

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 932 183**

51 Int. Cl.:

C09J 161/12 (2006.01)
C08G 8/38 (2006.01)
C08G 8/20 (2006.01)
C08L 97/02 (2006.01)
C09J 197/00 (2006.01)
C08H 7/00 (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.09.2014 PCT/FI2014/050738**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **02.04.2015 WO15044528**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.09.2014 E 14781257 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.11.2022 EP 3052549**

54 Título: **Método para aumentar la reactividad de la lignina**

30 Prioridad:

30.09.2013 FI 20135972

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

16.01.2023

73 Titular/es:

**UPM-KYMMENE CORPORATION (100.0%)
Alvar Aallon katu 1
00100 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**PIETARINEN, SUVI;
VALKONEN, SANNA y
RINGENA, OKKO**

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 932 183 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

Método para aumentar la reactividad de la lignina

5 **Campo de la invención**

La invención se refiere a un método para aumentar la reactividad de la lignina y a un método para producir una composición de aglutinante.

10 **Antecedentes de la invención**

La lignina es un polímero natural, que puede extraerse a partir de, por ejemplo, la madera. Dado que la lignina es un biopolímero natural, se ha investigado su uso como componente en pegamentos en lugar de materiales sintéticos con el fin de conseguir una composición de adhesivo más respetuosa con el medioambiente. Especialmente, la capacidad de reemplazar al fenol sintético en las resinas fenólicas, tales como la resina de fenol-formaldehído, ha sido el objeto de la técnica anterior.

Pueden usarse diferentes tipos de composiciones de adhesivo, tales como pegamentos fenólicos, con productos de madera. Los ejemplos de tales pegamentos incluyen composiciones que comprenden resina de fenol-formaldehído. Tradicionalmente, las resinas de fenol-formaldehído sintéticas se producen polimerizando fenol y formaldehído en presencia de un catalizador. Ejemplos de tales catalizadores son hidróxido de sodio (NaOH) y ácidos. El método para producir resina de fenol-formaldehído comprende añadir formaldehído de forma escalonada a una composición de fenol y, después de eso, elevar la temperatura de la composición formada hasta 80 - 90°C. La composición se cuece a esta temperatura hasta que se alcanza la viscosidad de la resina formada o la longitud de cadena de polímero deseadas.

La lignina puede usarse con el propósito de disminuir la cantidad de fenol sintético en una composición de resina. La lignina se ha usado previamente para reemplazar al fenol durante la producción de resina de lignina-fenol-formaldehído.

Ha sido posible reemplazar hasta el 30% del fenol sintético en la resina final, por ejemplo, resina de fenol-formaldehído, por lignina, pero un mayor reemplazo da como resultado propiedades insatisfactorias del pegamento producido.

Por tanto, los inventores han reconocido la necesidad de un método que dé como resultado un mayor reemplazo de fenol en la composición, y por tanto, una composición de aglutinante más respetuosa con el medioambiente que tenga propiedades adecuadas para su uso en diferentes aplicaciones.

Propósito de la invención

El propósito de la invención es proporcionar un nuevo método para aumentar la reactividad de la lignina. Además, el propósito de la invención es proporcionar un nuevo tipo de método, en el que se use más lignina reactiva para reemplazar al menos parte de la cantidad de materiales sintéticos usados durante la producción de una composición de aglutinante. Especialmente, el propósito es producir una composición de aglutinante más respetuosa con el medioambiente que va a usarse, por ejemplo, en aplicaciones de adhesivo.

Sumario

El método para aumentar la reactividad de la lignina según la presente invención se caracteriza por lo que se presenta en la reivindicación 1.

El método para producir una composición de aglutinante según la presente invención se caracteriza por lo que se presenta en la reivindicación 18.

Breve descripción de los dibujos

El dibujo adjunto, que se incluye para proporcionar una mayor comprensión de la invención y constituir una parte de esta memoria descriptiva, ilustra una realización de la invención y, junto con la descripción, ayuda a explicar los principios de la invención. En el dibujo:

la figura 1 es una ilustración de diagrama de flujo de un método para aumentar la reactividad de la lignina y del uso de lignina que tiene reactividad aumentada según una realización de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un método para aumentar la reactividad de la lignina, método que comprende las siguientes etapas:

a) formar, bajo calentamiento a una temperatura de 76 - 94°C, una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina, en la que el álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino; y

5 b) calentar la dispersión formada en la etapa a) a una temperatura de 50 - 95°C para producir lignina alcalinizada.

Un inconveniente de los diferentes métodos para separar o aislar la lignina de, por ejemplo, la biomasa es que la lignina se condensa durante el procedimiento debido al entorno de bajo pH usado. Por tanto, la lignina separada tiene una reactividad bastante baja y una naturaleza heterogénea, que afectan a las reacciones con otros componentes reactantes durante, por ejemplo, la producción de una composición de aglutinante. La baja reactividad de la lignina ha sido uno de los motivos que impiden un mayor nivel de reemplazo de, por ejemplo, fenol sintético en composiciones de aglutinante con lignina de origen biológico. Se ha reconocido que las propiedades de las composiciones de aglutinante actualmente disponibles, en las que hasta el 50 - 60% del fenol sintético se ha reemplazado por lignina, no son aceptables para, por ejemplo, aplicaciones de pegado. Por ejemplo, la resistencia de las juntas pegadas no ha estado en el nivel requerido.

Los inventores hallaron sorprendentemente que la reactividad de la lignina puede aumentarse mediante el método de la presente invención y, además, que puede conseguirse un mayor nivel de reemplazo de, por ejemplo, fenol sintético en composiciones de aglutinante cuando se usa esta clase de lignina activada durante la producción de la composición de aglutinante.

La expresión "lignina que tiene reactividad aumentada" debe entenderse en esta memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, como que se refiere a lignina que se ha tratado mediante el método según la presente invención. Tratar la lignina con el método según la presente invención activa la lignina haciéndola más adecuada para su uso en más aplicaciones. Por tanto, se aumenta la reactividad de la lignina en comparación con la lignina que no se ha tratado mediante el método según la presente invención.

En esta memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, la expresión "lignina" debe entenderse como cualquier lignina adecuada para su uso en la presente invención.

30 La lignina puede incluir lignina esencialmente pura así como derivados de lignina y modificaciones de lignina.

Por la expresión "lignina esencialmente pura" debe entenderse como lignina al menos el 90% pura, preferiblemente lignina al menos el 95% pura. En una realización de la presente invención, la lignina esencialmente pura comprende como máximo el 10%, preferiblemente como máximo el 5%, de otros componentes. Como ejemplos de tales otros componentes pueden mencionarse extractivos e hidratos de carbono tales como hemicelulosas. En una realización de la presente invención, la lignina contiene menos del 10% en peso, preferiblemente menos del 6% en peso, y más preferiblemente menos del 4% en peso de hidratos de carbono. La cantidad de hidratos de carbono presentes en la lignina puede medirse mediante cromatografía de intercambio aniónico de alta resolución con detector amperométrico pulsado (HPAE-PAD) según la norma SCAN-CM 71. En una realización de la presente invención, el porcentaje de cenizas de la lignina es menor del 7,5% en peso, preferiblemente menor del 5% en peso, y más preferiblemente menor del 3% en peso. El contenido de cenizas puede determinarse mediante carbonificación y quemado rápido de una muestra de lignina de modo que las sales de álcali no se funden antes de que se haya quemado la materia orgánica (por ejemplo, 20-200°C durante 30 minutos, tras lo cual se ajusta la temperatura a 200-600°C durante 1 h, y después de eso se ajusta la temperatura a 600-700°C durante 1 hora), y finalmente se somete a ignición la muestra de lignina a 700°C durante 1 h. El contenido de cenizas de una muestra de lignina se refiere a la masa que queda de la muestra después del quemado y la ignición, y se presenta como porcentaje del contenido seco de la muestra. En una realización de la presente invención, el peso molecular promedio en peso (Mw) de la lignina es de 1000 - 15000 g/mol, preferiblemente de 2000 - 10000 g/mol, y más preferiblemente de 3000 - 8000 g/mol. En una realización de la presente invención, el peso molecular promedio en número (Mn) de la lignina es de 700 - 4000, preferiblemente de 800 - 3000, y más preferiblemente de 1000 - 2500. En una realización de la presente invención, la polidispersidad de la lignina es de 1,0 - 7, preferiblemente de 1,2 - 6, y más preferiblemente de 1,4 - 4,5.

En una realización de la presente invención, el índice de eliminación de radicales normalizado (NRSI) de la lignina es de 0,01 - 20, preferiblemente de 0,05 - 10, y más preferiblemente de 0,1 - 6. La actividad antioxidante de los extractos puede evaluarse usando el método de DPPH en extractos de dioxano. La base del método de eliminación de radicales se describe en Malterud *et al.* (Pharmacol. Toxicol. 1996, 78: 111-116). El método se basa en la capacidad de los extractos y componentes puros para reaccionar con moléculas de radical 1,1-difenilpicril-2-hidrazilo (DPPH•) cuando el DPPH pierde su característica de radical. La disminución de la forma de radical puede observarse con un espectrofotómetro como un cambio del color de la disolución de violeta a amarillo (se mide la absorbancia a una longitud de onda de 515 nm). El RSI (índice de eliminación de radicales) se define como la inversa de la concentración que produjo una inhibición del 50% en la absorbancia de DPPH a 515 nm. Luego pueden "normalizarse" los resultados (NRSI) dividiendo el RSI de la muestra entre el valor de RSI para el control de hidroxitolueno butilado (BHT).

65 En una realización de la presente invención, la lignina tiene una cantidad de 0,1 - 6 mmol, preferiblemente de 0,3 - 3,5 mmol de grupos hidroxilo alifáticos por gramo de lignina. Los grupos hidroxilo alifáticos pueden determinarse

caracterizando una muestra de lignina con espectroscopía de ^{31}P -RMN después de la fosfitilación y, tras lo cual, pueden determinarse cuantitativamente los grupos hidroxilo alifáticos. Para los análisis de ^{31}P -RMN, pueden pesarse 40 mg de lignina y disolverse en 300 ul de N,N-dimetilformamida. Después de la disolución total, se añaden 200 ul de piridina, 400 ul (0,05 M) de disolución de patrón interno (ISTD) de endo-N-hidroxi-5-norborneno-2,3-dicarboximida en piridina/ CDCl_3 y 100 ul de disolución de $\text{Cr}(\text{acac})_3$ en piridina/ CDCl_3 . Luego se añaden gota a gota 200 ul del reactivo de fosfitilación 2-cloro-4,4,5,5-tetrametil-1,3,2-dioxafosfolano. Finalmente se añaden 600 ul de CDCl_3 a la disolución y se consigue una disolución de marrón a negra. Luego pueden medirse muestras recién preparadas con ^{31}P -RMN a temperatura ambiente. Puede usarse un espectrómetro de RMN de 500 MHz de Bruker para la medición. La medición de ^{31}P -RMN se basa en el método desarrollado por Grannata y Argyropoulos (Grannata A. y Argyropoulos D.S., 2-Chloro-4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaphospholane, a reagent for the accurate determination of the uncondensed and condensed phenolic moieties in lignins. J. Agric. Food Chem, 1995, 43:1538-1544). Los resultados se calculan como mmol/g de lignina.

En una realización de la presente invención, la lignina se selecciona de un grupo que consiste en lignina Kraft, lignina de explosión de vapor, lignina de biorrefinería, lignina de separación en condiciones supercríticas, lignina de hidrólisis, lignina de precipitación ultrarrápida, lignina procedente de la biomasa, lignina del procedimiento de fabricación de pasta alcalina, lignina del procedimiento de la sosa, lignina de la fabricación de pulpa organosolv y combinaciones de las mismas. En una realización de la presente invención, la lignina es lignina celulósica. La lignina puede proceder de madera de coníferas, madera de frondosas, plantas anuales o una combinación de las mismas.

Componentes de lignina diferentes pueden tener propiedades diferentes, por ejemplo, peso molecular, masa molar, polidispersidad, contenido de hemicelulosa y contenido de extractivo. En una realización de la presente invención, la lignina incluye agua pero no disolvente.

Por "lignina Kraft" debe entenderse en esta memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, lignina que procede del licor negro de Kraft. El licor negro es una disolución acuosa alcalina de residuos de lignina, hemicelulosa y sustancias químicas inorgánicas usadas en un procedimiento de fabricación de pasta de Kraft. El licor negro del procedimiento de fabricación de pasta comprende componentes procedentes de diferentes especies de madera de coníferas y madera de frondosas en diversas proporciones. La lignina puede separarse del licor negro mediante diferentes técnicas, incluyendo, por ejemplo, precipitación y filtración. La lignina habitualmente comienza a precipitar a valores de pH inferiores a 11 - 12. Pueden usarse diferentes valores de pH con el fin de precipitar fracciones de lignina con diferentes propiedades. Estas fracciones de lignina difieren entre sí en la distribución de peso molecular, por ejemplo, M_w y M_n , la polidispersidad, el contenido de hemicelulosa y el contenido de extractivo. La masa molar de la lignina precipitada a un mayor valor de pH es mayor que la masa molar de la lignina precipitada a un menor valor de pH. Además, la distribución de peso molecular de la fracción de lignina precipitada a un menor valor de pH es más amplia que la de la fracción de lignina precipitada a un mayor valor de pH. Por tanto, pueden variarse las propiedades de la lignina dependiendo del uso final de la aplicación de pegado.

La lignina precipitada puede purificarse de impurezas inorgánicas, hemicelulosa y extractivos celulósicos usando etapas de lavado con ácido. Puede conseguirse una purificación adicional mediante filtración.

En una realización de la presente invención, el contenido de materia seca de la lignina es inferior al 98%, preferiblemente del 40 - 80%, y más preferiblemente del 50 - 70%. El contenido de sólidos secos puede medirse secando una muestra de lignina de 1 - 5 g a una temperatura de 60°C o superior en un horno de vacío durante cuatro horas.

En una realización de la presente invención, la lignina es lignina de precipitación ultrarrápida. El término "lignina de precipitación ultrarrápida" debe entenderse en esta memoria descriptiva como lignina que se ha precipitado a partir de licor negro en un procedimiento continuo disminuyendo el pH de un flujo de licor negro, bajo la influencia de una sobrepresión de 200 - 1000 kPa, hasta el nivel de precipitación de lignina usando un agente de acidificación a base de dióxido de carbono, preferiblemente dióxido de carbono, y liberando repentinamente la presión para precipitar la lignina. El método para producir lignina de precipitación ultrarrápida se divulga en la solicitud de patente FI 20106073. El tiempo de residencia en el método anterior es inferior a 300 s. Las partículas de lignina de precipitación ultrarrápida, que tienen un diámetro de partícula menor de 2 μm , forman aglomerados, que pueden separarse del licor negro usando, por ejemplo, filtración. La ventaja de la lignina de precipitación ultrarrápida es su mayor reactividad en comparación con la lignina Kraft normal. La lignina de precipitación ultrarrápida puede purificarse y/o activarse si fuera necesario para el procesamiento posterior.

En una realización de la presente invención, la lignina se separa de biomasa pura. El procedimiento de separación puede comenzar con la licuefacción de la biomasa con álcali fuerte seguido de un procedimiento de neutralización. Después del tratamiento con álcali, la lignina puede precipitarse de manera similar a la presentada anteriormente. En una realización de la presente invención, la separación de lignina a partir de biomasa comprende una etapa de tratamiento enzimático. El tratamiento enzimático modifica la lignina que va a extraerse a partir de la biomasa. La lignina separada de la biomasa pura está libre de azufre y, por tanto, es valiosa en el procesamiento posterior.

En una realización de la presente invención, la lignina es lignina de explosión de vapor. La explosión de vapor es una

técnica de fabricación de pulpa y extracción que puede aplicarse a la madera y a otros materiales orgánicos fibrosos.

5 Por "lignina de biorrefinería" debe entenderse en esta memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, lignina que puede recuperarse a partir de un procedimiento o una instalación de refinado donde la biomasa se convierte en combustible, sustancias químicas y otros materiales.

10 Por "lignina de separación en condiciones supercríticas" debe entenderse en esta memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, lignina que puede recuperarse a partir de la biomasa usando una técnica de extracción o separación con fluidos supercríticos. Las condiciones supercríticas corresponden a la temperatura y a la presión superiores al punto crítico para una sustancia dada. En las condiciones supercríticas, no existen distintas fases de líquido y gas. La extracción con agua o líquido en condiciones supercríticas es un método de descomposición y conversión de la biomasa en azúcar celulósico empleando agua o líquido en condiciones supercríticas. El agua o líquido, que actúa como disolvente, extrae los azúcares de la materia vegetal celulósica y la lignina permanece como partícula sólida.

15 En una realización de la presente invención, la lignina es lignina de hidrólisis. La lignina hidrolizada puede recuperarse a partir de procedimientos químicos de la madera o pasta de papel.

20 En una realización de la presente invención, la lignina procede de un procedimiento de organosolv. El organosolv es una técnica de fabricación de pasta que usa un disolvente orgánico para solubilizar la lignina y la hemicelulosa.

En una realización de la presente invención, la lignina que va a tratarse tiene un peso molecular promedio de 1000 - 15000 g/mol, preferiblemente de 2000 - 10000 g/mol, y más preferiblemente de 2500 - 8000 g/mol.

25 El álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino. En una realización de la presente invención, el álcali se selecciona de un grupo que consiste en hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y mezclas de los mismos. En una realización de la presente invención, el álcali es hidróxido de sodio.

30 En una realización de la presente invención, la concentración de álcali es del 5 - 50% en peso, y preferiblemente del 10 - 25% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).

35 En una realización de la presente invención, la concentración de lignina en la etapa a) es del 10 - 50% en peso, preferiblemente del 20 - 50% en peso, y más preferiblemente del 20 - 45% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).

Se usa una temperatura de 76 - 94°C en la etapa a) del método según la presente invención. Esta alta temperatura afecta de manera beneficiosa al tiempo necesario para formar una dispersión homogénea. En una realización de la presente invención, la temperatura en la etapa a) es preferiblemente de 76 - 90°C.

40 En una realización de la presente invención, la temperatura en la etapa b) es preferiblemente de 60 - 85°C.

En una realización de la presente invención, la etapa b) se lleva a cabo durante 15 minutos - 24 horas, preferiblemente durante no más de 5 horas, y más preferiblemente durante 0,5 - 1,5 horas.

45 El método según la presente invención, y especialmente las etapas de alcalinización a) y b) dan como resultado la activación de la lignina. Tal como se comentó anteriormente, la lignina se condensa durante los procedimientos de aislamiento o separación con ácido. Sin limitar la invención a ninguna teoría específica sobre por qué la alcalinización de la lignina da como resultado la formación de una lignina más reactiva, debe considerarse que la alcalinización abre la estructura macromolecular de la lignina, mediante lo cual se eliminan los impedimentos estéricos que habitualmente desactivan los grupos reactivos en las estructuras de lignina. La alcalinización también puede añadirse grupos cargados a la macromolécula de lignina. La ventaja de usar lignina alcalinizada, por ejemplo, para producir una composición de aglutinante es que la compatibilidad y el comportamiento de reacción son mucho mejores que en un caso normal, en el que se ha usado lignina no tratada en la etapa de cocción o polimerización. Los inventores de la presente invención hallaron sorprendentemente que el uso de la temperatura de 76 - 94°C, y especialmente de 76 - 85°C, en la etapa a) afecta de manera beneficiosa a la velocidad de disolución de la lignina en álcali y agua así como a la cantidad total de lignina que puede disolverse. Los inventores de la presente invención también hallaron sorprendentemente que el tiempo bastante corto de dispersión y procesamiento que puede usarse en la etapa a) dio como resultado de manera beneficiosa una alta reactividad de la lignina tratada como resultado de que tiene lugar menos condensación durante el procedimiento.

60 En una realización de la presente invención, el método comprende, antes de la etapa a), la etapa i) de hacer reaccionar lignina con un compuesto seleccionado de la clase de fenoles. En una realización de la presente invención, el compuesto se selecciona de un grupo que consiste en fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos. En una realización de la presente invención, el compuesto es fenol. Permitir que la parte alifática de la lignina reaccione con, por ejemplo, fenol aumenta el número de grupos OH fenólicos unidos a la parte alifática de la lignina. A medida que aumenta el número de grupos OH, se aumenta la reactividad de la lignina durante, por ejemplo, la etapa de

5 cocción de un método de producción de aglutinante con los otros componentes reactantes. La ventaja de la lignina fenolizada alcalinizante es que, además de tener nuevos grupos OH fenólicos unidos a la lignina, la estructura de lignina se abrirá tal como se comentó anteriormente. La reactividad aumentada de la lignina tiene la ventaja de permitir el reemplazo de una mayor cantidad de reactantes sintéticos tales como el fenol por lignina de origen biológico en la composición de aglutinante final.

10 En una realización de la presente invención, la etapa i) se lleva a cabo a una temperatura de 100 - 140°C durante 1 - 3 horas en presencia de un catalizador. En una realización de la presente invención, el catalizador usado en la etapa i) es un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico (H₂SO₄).

15 En una realización de la presente invención, el método comprende, después de la etapa b), la etapa ii) de añadir un aldehído, un derivado de un aldehído, o una combinación de los mismos, a la dispersión formada en la etapa b). En una realización de la presente invención, el derivado de un aldehído es hexametilentetramina, paraformaldehído o trioxano. En una realización de la presente invención, la lignina alcalinizada se hace reaccionar con un aldehído aromático, o glioxal. En una realización de la presente invención, el aldehído aromático furfuraldehído. En una realización de la presente invención, el aldehído es formaldehído.

20 En una realización de la presente invención, la lignina alcalinizada se hace reaccionar con un aldehído, por ejemplo, formaldehído, con el fin de formar lignina hidroximetilada. Permitir que la lignina alcalinizada reaccione con, por ejemplo, formaldehído aumenta adicionalmente la reactividad de la lignina ya que aumentan los grupos hidroximetilo, grupos que reaccionan fácilmente con los otros componentes reactantes durante, por ejemplo, la etapa de cocción de la resina.

25 En una realización de la presente invención, en la etapa ii), la razón en peso del aldehído con respecto a la lignina en la dispersión de la etapa b) es de 0,2 - 0,7, y preferiblemente de 0,3 - 0,6. En una realización de la presente invención, la lignina se ha sometido a alcalinización; a fenolización y alcalinización; a alcalinización e hidroximetilación; o a fenolización, alcalinización e hidroximetilación.

30 La presente invención se refiere además a un método para producir una composición de aglutinante, en el que el método comprende las etapas de:

35 a) formar, bajo calentamiento a una temperatura de 76 - 94°C, una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina, en la que el álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino; y

b) calentar la dispersión formada en la etapa a) a una temperatura de 50-95°C para producir lignina alcalinizada; y

40 (iii) cocer una composición acuosa que comprende componentes reactantes incluyendo la lignina que puede obtenerse a partir de la etapa b), una sustancia polimerizable seleccionada del grupo que consiste en fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos, y un agente de reticulación seleccionado de un aldehído, un derivado de un aldehído, un compuesto formador de aldehído y combinaciones de los mismos, en presencia de un catalizador que es una base a una temperatura de 60 - 95°C para polimerizar los componentes reactantes hasta que se forme una composición de aglutinante con un índice de viscosidad predeterminado.

45 En una realización de la presente invención, la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina que se ha alcalinizado según la presente invención. En una realización de la presente invención, la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina que se ha fenolizado y alcalinizado según la presente invención. En una realización de la presente invención, la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina que se ha alcalinizado e hidroximetilado según la presente invención. En una realización de la presente invención, la lignina usada en el método para producir una composición de aglutinante es lignina que se ha fenolizado, alcalinizado e hidroximetilado según la presente invención.

50 En una realización de la presente invención, el índice de viscosidad predeterminado de la composición de aglutinante final es de al menos 40 cP, preferiblemente de al menos 50 cP, y más preferiblemente de al menos 80 cP. En una realización de la presente invención, el índice de viscosidad predeterminado de la composición de aglutinante final es de al menos 40 pero no más de 250 cP, preferiblemente de al menos 50 cP pero no más de 150 cP, y más preferiblemente de al menos 80 pero no más de 120 cP.

55 En una realización de la presente invención, el índice de viscosidad predeterminado de la composición de aglutinante final es de al menos 250 cP, preferiblemente de al menos 300 cP, y más preferiblemente de al menos 500 cP. En una realización de la presente invención, el índice de viscosidad predeterminado de la composición de aglutinante final es de al menos 250 cP pero no más de 1500 cP, preferiblemente de al menos 300 cP pero no más de 1200 cP, y más preferiblemente de al menos 500 pero no más de 1000 cP. La viscosidad se mide a 25°C usando un viscosímetro rotativo. El índice de viscosidad predeterminado de la composición de aglutinante final puede variar dependiendo de la aplicación específica en la que vaya a usarse la composición de aglutinante.

60 El orden preciso de combinación y/o adición de los componentes necesarios para la producción de la composición de

aglutinante puede variar dependiendo de, por ejemplo, las propiedades requeridas de la composición de aglutinante formada. La elección de la secuencia de combinación y/o adición de los componentes requeridos está dentro del conocimiento del experto. La cantidad precisa de los componentes usados para producir la composición de aglutinante puede variar, y la elección de las cantidades de los diferentes componentes está dentro del conocimiento del experto basándose en esta memoria descriptiva. La temperatura puede controlarse durante la producción de la composición de aglutinante enfriando y/o calentando la composición.

La característica esencial del método de producción de aglutinante es que se permite que los componentes reactantes, por ejemplo, la lignina tratada según la presente invención, el agente de reticulación y la sustancia polimerizable, reaccionen entre sí en un entorno acuoso en presencia de un catalizador y bajo calentamiento, de tal manera que los componentes reactantes se sintetizan realmente juntos y no sólo se mezclan físicamente juntos.

El método de la presente invención da como resultado sorprendentemente una composición de aglutinante más respetuosa con el medioambiente puesto que, en el método de producción de aglutinante, el polímero natural lignina, que es un polímero fenólico, ha reemplazado al menos parte de la sustancia fenol sintético habitualmente usada en la producción de composiciones fenólicas tales como la resina de fenol-formaldehído. Sin limitar la invención a ninguna teoría específica sobre por qué el método de la presente invención da como resultado la ventaja anteriormente mencionada, debe considerarse que la idoneidad de reemplazar al menos parte de, por ejemplo, el fenol por lignina se debe al hecho de que la lignina, cuya reactividad se ha aumentado mediante el método de la presente invención, reacciona eficazmente con un aldehído, tal como formaldehído, de manera bastante similar al fenol.

En una realización de la presente invención, la composición acuosa comprende además tanino como componente reactante.

En una realización de la presente invención, el tanino usado procede de cualquier especie celulósica. El tanino puede proceder de, por ejemplo, corteza o duramen. El quebracho, la haya y la acacia se presentan como ejemplos de posibles fuentes de tanino. En una realización de la presente invención, el tanino usado procede de corteza de madera de coníferas. En una realización de la presente invención, el tanino se separa de la corteza de madera de coníferas de unidades de descortezado en serrerías o fábricas de pasta. El procedimiento de separación puede combinarse con un procedimiento de extracción con etanol, un procedimiento de extracción con agua caliente, un procedimiento de extracción con vapor caliente o un procedimiento de extracción con agua-etanol de corteza de madera de coníferas. En una realización de la presente invención, el tanino es tanino condensado. El tanino condensado tiene un alto contenido de materia seca y, por tanto, es adecuado para su uso en la presente invención. El contenido de materia seca del tanino condensado puede variar entre el 40 - 100% y, de manera adecuada, es de entre el 60 - 90% y preferiblemente de entre el 70 - 80%. El tanino con tal contenido de materia seca puede dispersarse fácilmente, mediante lo cual se consigue una buena reactividad con los otros componentes reactantes. El tanino también puede ser tanino hidrolizable.

En una realización de la presente invención, la etapa (iii) comprende cocer la composición preferiblemente a una temperatura de 65 - 90°C, y más preferiblemente a una temperatura de 75 - 85°C. En una realización de la presente invención, el derivado de un aldehído es hexametilentetramina, paraformaldehído o trioxano. En una realización de la presente invención, el agente de reticulación se selecciona de un grupo que consiste en un aldehído aromático, glioxal, alcohol furfúrico, caprolactama y compuestos de glicol. El aldehído puede ser formaldehído. El aldehído aromático puede ser furfuraldehído. En una realización de la presente invención, el agente de reticulación es un agente de reticulación de origen biológico. En una realización de la presente invención, el agente de reticulación es un aldehído, y preferiblemente formaldehído.

En una realización de la presente invención, la sustancia polimerizable es fenol. En una realización de la presente invención, la sustancia polimerizable se selecciona de un grupo que consiste en hidroxifenoles de origen biológico y sus derivados. En una realización de la presente invención, la sustancia polimerizable es una sustancia polimerizable de origen biológico. En una realización de la presente invención, la sustancia polimerizable se selecciona de un grupo que consiste en lignina y tanino.

En una realización de la presente invención, el catalizador en la etapa (iii) es un álcali o un hidróxido alcalinotérreo. En una realización de la presente invención, el catalizador en la etapa (iii) comprende una sal o un hidróxido de un metal alcalino. En una realización de la presente invención, el catalizador en la etapa (iii) se selecciona de un grupo que consiste en hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y cualquier mezcla de los mismos. En una realización de la presente invención, el catalizador en la etapa (iii) es hidróxido de sodio. En una realización de la presente invención, el catalizador en la etapa (iii) es una amina orgánica.

En una realización de la presente invención, la relación entre las cantidades de lignina, catalizador/disolvente, sustancia polimerizable y agente de reticulación, basada en sus contenidos de materia seca, usada para producir la composición de aglutinante es la siguiente: el 18 - 70% en peso, preferiblemente el 26 - 45% en peso, de agente de reticulación y catalizador/disolvente, y el 82 - 30% en peso, preferiblemente el 74 - 55% en peso, de la sustancia polimerizable y lignina.

Las realizaciones de la invención descritas anteriormente en el presente documento pueden usarse en cualquier combinación entre sí. Varias de las realizaciones pueden combinarse juntas para formar una realización adicional de la invención. Un método al que se refiere la invención puede comprender al menos una de las realizaciones de la invención descritas anteriormente en el presente documento.

5 Una ventaja del método según la presente invención es que puede aumentarse en gran medida la reactividad de la lignina, por ejemplo, separada a partir de la biomasa y también puede disminuirse la naturaleza heterogénea de la lignina.

10 Una ventaja de la presente invención es que puede aumentarse la reactividad de la lignina mediante el método, y especialmente la etapa de alcalinización, según la presente invención. La lignina tratada con el método según la presente invención tiene un mayor número de grupos reactivos a lo largo de la estructura de lignina en comparación con la lignina no tratada.

15 Una ventaja del método según la presente invención es que puede conseguirse un tiempo de dispersión y procesamiento relativamente corto para la etapa de alcalinización de la lignina. Una ventaja del corto tiempo de procesamiento es que puede disminuirse o evitarse la condensación de lignina.

20 Una ventaja del método según la presente invención es que puede conseguirse un contenido de sólidos secos bastante alto cuando se usa la alta temperatura de 76 - 94°C en la etapa a) de alcalinización de la lignina.

25 Una ventaja del método según la presente invención es que, mediante el uso de lignina, cuya reactividad se ha aumentado mediante el método de la presente invención, como componente reactante durante la producción de una composición de aglutinante, se consigue una composición de aglutinante más respetuosa con el medioambiente. Se ha hallado sorprendentemente que, cuando se usa esta clase de lignina como componente reactante, puede disminuirse en gran medida la cantidad de la sustancia polimerizable, tal como la sustancia fenol sintético, por ejemplo, fenol, durante el procedimiento de producción de aglutinante. Al ser el fenol un compuesto sintético y la lignina un polímero natural, es ventajoso poder minimizar la cantidad de fenol presente en la composición de aglutinante final. La ventaja de reducir la cantidad de materiales sintéticos es que se consigue un mayor nivel de componentes de origen biológico en la composición de aglutinante final.

30 Una ventaja de la presente invención es que, mediante el uso de lignina que tiene reactividad aumentada en comparación con la lignina no tratada, las propiedades de la composición de aglutinante final son más favorables para aplicaciones de pegado. La lignina tratada con el método según la presente invención mejora el rendimiento de curado, de adhesión y de resistencia a la tracción de la composición de aglutinante. Una ventaja de la presente invención es que el rendimiento de pegado de la composición de aglutinante o la composición de adhesivo producida es adecuado para usar la composición, por ejemplo, en aplicaciones de exterior.

35 Una ventaja es que, cuando se usa lignina, que tiene una reactividad superior a la normal, la lignina no tratada da como resultado una compatibilidad y un comportamiento de reacción incluso mejores del método de producción de aglutinante según la presente invención.

Ejemplos

45 Ahora se hará referencia con detalle a las realizaciones de la presente invención, un ejemplo de las cuales se ilustra en el dibujo adjunto.

50 La descripción a continuación divulga algunas realizaciones de la invención en tal detalle que un experto en la técnica puede utilizar la invención basándose en la divulgación. No se comentan con detalle todas las etapas de las realizaciones, ya que muchas de las etapas resultarán obvias para el experto en la técnica basándose en esta memoria descriptiva.

55 La figura 1 ilustra un método según algunas realizaciones de la presente invención para aumentar la reactividad de la lignina y el uso adicional de la lignina.

60 La figura 1 presenta diferentes combinaciones de etapas de tratamiento, que pueden usarse para aumentar la reactividad de la lignina. La figura 1 ilustra la etapa i) de fenolización, las etapas a) y b) de alcalinización y la etapa ii) hidroximetilación y sus combinaciones para tratar la lignina. La lignina que tiene reactividad aumentada en comparación con la lignina no tratada puede usarse además en la síntesis de una composición de aglutinante, etapa iii) de la figura 1, o puede usarse para cualquier otra aplicación adecuada tal como se ilustra en la figura 1.

65 Antes de cualquiera de las etapas de tratamiento, se elige la fuente de lignina. Tal como se presentó anteriormente, la lignina puede seleccionarse de lignina Kraft, lignina de explosión de vapor, lignina de biorrefinería, lignina de separación en condiciones supercríticas, lignina de hidrólisis, lignina de precipitación ultrarrápida, lignina procedente de la biomasa, lignina del procedimiento de fabricación de pasta alcalina, lignina del procedimiento de la sosa, lignina de la fabricación de pulpa organosolv y combinaciones de las mismas. Además, se seleccionan los otros componentes

y sus cantidades que van a usarse en el método según la presente invención. Si es necesario, los componentes usados en el método de la figura 1 pueden tratarse previamente para ser adecuados para los procedimientos de tratamiento de lignina.

5 Tras las diversas preparaciones y los diversos tratamientos previos, en una de las realizaciones de la presente invención mostrada en la figura 1, se lleva a cabo la etapa i). La etapa i) comprende hacer reaccionar lignina con un compuesto seleccionado de la clase de fenoles en presencia de un catalizador. Como resultado de la etapa i) de fenolización, los grupos OH fenólicos reactivos se unen a la porción alifática de la lignina.

10 Después de la etapa i), debe llevarse a cabo la etapa a). Alternativamente, la lignina puede tratarse directamente según la etapa a) sin tratarse en primer lugar según la etapa i) tal como se ilustra en la figura 1.

15 La etapa a) comprende formar una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina bajo calentamiento. El álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino. Luego se lleva a cabo la etapa b) calentando la dispersión formada a una temperatura de 50 - 95°C. La etapa a) y la etapa b) dan como resultado la activación de la lignina a través de alcalinización.

20 Después de la etapa b), la fracción de lignina alcalinizada puede introducirse en la etapa de cocción del método de producción de la composición de aglutinante, durante la cual se polimeriza dicha lignina con los otros componentes reactantes usados en el método de producción de la composición de aglutinante (etapa iii) de la figura 1).

25 Alternativamente, la lignina alcalinizada de la etapa b) puede hacerse reaccionar además con un aldehído en la etapa ii) antes de introducirse en la síntesis de la composición de aglutinante. La etapa ii) se lleva a cabo añadiendo, por ejemplo, formaldehído a la dispersión de lignina alcalinizada de la etapa b), lo que da como resultado la formación de un producto hidroximetilado.

30 Como resultado de la etapa iii), se produce una composición de aglutinante que tiene las propiedades deseadas y que especialmente se basa en su mayor parte en componentes de origen biológico. Esta composición de aglutinante puede usarse como tal para aplicaciones de pegado o puede procesarse adicionalmente con otros componentes de adhesivo para producir una composición de adhesivo.

35 Tal como se presentó anteriormente, además de usar la lignina alcalinizada de la etapa b) o la lignina hidroximetilada de la etapa ii) en un método para producir una composición de aglutinante, la lignina alcalinizada o la lignina hidroximetilada puede usarse como tal en cualquier otra aplicación adecuada.

EJEMPLO DE REFERENCIA 1 - Alcalinización

40 En este ejemplo se aumentó la reactividad de la lignina mediante la alcalinización de la lignina. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50%	584
lignina	75%	1270

45 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. Luego se añadió la lignina a la mezcla de álcali y agua con agitación y simultáneamente se aumentó la temperatura hasta 80°C. Cuando se había añadido la lignina, se calentó la mezcla a una temperatura de aproximadamente 85°C durante 45 minutos.

50 Después de eso, se usó la lignina tratada según el ejemplo 1 para producir una composición de aglutinante. Se mezclaron 38 g de fenol (90%) con 105 g de lignina alcalinizada, tras lo cual se añadieron 79 g de formaldehído (37%) de forma escalonada. Se usó NaOH como catalizador. Se mantuvo la temperatura por debajo de 75°C. Después de eso, se continuó la cocción a 85 - 90°C hasta que la viscosidad de la composición formada fue de aproximadamente 415 cp (tal como se midió a una temperatura de 25°C).

EJEMPLO 2 - Alcalinización, baja temperatura

55 En este ejemplo se aumentó la reactividad de la lignina mediante la alcalinización de la lignina. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50%	584

lignina 75% 1270

5 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. Luego se dispersó la lignina lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y simultáneamente se aumentó la temperatura hasta 77°C. Cuando se había dispersado toda la lignina, se calentó la dispersión a una temperatura de aproximadamente 60°C durante aproximadamente 1 hora. Como resultado, se alcalinizó la lignina.

EJEMPLO 3 - Alcalinización, alta temperatura

10 En este ejemplo se aumentó la reactividad de la lignina mediante la alcalinización de la lignina. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		836
NaOH	50%	584
lignina	75%	1270

15 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. Luego se dispersó la lignina lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y simultáneamente se aumentó la temperatura hasta 71 - 77°C. Cuando se había dispersado toda la lignina, se calentó la dispersión a una temperatura de aproximadamente 90 - 95°C durante aproximadamente 1 hora. Como resultado, se alcalinizó la lignina.

20 Se sometieron a pruebas las ligninas alcalinizadas según el ejemplo 2 y el ejemplo 3 para determinar su reactividad con formaldehído. La reactividad con formaldehído se determinó según el método descrito en la publicación Wooten A.L., Sellers T., y Tahir P.M., Reaction of formaldehyde with lignin, Forest Products Journal 38(6):45-46, 1988. En primer lugar se sometió a metilación la lignina alcalinizada formada según el ejemplo 2 y el ejemplo 3 mediante una reacción con formaldehído en presencia de hidróxido de sodio, durante 5 horas a 60°C. El pH de la composición fue de aproximadamente 12, lo que garantizó la solubilidad de la lignina. El recipiente de reacción estaba equipado con un agitador, un termómetro, un condensador de reflujo y una manta calefactora. La cantidad de formaldehído reaccionado y libre se determinó mediante un método de valoración con clorhidrato de hidroxilamina (norma ISO 9397). El muestreo se realizó una vez cada hora para garantizar que se había alcanzado el punto final de la reacción.

25 También se usó la lignina alcalinizada según el ejemplo 2 y el ejemplo 3 para producir composiciones de aglutinante. La cantidad de % de formaldehído libre se determinó a partir de las composiciones de aglutinante formadas.

30 También se llevaron a cabo las mediciones correspondientes con lignina que no se había tratado, es decir alcalinizado, con el método según la presente invención y con una composición de aglutinante producida con tal lignina (ejemplo comparativo).

35 Los resultados de las mediciones anteriores se presentan en la tabla 1.

Tabla 1.

	Alcalinización según el ejemplo 2, baja temperatura	Alcalinización según el ejemplo 3 (alta temperatura)	Ejemplo comparativo
Mol de formaldehído reaccionado por 100 g de lignina	0,71	0,69	0,46
	Composición de aglutinante	Composición de aglutinante	Composición de aglutinante
% de formaldehído libre	0,18	0,22	0,60

40 Los resultados mostraron que la reactividad de la lignina, alcalinizada según el ejemplo 2 y según el ejemplo 3, era alta. Dado que la lignina tiene una reactividad aumentada, reaccionará fácilmente con los otros componentes reactantes durante la producción de la composición de aglutinante. La alta reactividad también se observó a partir del contenido bastante bajo de formaldehído libre en las composiciones de aglutinante formadas.

45 EJEMPLO DE REFERENCIA 4 - Fenolización en combinación con alcalinización y uso de la lignina tratada para producir una composición de aglutinante

En este ejemplo se aumentó la reactividad de la lignina mediante la fenolización y la alcalinización de la lignina, en el que después se usó la lignina tratada para producir una composición de aglutinante.

En primer lugar se realizó la fenolización. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

	concentración	cantidad (g)
agua		364
fenol	90%	381
lignina	98%	446
H ₂ SO ₄	96%	9

5 Se mezclaron agua, fenol y lignina con agitación durante aproximadamente 5 - 10 minutos, tras lo cual se añadió H₂SO₄. Luego, se aumentó lentamente la temperatura hasta 135°C durante un periodo de aproximadamente 3 horas y se mantuvo a esa temperatura durante aproximadamente una hora. Luego se enfrió la mezcla, y el tratamiento finalizó dando como resultado lignina fenolizada.

10 Luego se alcalinizó la lignina fenolizada. Se mezclaron 430 g de lignina fenolizada con 150 g NaOH al 50,0% bajo calentamiento. Luego se calentó la dispersión a una temperatura de 75°C durante aproximadamente 1 hora.

Como resultado de los tratamientos anteriores, se formó lignina fenolizada y alcalinizada.

15 Después de los tratamientos de fenolización y alcalinización, se añadieron 38 g de agua y 38 g de fenol (90%) a la composición, tras lo cual se añadieron 368 g de formaldehído (39,3%) de forma escalonada. Se mantuvo la temperatura por debajo de 75°C. Después de eso, se continuó la cocción a 85 - 90°C hasta que la viscosidad de la composición formada fue de aproximadamente 415 cp (tal como se midió a una temperatura de 25°C).

20 EJEMPLO DE REFERENCIA 5 - Alcalinización en combinación con hidroximetilación y uso de la lignina tratada para producir una composición de aglutinante

En este ejemplo se aumentó la reactividad de la lignina mediante la alcalinización y la hidroximetilación de la lignina, en el que después se usó la lignina tratada para producir una composición de aglutinante. Se usaron los siguientes componentes y sus cantidades:

25	Agua	220 g
	NaOH (primera parte, alcalinización) 50%	146 g
	lignina 61%	752 g
	formaldehído (primera parte, hidroximetilación) 39,30%	514 g
	fenol 90%	510 g
	formaldehído (segunda parte, formación de aglutinante) 39,30%	566 g
	NaOH (segunda parte, formación de aglutinante) 50%	146 g
	NaOH (tercera parte, formación de aglutinante) 50%	146 g

30 En primer lugar, se mezclaron agua y NaOH y se inició el calentamiento de la mezcla. Luego se dispersó la lignina lentamente en la mezcla de álcali y agua con agitación y simultáneamente se aumentó la temperatura hasta aproximadamente 75°C. Cuando se había dispersado toda la lignina, se calentó la dispersión a aproximadamente 75°C durante aproximadamente 1 hora. Como resultado, se alcalinizó la lignina. Luego se añadió formaldehído a la dispersión y se permitió que la reacción continuara durante aproximadamente 1 hora, dando como resultado la hidroximetilación de la lignina.

35 Se usó la lignina tratada para producir una composición de aglutinante. Se añadió el fenol a la composición, seguido de la adición de formaldehído y luego NaOH. Se continuó la cocción de la composición formada, con la adición de NaOH, a una temperatura de 70 - 90°C hasta que la viscosidad de la composición formada fue de aproximadamente 300 cp (tal como se midió a una temperatura de 25°C).

40 EJEMPLO DE REFERENCIA 7 - Preparación de una composición de adhesivo

En este ejemplo se usó la composición de aglutinante producida en el ejemplo de referencia 4 para la producción de una composición de adhesivo. Se mezcló la composición de aglutinante con extensores, materiales de relleno, catalizadores, aditivos, pudiéndose mencionar como ejemplos, por ejemplo, almidón, harina de madera y endurecedor (por ejemplo, tanino o carbonatos), formando por tanto la composición de adhesivo.

45 EJEMPLO DE REFERENCIA 8 - Aplicación de la composición de aglutinante para producir un producto de madera contrachapada

Se pegaron entre sí hojas de madera que tenían un grosor inferior a 3 mm con la composición de aglutinante producida en el ejemplo de referencia 5 para producir una madera contrachapada de 7 hojas. Los resultados mostraron que el efecto de pegado fue suficientemente bueno para pegar las hojas de madera.

5 EJEMPLO DE REFERENCIA 9 - Aplicación de la composición de adhesivo para producir un producto de madera contrachapada

10 En este ejemplo se aplicó la composición de adhesivo del ejemplo de referencia 7 sobre hojas de madera. Se unieron entre sí las hojas de manera mediante la composición de adhesivo para formar una madera contrachapada. El contenido de materia seca de la composición de adhesivo estaba entre el 45 y el 55%. Se prensaron las hojas de madera con la composición de adhesivo mediante una técnica de prensado en caliente a una temperatura de entre 120 - 170°C. Se curó simultáneamente la composición de adhesivo. Se halló que la composición de adhesivo de la presente invención era adecuada para pegar hojas de madera entre sí y, por tanto, para fabricar madera contrachapada.

15 EJEMPLO DE REFERENCIA 10 - Aplicación de la composición de aglutinante para producir laminados

20 En este ejemplo se usó la composición de aglutinante producida en el ejemplo de referencia 4 en una aplicación de impregnación. Durante la producción de laminados, se impregnó papel con una disolución alcohólica de la composición de aglutinante, tras lo cual se transfirieron las capas impregnadas a un horno. Se volatilizó el alcohol y se curó parcialmente la composición de aglutinante. Se dispusieron las capas que comprendían tal composición semicurada unas sobre otras y se cocieron mediante una técnica de prensado en caliente con el fin de formar laminados o tableros más gruesos uniformes.

25 En el método de producción de aglutinante presentado en los ejemplos anteriores, se usan fenol y formaldehído. Sin embargo, cualquier otra sustancia polimerizable o agente de reticulación puede usarse igualmente bien en el método de producción de la composición de aglutinante tal como resultará obvio para el experto basándose en esta memoria descriptiva.

30 Resulta obvio para un experto en la técnica que, con el avance de la tecnología, la idea básica de la invención puede implementarse de diversas maneras. Por tanto, la invención y sus realizaciones no se limitan a los ejemplos descritos anteriormente; en cambio, pueden variar dentro del alcance de las reivindicaciones.

35

REIVINDICACIONES

1. Método para aumentar la reactividad de la lignina, caracterizado porque el método comprende las siguientes etapas:
5 a) formar, bajo calentamiento a una temperatura de 76 - 94°C, una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina, en la que el álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino; y
b) calentar la dispersión formada en la etapa a) a una temperatura de 50 - 95°C para producir lignina alcalinizada.
10
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de álcali es del 5 - 50% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).
- 15 3. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de álcali es del 10 - 25% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).
4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque la concentración de lignina es del 10 - 50% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).
20
5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque la concentración de lignina es del 20 - 50% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).
- 25 6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque la concentración de lignina es del 20 - 45% en peso basado en el peso total de la dispersión en la etapa a).
7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 6, caracterizado porque la temperatura en la etapa a) es de 76 - 90°C.
- 30 8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 7, caracterizado porque la temperatura en la etapa b) es de 60 - 85°C.
9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 8, caracterizado porque la etapa b) se lleva a cabo durante 15 minutos - 24 horas.
35
10. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 8, caracterizado porque la etapa b) se lleva a cabo durante no más de 5 horas.
- 40 11. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 8, caracterizado porque la etapa b) se lleva a cabo durante 0,5 - 1,5 horas.
12. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 11, caracterizado porque el método comprende, antes de la etapa a), la etapa i) de hacer reaccionar lignina con un compuesto seleccionado de la clase de fenoles.
45
13. Método según la reivindicación 12, caracterizado porque la etapa i) se lleva a cabo a una temperatura de 100 - 140°C durante 1 - 3 horas en presencia de un catalizador.
- 50 14. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 - 13, caracterizado porque el método comprende, después de la etapa b), la etapa ii) de añadir un aldehído, un derivado de un aldehído, o una combinación de los mismos, a la dispersión formada en la etapa b).
15. Método según la reivindicación 14, caracterizado porque la razón en peso del aldehído con respecto a la lignina en la dispersión de la etapa b) es de 0,2 - 0,7.
55
16. Método según la reivindicación 14, caracterizado porque la razón en peso del aldehído con respecto a la lignina en la dispersión de la etapa b) es de 0,3 - 0,6.
- 60 17. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 14 - 16, caracterizado porque el aldehído es formaldehído.
18. Método para producir una composición de aglutinante, caracterizado porque el método comprende las etapas de:
65 a) formar, bajo calentamiento a una temperatura de 76 - 94°C, una dispersión acuosa que comprende álcali y lignina, en la que el álcali comprende un hidróxido de un metal alcalino; y

b) calentar la dispersión formada en la etapa a) a una temperatura de 50 - 95°C para producir lignina alcalinizada; y

5 (iii) cocer una composición acuosa que comprende componentes reactantes incluyendo la lignina que puede obtenerse a partir de la etapa b), una sustancia polimerizable seleccionada del grupo que consiste en fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos, y un agente de reticulación seleccionado de un aldehído, un derivado de un aldehído, un compuesto formador de aldehído y combinaciones de los mismos, en presencia de un catalizador que es una base a una temperatura de 60 - 95°C para polimerizar los
10 componentes reactantes hasta que se forme una composición de aglutinante con un índice de viscosidad predeterminado.

19. Método según la reivindicación 18, caracterizado porque la etapa (iii) comprende cocer la composición a una temperatura de 65 - 90°C.

15

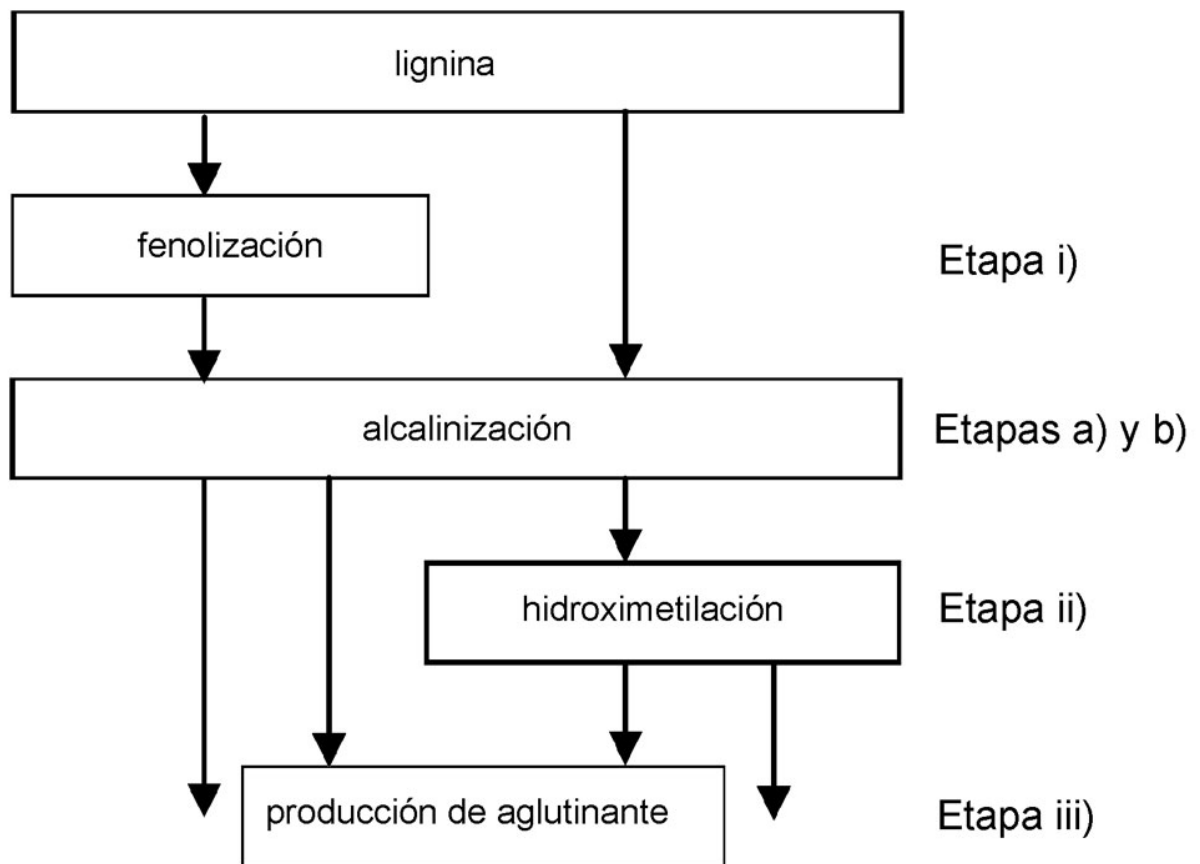


Fig. 1