ocorram, até que uma composição ligante com um valor de viscosidade de 80-1200 cp seja formada.

[044] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é um composto fenólico, preferivelmente um composto fenólico à base de madeira, e mais preferivelmente lignina ou tanino. Compostos fenólicos à base de madeira, especialmente ligninas e taninos, tem uma estrutura química semelhante à da resina PF. Portanto, uma dispersão homogênea dos componentes é formada, em que pelo menos uma parte dos componentes são solubilizados. A formação de uma dispersão homogênea minimiza a separação de fases dos componentes.

[045] Na presente descrição, a menos que de outra forma especificado, a expressão “lignina” deve ser entendida como a lignina proveniente de qualquer fonte adequada de lignina. A lignina pode incluir lignina essencialmente pura. Pela expressão “lignina essencialmente pura” deve ser entendida como, pelo menos, 90 % de lignina pura, preferivelmente, pelo menos, 95 % de lignina pura. Em uma modalidade da presente invenção a lignina essencialmente pura compreende no máximo 10 %, preferivelmente no máximo 5 %, de outros componentes. Extratídos e carboidratos tais como hemicelulose podem ser mencionados como exemplos de tais outros componentes. Em uma modalidade da presente invenção a lignina contém menos do que 10 % em

peso, preferivelmente menos que 6 % em peso, e mais preferivelmente menos do que 4 % em peso de carboidratos. A quantidade de carboidratos presentes em lignina pode ser medida por cromatografia de troca aniônica de alta resolução com detector de pulsos amperométricos (HPAE-PAD), de acordo com o padrão SCAN-CM 71.

[046] Em uma modalidade da presente invenção, o percentual de cinzas de lignina é menor que 7,5 % em peso, preferivelmente menor que 5 % em peso, e mais preferivelmente menos que 3 % em peso. O teor de cinzas pode ser determinado por carbonização e queima rápida de uma amostra de lignina para que sais alcalinos não sejam derretidos antes de a matéria orgânica ser queimada (por exemplo, 20-200 °C durante 30 minutos, após o que a temperatura é ajustada a 200- 600 °C durante 1 h, e depois ajustar a temperatura para 600-700 °C durante 1 hora), e, finalmente, a amostra de lignina é inflamada a 700 °C durante 1h. O teor em cinzas de uma amostra de lignina se refere à massa que resta da amostra após a queima e acendimento, e é apresentado como percentual do teor de matéria seca da amostra.

[047] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é selecionado de um grupo consistindo de lignina kraft, lignina de explosão de vapor, lignina de biorrefinaria, lignina de separação supercrítica, lignina de hidrólise, precipitado rápido de lignina, lignina proveniente de biomassa, lignina a partir de processo de polpação alcalina, lignina de processo de soda caustica, a lignina da polpação organossolve e suas combinações. Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é lignina à base de madeira. A lignina pode ser originada a partir de madeira macia, madeira dura, plantas anuais ou de uma combinação das mesmas.

[048] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é lignina kraft. Por “lignina kraft” deve ser entendido nesta descrição, a menos que indicado de outra forma, lignina que se origina a partir do licor negro do braqueamento. O licor negro é uma solução aquosa alcalina de resíduos de lignina, hemicelulose e compostos químicos inorgânicos usados em um processo de formação da

polpa branqueada. O licor negro do processo de produção da polpa branqueada compreende componentes originados a partir de diferentes espécies de fibras longa e curta em várias proporções. A lignina pode ser separada do licor negro por diferentes técnicas, incluindo, por exemplo, precipitação e filtração. Lignina geralmente começa a precipitar a valores de pH abaixo de 11-12. Valores de pH diferentes podem ser usados, a fim de precipitar as frações de lignina com diferentes propriedades. Estas frações de lignina diferem umas das outras por uma distribuição do peso molecular, por exemplo, pM e Mn, polidispersidade, hemicelulose e conteúdo extraído. A massa molar de lignina precipitada a um valor de pH mais elevado é maior do que a massa molar de lignina precipitada a um valor de pH mais baixo. Além disso, a distribuição de peso molecular da fração de lignina precipitada a um valor de pH inferior é mais larga do que da fração de lignina precipitada a um valor de pH mais elevado. A lignina precipitada pode ser purificada de impurezas inorgânicas, hemicelulose e extraídos de madeira usando etapas de lavagem ácidas. A purificação adicional pode ser conseguida por filtração.

[049] Em uma modalidade da presente invenção a lignina é lignina precipitada rapidamente. O termo “lignina precipitada rapidamente” deve ser entendido na presente descrição como a lignina que foi precipitada a partir do licor negro em um processo contínuo pela redução do pH de um fluxo de licor negro, sob a influência de um excesso de pressão de 200-1000 kPa, para baixo do nível de precipitação da lignina usando um agente acidificante a base de dióxido de carbono, preferivelmente dióxido de carbono, e por repentinamente liberar a pressão para a precipitação da lignina. O método para a produção de lignina rapidamente precipitada é divulgado no pedido de patente FI 20106073. O tempo de residência no método acima é inferior a 300 s. As partículas de lignina rapidamente precipitada, que tem um diâmetro de partícula inferior a 2 μm, formam aglomerados, o que pode ser separado do licor negro por exemplo usando filtração. A vantagem da lignina rapidamente precipitada é a sua maior reatividade em comparação com a lignina branqueada normal. A lignina

rapidamente precipitada pode ser purificada e/ou ativada se necessário para o processamento posterior.

[050] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é separada da biomassa pura. O processo de separação pode começar pela liquidificação da biomassa com álcali forte seguida por um processo de neutralização. Após o tratamento alcalino a lignina pode ser precipitada de um modo semelhante, tal como apresentado acima. Em uma modalidade da presente invenção a separação da lignina da biomassa compreende uma etapa de tratamento enzimático. O tratamento enzimático modifica a lignina a ser extraída a partir da biomassa. A lignina separada da biomassa pura é livre de enxofre.

[051] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é lignina explodida a vapor. Explosão a vapor é uma técnica de produção de polpa e extração que pode ser aplicada à madeira e outros materiais fibrosos orgânicos.

[052] Por “lignina biorrefinada” deve ser entendida nesta descrição, a menos que indicado de outra forma, a lignina que pode ser recuperada a partir de uma instalação de refino ou processamento onde a biomassa é convertida em combustível, produtos químicos e outros materiais.

[053] Por “lignina de separação supercrítica” deve ser entendida nesta descrição, a menos que indicado de outra forma, a lignina que pode ser recuperada a partir da biomassa usando a técnica de separação ou de extração de fluidos supercrítica. Condições supercríticas correspondem a temperatura e pressão acima do ponto crítico para uma dada substância. Em condições supercríticas, não existe a distinção entre as fases líquida e gasosa. Extração supercrítica aquosa ou líquida é um método de decomposição e conversão de biomassa em açúcar celulósico pelo emprego da água ou líquido sob condições supercríticas. A água ou líquido, atuando como solvente extrai açúcares a partir de material vegetal de celulose e a lignina permanece como uma partícula sólida.

[054] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é a lignina

hidrolisada. Lignina hidrolisada pode ser recuperada a partir da polpa de papel ou de processos químicos da madeira.

[055] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina tem origem a partir de um processo de organossolve. Organossolve é uma técnica de produção de polpa que utiliza um solvente orgânico para solubilizar a lignina e hemicelulose.

[056] Em uma modalidade da presente invenção, a lignina é lignina alquilada. Em uma modalidade da presente invenção, a lignina alquilada é preparada antes da preparação da composição ligante de acordo com a presente invenção.

[057] Em uma modalidade da presente invenção lignina alquilada é preparada usando o seguinte método, que compreende as etapas de:

i) formação de, sob aquecimento a uma temperatura de 30-98 °C, uma dispersão aquosa que compreende alcali e lignina, em que o alcali compreende um hidróxido de um metal alcalino; e

ii) aquecimento da dispersão formada na etapa a) a uma temperatura de 50-95 °C.

[058] Em uma modalidade da presente invenção, o alcali é selecionado de um grupo consistindo de hidróxido de sódio, hidróxido de potássio e uma sua mistura. Em uma modalidade da presente invenção, o alcali é hidróxido de sódio. Em uma modalidade da presente invenção, a concentração do alcali é 5-50 % em peso, e preferivelmente 10-25 % em peso com base no peso total da dispersão na etapa i). Em uma modalidade da presente invenção a concentração da lignina na etapa i) é 10-50 % em peso, preferivelmente 20-50 % em peso, e mais preferivelmente 20-45 % em peso com base no peso total da dispersão na etapa i). Em uma modalidade da presente invenção a etapa i) é realizada preferivelmente a uma temperatura de 30-80 °C, e mais preferivelmente a uma temperatura de 30-70 °C. Em uma modalidade da presente invenção a etapa i) é realizada preferivelmente a uma temperatura de 71-94 °C. Em uma modalidade da presente invenção, a etapa ii) é realizada

durante 15 minutos-24 horas, preferivelmente durante o período de 5 horas, e mais preferivelmente de 0,5-1,5 horas.

[059] Lignina alquilada tem uma maior reatividade em relação a lignina não tratada ou a assim chamada lignina bruta. Sem limitar a invenção a qualquer teoria específica sobre o porquê a etapa i) e a etapa ii) resultam em uma lignina mais reativa sendo formada, deve ser considerado que estas etapas resultar na estrutura macromolecular de lignina sendo aberta através da qual os obstáculos estéricos que normalmente desativamos grupos recativos nas estruturas da lignina são removidos. Estas etapas, ou o assim chamado processo de alquilação, também podem adicionar grupos carregados à macromolécula de lignina. A vantagem de usar, por exemplo, lignina alquilada para a produção de uma composição ligante é que a compatibilidade e comportamento de reação é muito melhor do que em um caso normal, em que não lignina tratada foi usada na fase de cozimento ou polimerização.

[060] Em uma modalidade da presente invenção, o tanino usado é originado a partir de quaisquer espécies de madeira. Taninos podem ser originados, por exemplo, de cascas ou cerne da madeira. Quebracho, faia e acácia são apresentados como exemplos de possíveis fontes de tanino.

[061] Em uma modalidade da presente invenção, o tanino usado é originado a partir de casca de madeira macia. Em uma modalidade da presente invenção o tanino é separado a partir de casca de madeira macia de unidades de descasque em serralherias ou fábricas de celulose. O processo de separação pode ser combinado com um processo de extração de etanol, um processo de extração de água quente, um processo de extração de vapor quente ou um processo de extração água-etanol da casca da madeira macia.

[062] Em uma modalidade da presente invenção o tanino é o tanino condensado. Tanino condensado tem um elevado teor de matéria seca e é, portanto, adequado para ser usado na presente invenção. O teor de matéria seca de tanino condensado pode variar entre 40-100 % e é, adequadamente, entre 60-90 % e preferivelmente entre 70-80 %. Tanino com um conteúdo de

matéria seca pode ser facilmente disperso, pelo que uma boa reatividade com os outros componentes do reagente é atingida. O tanino pode também ser tanino hidrolisado.

[063] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é lignina e a lignina tem um peso molecular médio em peso de 500-10000 g/mol, e preferivelmente de 2.000-8.000 g/mol.

[064] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é a lignina e o índice de polidispersão da lignina é de 1,5-15, preferivelmente 2-13, e mais preferivelmente 3-9. A faixa de índices de polidispersão de 3-9 resulta em menor variação na preparação da composição ligante e, portanto, torna mais fácil controlar a preparação da composição ligante.

[065] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é tanino e o tanino tem um peso molecular médio em peso de 1000-4000 g/mol, e de preferivelmente de 1300-3000 g/mol.

[066] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é tanino e o índice de polidispersão de tanino é 1-6, preferivelmente 1,1- 4, e mais preferivelmente 1,5- 3. O intervalo de índice de polidispersão de 1,5-3 resulta em uma menor variação na preparação da composição ligante e, portanto, torna mais fácil controlar a preparação da composição ligante.

[067] Quando lignina ou tanino da faixa peso molecular médio em peso e a faixa do índice de polidispersidade de peso molecular de acordo com a presente invenção é usado como um corante, a composição ligante penetra parcialmente no folheado e fica parcialmente sobre a superfície do folheado. Assim, a força do compensado preparado a partir do folheado é boa.

[068] O peso molecular da lignina ou tanino pode ser determinado usando cromatografia de exclusão por tamanho de alto desempenho.

[069] Em uma modalidade da presente invenção, o peso molecular da lignina ou tanino é determinado usando uma cromatografia de exclusão por tamanho de alto desempenho da seguinte maneira: Duas medições paralelas são efetuadas. 0,1 M NaOH, é usado como um eluente. A calibração é

realizada usando Na-poliestireno sulfonatos padrões tendo um peso molecular de 1.100-73.900 g/mol. Para o controle de qualidade, lignina kraft de padrão qualidade e PSS padrão de peso molecular são usados. As colunas usadas são précolunas PSS MCX, 1000 Å e 100 000 Å por colunas de separação cheias com matriz de copolímero de estireno-divinilbenzeno sufonatada. Programa corrida isocrática é usado. O tempo de corrida é de 45 minutos. O volume injetado é de 50 μl. O fluxo é de 0,5 ml por minuto. A temperatura é de 25 °C. Como um resultado da cromatografia, os valores de número de peso molecular médio (Mn), o peso molecular médio em peso (pM), o peso molecular de pico (Mp) e índice de polidispersão (PDI) pode ser reportada.

[070] O índice de polidispersão (PDI) pode ser determinado por cromatografia de exclusão por tamanho de alto desempenho (SEC-HPLC). O índice de polidispersibilidade (PDI) é uma medida da distribuição da massa molecular em uma dada amostra de polímero. O PDI é calculado como a média do peso do molecular, dividido pelo número médio do peso molecular. PDI indica a distribuição de massas moleculares individuais em um lote de polímeros. Quanto maior o índice de polidispersidade de corante, maior é o leque de distribuição do peso molecular do corante.

[071] Em uma modalidade da presente invenção, o corante é uma tintura de flavona, tintura de isoquinolina, tintura de polieno, tintura de pirano, tintura de cromeno, naftatintura de quinonas, tintura de quinonas, antratintura de quinonas, tintura de cromeno, tintura de benzofirona, corante índigo ou corante indol.

[072] Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras é uma placa de madeira e a composição ligante é pelo menos parcialmente absorvida pela pelo menos uma superfície da pelo menos uma placa de madeira.

[073] Em uma modalidade da presente invenção, a composição ligante aplicada é uniformemente distribuída ao longo de toda a pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibras, como determinado

visualmente.

[074] Em uma modalidade da presente invenção, o valor de contraste é de 50 % ou menos, e o valor de contraste é determinado como $(D_S-D_t)/Ds \cdot 100$ %, em que D_S é a densidade de reflexão da composição ligante e D_t é a densidade de reflexão da superfície do pelo menos um substrato à base de fibras tendo a composição ligante aplicada sobre o mesmo, tal como medido por densitometria de reflexão.

[075] Em uma modalidade da presente invenção, o produto à base de fibra é compensado e a falha média da madeira do compensado está acima de 60 %, preferivelmente acima de 70 %, e mais preferivelmente acima de 80 %. Falha da madeira é uma medida da força da composição ligante. Falha na madeira é determinada de acordo com o padrão EN314-1.

[076] Em uma modalidade da presente invenção 80-250 g, e mais preferivelmente 100-200 g de composição ligante é aplicada por metro quadrado do folheado.

[077] Em uma modalidade da presente invenção, o substrato à base de fibras de madeira é uma lasca.

[078] Em uma modalidade do produto à base de fibras, a composição ligante é obtida através do método de acordo com a presente invenção.

[079] As modalidades da invenção aqui anteriormente descritas podem ser usadas em qualquer combinação umas com as outras. Várias das modalidades podem ser combinadas em conjunto para formar uma modalidade adicional da invenção.

[080] Os métodos, a composição ligante ou o produto à base de fibra, para os quais a invenção é relacionada, podem compreender, pelo menos, uma das modalidades da invenção aqui descritas anteriormente.

[081] Uma vantagem do método de acordo com a presente invenção é que o método permite a uma simples e rápida determinação da distribuição da composição ligante sobre uma superfície do substrato à base de fibras durante o processo de produção de produtos à base de fibra. Isto é devido ao elevado

contraste entre a cor da composição ligante e a cor do substrato à base de fibras. Consequentemente, o método aumenta o processo global de produção de produtos à base de fibra. A distribuição da composição ligante pode ser determinada em linha, o que auxilia na detecção de defeitos de colagem ou de impregnação. Como resultado, é reduzida a quantidade de, por exemplo, resíduos de madeira. O método também melhora a qualidade do produto final, porque a uniformidade do filme da composição ligante aplicado sobre o substrato à base de fibras afeta a resistência do produto final.

[082] EXEMPLOS

[083] Será feita agora referência em detalhe às modalidades da presente invenção, um exemplo da qual é ilustrada nos desenhos anexos.

[084] A descrição que se segue descreve algumas modalidades da invenção em um tal detalhamento que uma pessoa especialista na técnica é capaz de usar a presente invenção com base na descrição. Nem todas as etapas das modalidades mentos são discutidas em detalhes, como muitas das etapas serão óbvias para o perito na arte com base na presente descrição.

[085] A Figura 1 ilustra um método de acordo com uma modalidade da presente invenção para a produção de um produto à base de fibra.

[086] Antes de aplicar a composição ligante sobre pelo menos uma superfície de pelo menos um substrato à base de fibras, a composição ligante é preparada. Pelo menos substância polimerizável, agente de reticulação e corante são usados para a preparação da composição ligante. Também outros componentes podem ser usados para a preparação da composição ligante. O corante é usado em uma quantidade tal que resulta em pelo menos três unidades de diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante de referência. A composição ligante de referência é preparada sob as mesmas condições de reação e usando as mesmas quantidades de componentes como a composição ligante de acordo com a presente invenção, exceto que o corante é excluído da preparação da composição ligante de referência. A cor da composição ligante e a composição

ligante de referência é medida na escala de Gardner.

[087] A composição ligante preparada tal como descrito acima, em seguida é aplicada sobre pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibras. A composição ligante pode ser aplicada sobre a área total da superfície do substrato à base de fibras. A composição ligante pode também ser aplicada sobre certas áreas na superfície do substrato à base de fibras. Estas áreas podem ser em forma de listras, pontos, ou qualquer outra forma.

[088] Após a aplicação da composição ligante sobre a superfície do substrato à base de fibras, a distribuição da composição ligante aplicada sobre toda a superfície que se destina a ser coberta é determinada. A determinação pode ser feita visualmente. A determinação pode também ser feita através da determinação do valor de contraste, tal como descrito na descrição acima.

[089] O substrato tratado à base de fibras, em seguida, é aceito para a produção do produto à base de fibra ou rejeitado da produção do produto à base de fibras, com base na etapa de determinação descrita acima.

[090] EXEMPLO 1-Preparação de uma composição ligante.

[091] Neste exemplo, uma composição ligante de lignina fenol-formaldeído (LPF) foi produzida.

[092] Foram usados os seguintes componentes e as suas quantidades:

Material	Concentração (%)	Massa (g)
NaOH	50	80
Água		145
Lignina kraft	73	205
Formaldeído	40	475
Fenol	90	300

[093] Neste exemplo, e os exemplos 2 e 7, a distribuição do peso molecular da lignina foi determinada por SEC-HPLC e o peso médio do peso molecular da lignina usada nestes exemplos foi 4000-6000 g/mol. O índice de polidispersividade da lignina usada nestes exemplos foi determinado por SEC-

HPLC e o índice de polidispersividade da lignina usada nestes exemplos foi 4-6.

[094] Inicialmente, uma composição ligante de fenol formaldeído sintético (PF) foi produzida por polimerização do fenol e formaldeído na presença de água e hidróxido de sódio (NaOH) como catalisador. Formaldeído foi adicionado de uma forma gradual a uma composição aquosa de fenol e em seguida a temperatura da composição formada foi aumentada até 80-90 °C. A composição foi preparada a esta temperatura até que um valor de viscosidade de 295 cP foi atingido. A viscosidade foi medida a 25 °C usando um viscosímetro rotativo. Para esta composição, a lignina usada como um corante foi misturado fisicamente.

[095] A lignina pode também ser lignina alquilada. Lignina alquilada pode ser preparada como descrito no Exemplo 2.

[096] A distribuição de peso molecular da composição ligante formada foi determinada por SEC-HPLC. De acordo com os resultados, o peso molecular médio em peso da composição ligante formada era 900-10000 g/mol.

[097] O índice de polidispersividade da composição ligante formada foi determinado por SEC-HPLC. De acordo com os resultados, o índice de polidispersibilidade da composição ligante formada foi 7.

[098] A diferença de cor da composição ligante formada tal como descrito acima e a correspondente composição ligante formada de forma semelhante exceto pela não adição da lignina, foi determinada na escala de Gardner como descrito no Exemplo 3. De acordo com os resultados, a diferença de cor foi de 10 unidades, tal como medida na escala de Gardner.

[099] A composição ligante formada como acima indicado foi ainda usada para a produção de produtos à base de fibra.

[0100] EXEMPLO 2-Preparação de uma composição ligante.

[0101] Neste exemplo, uma composição ligante LPF foi produzida.

[0102] Foram usados os seguintes componentes e as suas quantidades:

Material	Concentração (%)	Massa (g)

Material	Concentração (%)	Massa (g)
NaOH	50	103
Água		136
Lignina kraft	73	145
Formaldeído	37	268
Fenol	90	118

[0103] Inicialmente, a lignina alquilada foi preparada como se segue. Água e uma parte do hidróxido de sódio (65 g) foram misturados e o aquecimento da mistura foi iniciado. Em seguida, a lignina foi dispersa lentamente na mistura de hidróxido de sódio e água, com agitação, e, simultaneamente, a temperatura foi aumentada até 60 °C. Quando toda a lignina havia sido dispersa, a dispersão foi aquecida a uma temperatura de cerca de 76 °C durante cerca de 1 hora.

[0104] Em seguida, o fenol foi adicionado em um modo gradual para a composição formada acima contendo lignina alquilada, seguido da adição da primeira parte do formaldeído (125 g), também de uma maneira etapa a etapa. A composição formada foi então cozida a uma temperatura de 70-80 °C para permitir que os componentes reagentes nela, reagissem uns com os outros. Durante esta etapa de cozimento da composição, a segunda parte do formaldeído (143 g) foi adicionada à composição. Após a adição do formaldeído na composição, a composição foi preparada por mais dez minutos, após o que a última parte do catalisador, NaOH (38 g), foi adicionado à composição. Mais uma vez, a composição foi deixada cozinhando a uma temperatura de cerca de 80-90 °C durante cerca de 2 horas e 47 minutos, após a qual, o processo foi terminado pela refrigeração da composição da reação.

[0105] A distribuição de peso molecular da composição ligante formada foi determinada por SEC-HPLC. De acordo com os resultados, o peso molecular médio em peso da composição ligante formada foi 11.000-12.000 g/mol.

[0106] O índice de polidispersividade da composição ligante formada foi determinado por SEC-HPLC. De acordo com os resultados, o índice de polidispersibilidade da composição ligante formada foi de 8.

[0107] A diferença de cor da composição ligante formado tal como descrito acima e a correspondente composição ligante formada de maneira semelhante exceto pela não adição de lignina alquilada, foi determinada na escala Gardner como descrito no Exemplo 3. Na correspondente composição ligante, lignina alquilada foi substituída pela mesma quantidade de fenol antes da etapa de polimerização. De acordo com os resultados, a diferença de cor foi de 17 unidades, tal como medida na escala de Gardner.

[0108] A composição ligante formada como acima indicado foi ainda usada para a produção de produtos à base de fibra.

[0109] EXEMPLO 3-Coloração da composição ligante PF com a lignina e a análise da mudança de cor na escala de Gardner.

[0110] O objetivo deste ensaio foi o de criar um método para avaliar a cor de uma composição ligante de referência (composição ligante de fenol formaldeído, composição ligante PF) e, além disso, avaliar a alteração de cor na composição ligante induzida pela adição de lignina ou lignina alquilada (composição ligante lignina fenol formaldeído, composição ligante LPF).

[0111] A composição ligante LPF (exemplo 8) foi preparada como descrito no Exemplo 2. O A composição ligante PF (amostra 0, referência) foi preparada de um modo correspondente exceto que a lignina alquilada foi substituída pela mesma quantidade de fenol antes da etapa de polimerização.

[0112] As composições de ligação foram diluídas com água a uma concentração de 1 g (massa seca da composição ligante)/l. Composição ligante diluída foi colocada em um tubo de ensaio e a cor da diluição foi determinada visualmente por comparação da cor da diluição com a cor das amostras de referência dos laboratórios Gardner.

[0113] Lignina alquilada ou lignina não alquilada (lignina seca) foram então adicionadas à composição ligante PF diluída de acordo com a tabela 2, em uma concentração de 10 g/l. O teor de lignina da lignina alquilada foi de 30 %. As amostras e sua descrição são apresentadas na tabela 1.

[0114] A solução foi, em seguida, diluída também a uma concentração de 1 g/l. A cor da solução foi determinada visualmente por comparação da cor da solução com a cor das amostras de referência dos laboratórios Gardner. A cor da composição ligante com ou sem adição de lignina é apresentada na tabela 2.

Tabela 1. Amostras e sua descrição

Amostra	Descrição
0	Referência
1	Alquilada 1
2	Alquilada 2
3	Alquilada 3
4	Alquilada 4
5	Alquilada 5
6	Lignina seca 1
7	Lignina seca 2
8	Lignina polimerizada a composição ligante PF

Tabela 2. Quantidades de lignina e lignina alquilada e o resultado das medidas de coloração

Amos-tra	Composição ligante seca (g)	Fenol em amostra diluída (g)	Lignina alquilada adicionada (g)	Lignina seca adicionada (g)	Lignina/fenol (%)	Valor na escala Gardner
0	1	0,5	0	0	0	<1
1	1	0,5	0,17	0	10	3
2	1	0,5	0,5	0	30	5
3	1	0,5	0,83	0	50	10
4	1	0,5	1,676	0	100	13
5	1	0,5	3,33	0	200	18
6	1	0,5	0	0,1	20	3

7	1	0,5	0	0,15	30	6
8	1	0,5	0	0	50	18

[0115] De acordo com os resultados, a adição de lignina mudou a cor da composição ligante diluída. A alteração foi observada imediatamente após a adição de lignina alquilada e quando a lignina em pó seca foi dispersa na composição ligante. Ainda de acordo com os resultados, a adição de lignina seca ou alquilada deu resposta semelhante na escala de Gardner. As amostras 1 e 6 não foram aceitas para a produção de produtos à base de fibras, porque a diferença da cor da composição ligante e a cor da correspondente composição ligante de referência (amostra 0) era menor do que 3 unidades.

[0116] EXEMPLO 4 - Coloração da composição ligante PF com ácido tânico e a análise de mudança de cor na escala Gardner.

[0117] O objetivo deste ensaio foi avaliar a cor ou alteração da composição ligante induzida pela adição de ácido tânico.

[0118] A composição ligante PF foi preparada como descrito no Exemplo 1.

[0119] Composição ligante foi diluída com água para uma concentração de 1 g (massa seca de resina)/L. A composição ligante diluída foi colocada em um tubo de ensaio e a cor da diluição foi determinada visualmente por comparação da cor da diluição com a cor das amostras de referência dos laboratórios Gardner.

[0120] O ácido tânico (CAS: 1401-55-4, C76 H52 046), que é um tipo específico de tanino, em seguida, foi adicionado à composição ligante PF diluída de acordo com a tabela 3. A 1 g da composição ligante foi adicionado 0, 1, 2 ou 4 g de ácido tânico e a solução foi misturada. A distribuição do peso molecular do ácido tânico foi determinada por SEC-HPLC e o peso molecular médio em peso do ácido tânico usado foi 1,700 g/mol. O índice de polidispersividade do ácido tânico usado neste exemplo foi determinado por SEC-HPLC e o índice de polidispersividade do ácido tânico usado foi de 1,5.

[0121] A solução foi então diluída para uma concentração de 1 g/l. A cor da solução foi determinada visualmente pela comparação da cor da solução com a

cor das amostras de referência dos laboratórios Gardner. A cor da composição ligante com ou sem adição de ácido tânico é apresentada na tabela 3. O teor de matéria seca (DMC) da composição ligante foi determinado pelo aquecimento da amostra a uma temperatura de 60 °C durante 6 horas.

Tabela 3. Quantidades de ácido tânico e os resultados da medição da cor

Amos-tra	Composição ligante seca (g)	Composição ligante DMC (%)	Composição ligante diluída (g)	Tanino/ fenol (%)	Tanino adicionado (g)	Valor na escala Gardner
0	1	45,8	2,2	0	0	<1
1	1	45,8	2,2	200	1	3
2	1	45,8	2,2	400	2	6
3	1	45,8	2,2	800	4	11

[0122] De acordo com os resultados, a adição de ácido tânico mudou a cor da composição ligante diluída. A mudança foi observada imediatamente após a adição de ácido tânico na composição ligante. Amostra 1 não foi aceita para a produção do produto à base de fibras, porque a diferença da cor da composição ligante e a cor da correspondente composição ligante de referência (amostra 0) foi inferior a 3 unidades.

[0123] EXEMPLO 5 - Coloração da composição ligante PF com tintura de flavona quercitrina e a análise da mudança de cor na escala de Gardner.

[0124] O objetivo deste ensaio foi avaliar a cor ou alteração da composição ligante induzida pela adição da tintura de flavona quercitrina.

[0125] A composição ligante PF foi preparada como descrito no Exemplo 1.

[0126] Composição ligante foi diluída com água para uma concentração de 1 g (massa seca de resina)/L. A composição ligante diluída foi colocada em um tubo de ensaio e a cor da diluição foi determinada visualmente por comparação da cor da diluição com a cor das amostras de referência dos laboratórios Gardner.

[0127] Corante quercitrina (CAS: 522-12-3) foi, em seguida, adicionada a composição ligante PF diluída de acordo com a tabela 4. A 1 g de composição

ligante foi adicionado 0, 0,5, 1 ou 2 g de corante quercitrina e a solução foi misturada.

[0128] A solução foi então diluída até uma concentração de 1 g/l. A cor da solução foi determinada visualmente por comparação da cor da solução com a cor das amostras de referência dos laboratórios Gardner. A cor da composição ligante com ou sem adição do corante quercitrina é apresentada na tabela 4.

Tabela 4. Quantidades do corante quercitrina e os resultados da medição da cor

Amostra	Composição ligante seca (g)	Composição ligante DMC (%)	Composição ligante diluída (g)	Corante quercitrina adicionado (g)	Valor na escala Gardner
0	1	45,8	2,2	0	<1
1	1	45,8	2,2	0,5	3
2	1	45,8	2,2	1	5
3	1	45,8	2,2	2	8

[0129] De acordo com os resultados, a adição de corante quercitrina alterou significativamente a cor da composição ligante diluída. A alteração foi observada imediatamente após a adição do corante quercitrina na composição ligante. A amostra 1 não foi aceita para produção do produto à base de fibras, porque a diferença da cor da composição ligante e a cor da correspondente composição ligante de referência (amostra 0) era menor do que 3 unidades.

[0130] Em vez de corante quercitrina, qualquer outro corante, tal como tintura de isoquinolina, tintura de polieno, tintura de pirano, tintura de cromeno, naftoquinona corante, tintura de quinonas, antratintura de quinonas, tintura de cromeno, tintura de benzofirona, corante índigo ou corante indol, pode similarmente ser usado como corante.

[0131] EXEMPLO 6 - O uso de uma composição ligante para a produção de compensado.

[0132] A composição ligante do Exemplo 1 ou Exemplo 2 foi usada na produção de compensado. Foi usado folheado Spruce.

[0133] A composição ligante foi aplicada sobre a superfície de pelo menos

um dos lados das lâminas. A distribuição da composição ligante aplicada sobre a superfície do folheado foi determinada como se segue. A densidade de reflexão (D_t) da superfície, sobre a qual foi aplicada a composição ligante, foi medida por densitometria reflexão de acordo com o método teste padrão ASTM de para a densidade de reflexão da matéria impressa (D7305-08a (reaprovado em 2013)). Cinco medições separadas foram tomadas em cada canto e no meio da superfície sobre a qual a composição ligante foi aplicada. A média das cinco medições foi calculada. A densidade de reflexão da composição ligante (Ds) foi também medida por densitometria de reflexão. O valor de contraste foi determinado como $(D_S-D_t)/D_S \bullet 100$ %. O valor de contraste foi de 20 % quando se utilizou a composição ligante do Exemplo 1, e 15 % quando se utilizou a composição ligante do Exemplo 2. O valor de contraste foi verificado como aceitável e os folheados tratados foram aceitos para a produção de compensado.

[0134] Os folheados aceitos foram usados na produção de compensado da seguinte maneira. As lâminas de madeira foram unidas pela composição ligante para formar madeira compensada. Os folheados de madeira com a composição ligante foram pressionados pela técnica de prensagem a quente. A temperatura de prensagem a quente do compensado, usada foi de cerca de 130 °C. Para determinação do tempo de prensagem a quente ideal necessária para os diferentes compensados, o aumento da temperatura da mais interna linha de cola do painel de compensado foi seguido. O tempo de prensagem a quente foi o tempo que este levou para chegar a 100 °C, mais dois minutos para curar a composição ligante.

[0135] EXEMPLO 7-Preparação de uma composição ligante e aplicação da composição ligante em lã de rocha.

[0136] Inicialmente, uma composição ligante LPF foi produzida. Foram usados os seguintes componentes e as suas quantidades.

Material	Concentração (%)	Massa (g)
NaOH	50	110

Material	Concentração (%)	Massa (g)
Água		225
Lignina	70	170
Formaldeido	37	1090
Fenol	90	535
Ureia	100	110
Borato de sódio	100	45
Ácido bórico	100	25

[0137] Inicialmente, água, hidróxido de sódio, fenol e lignina foram misturados. Então, borato de sódio foi adicionado às dispersões e os componentes foram deixados reagindo durante uma hora a 50 °C. Formaldeído foi então adicionado e a dispersão foi aquecida a uma temperatura de 65 °C durante 2,5 horas. A dispersão foi então deixada resfriando até 40 °C e ácido bórico e ureia foram adicionados, respectivamente.

[0138] A lignina pode também ser lignina alquilada. Lignina alquilada pode ser preparada como descrito no Exemplo 2.

[0139] A distribuição de peso molecular da composição ligante formada foi determinada por SEC-HPLC. De acordo com os resultados, o peso molecular médio em peso da composição ligante formada foi 5000 6500 g/mol.

[0140] O índice de polidispersividade da composição ligante formada foi determinado por SEC-HPLC. De acordo com os resultados, o índice de polidispersibilidade da composição ligante formada foi de 7,5.

[0141] A diferença de cor da composição ligante formada tal como descrito acima e a correspondente composição ligante formada de forma semelhante exceto pela não adição de lignina, foi determinada na escala de Gardner como descrito no Exemplo 3. Na correspondente composição ligante, a lignina foi substituída pela mesma quantidade de fenol antes da etapa de polimerização. De acordo com os resultados, a diferença de cor foi de 16 unidades, tal como medida na escala de Gardner.

[0142] A composição ligante formada como acima indicado foi então aplicada sobre lã de rocha como se segue. A mistura de pedras vulcânicas e

coque foram alimentados a uma fornalha. A massa fundida foi deixada correndo fora do fundo da fornalha para a máquina de fiação, em que as fibras de lã de rocha foram centrifugadas para dar lã de rocha com uma estrutura semelhante à fibra. A fiação foi continuada enquanto quantidades menores da composição ligante preparada como acima e o óleo foram pulverizados sobre as fibras individuais da lã de rocha, isto é, o substrato à base de fibras, a fim de aplicar a composição ligante sobre lã de rocha. As fibras de lã de rocha, sobre a qual se aplicou a composição ligante, foram em seguida recolhidas sobre um transportador de correia.

[0143] A distribuição da composição ligante sobre toda a superfície das fibras de lã de rocha foi determinada visualmente pela detecção de que a superfície das fibras esteva colorida. De acordo com a determinação visual a lã de rocha foi aceita para a produção do produto à base de fibras, ou seja, um tapete de lã de rocha curada.

[0144] EXEMPLO 8-A aplicação de uma composição ligante em lascas de madeira.

[0145] A composição ligante do Exemplo 1 ou Exemplo 2 foi aplicada sobre as lascas de madeira.

[0146] A composição ligante foi aplicada sobre pelo menos uma superfície da lasca de madeira. A distribuição da composição ligante aplicada sobre toda a superfície da lasca de madeira foi determinada como descrito no Exemplo 5.

[0147] O valor de contraste foi de 30 % quando se utilizou a composição ligante de acordo com o Exemplo 1 e 15 % quando se utilizou a composição ligante de acordo com o Exemplo 2. O valor de contraste foi encontrado aceitável e as lascas de madeira tratadas foram aceitas para a produção de produto à base de fibra.

[0148] É óbvio para uma pessoa perita na técnica que, com o avanço da tecnologia, a ideia básica da invenção pode ser implementada de várias maneiras. A invenção e as suas modalidades, portanto, não estão limitadas aos exemplos descritos acima; em vez disso, podem variar dentro do âmbito das

reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para a produção de um produto à base de fibras, **caracterizado por** o método compreender as etapas de:

a) aplicação de uma composição ligante sobre pelo menos uma superfície de pelo menos um substrato à base de fibras, cuja composição ligante é preparada pelo uso de pelo menos uma substância polimerizável, agente reticulante, e corante, em que o corante é lignina ou lignina alcalinizada e em que o corante é usado em uma quantidade tal que a diferença entre a cor da composição ligante e a cor de uma correspondente composição ligante preparada sem o uso do corante, tal como medida na escala de Gardner, é de pelo menos 3 unidades;

b) determinar a distribuição da composição ligante aplicada ao longo de toda a pelo menos uma superfície do pelo menos um substrato à base de fibras; e

c) com base na determinação da etapa b) aceitar o pelo menos um substrato à base de fibras tratado para a produção do produto à base de fibras ou rejeitar o pelo menos um substrato tratado à base de fibras da produção do produto à base de fibra, o pelo menos um substrato tratado à base de fibras ser aceito para a produção do produto à base de fibra, quando o valor de contraste é de 50 % ou menos, em que o valor de contraste é determinada como $(D_S-D_t)/D_s$ x 100 %, onde D_s é a densidade de reflexão da composição ligante e D_t é a densidade de reflexão da superfície do pelo menos um substrato à base de fibras possuindo a composição ligante aplicada sobre ele, tal como medido por densitometria de reflexão.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** o corante ser de lignina e em que a lignina tem um peso molecular médio de 500-10000 g/mol, e preferencialmente de 2000-8000 g/mol, usando uma cromatografia de exclusão por tamanho de alto desempenho.

3. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, **caracterizado por** o corante ser lignina e em que o índice de polidispersibilidade

da lignina é de 1,5 - 15, preferencialmente 2 - 13, e mais preferencialmente 3 - 9, usando uma cromatografia de exclusão por tamanho de alto desempenho.

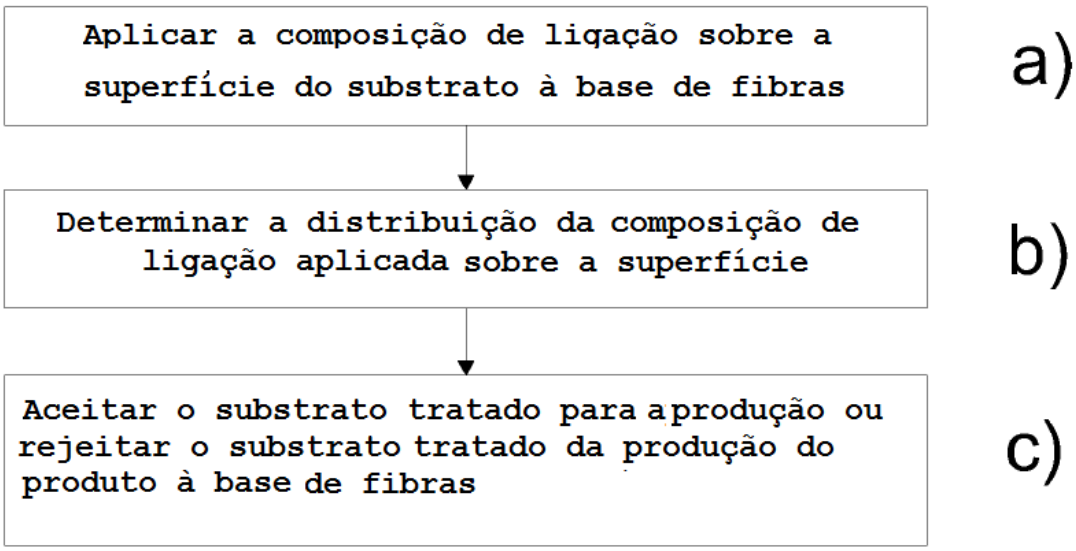

Aplicar a composição de ligação sobre a superfície do substrato à base de fibras
a)
Determinar a distribuição da composição de ligação aplicada sobre a superfície
b)
Aceitar o substrato tratado para a produção ou rejeitar o substrato tratado da produção do produto à base de fibras
c)

Fig. 1