



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0308271-7 B1

(22) Data do Depósito: 24/02/2003

(45) Data de Concessão: 06/10/2015
(RPI 2335)



(54) Título: MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA, COMPOSIÇÃO DE RESINA, PAINEL DE PARTÍCULAS ORIENTADO (OSB), PRANCHA TIPO WAFER, FELTRO DE CURA RÁPIDA, COMPOSTO FIBROSO TRANÇADO, COMPOSTO DE MOLDAGEM DE REVESTIMENTO E COMPOSIÇÃO ADESIVA.

(51) Int.Cl.: C08G 14/06; C08G 8/16; C08G 8/22

(30) Prioridade Unionista: 15/03/2002 US 10/099,410

(73) Titular(es): HEXION SPECIALTY CHEMICALS, INC.

(72) Inventor(es): SHUI-TUNG CHIU, MICHAEL CURTIS SHELAST, ERIC KENNETH LAM

"MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA, COMPOSIÇÃO DE RESINA, PAINEL DE PARTICULAS ORIENTADO (OSB), PRANCHA TIPO WAFER, FELTRO DE CURA RÁPIDA, COMPOSTO FIBROSO TRANÇADO, COMPOSTO DE MOLDAGEM DE REVESTIMENTO E COMPOSIÇÃO ADESIVA."

A invenção refere-se a fórmulas e métodos de fabricação de resinas de fenol-formaldeído secas por atomização.

O painel de partículas orientado (OSB) pode ser fabricado com resinas de fenol-formaldeído líquidas e em pó. Para atingir objetivos de produtividade, as camadas de face e núcleo do OSB podem exigir resinas que possuam diferentes propriedades. A resina da camada de face deve normalmente oferecer alguma resistência à cura prematura, resistência a aderir-se à prensa de platina e deve ter uma cor clara após a cura. A resina da camada de núcleo pode normalmente ser de cura rápida.

As resinas de fenol-formaldeído secas por atomização são conhecidas. A Patente U.S. Nº 4.098.770 descreveu que as resinas em pó secas por atomização que eram adequadas para ligação de prancha tipo wafer de madeira e que foram feitas por composições de resina resol seca por atomização contendo compostos poliidróxicos não-fenólicos. As resinas resol eram resinas de fenol-formaldeído e fenol-cresol-formaldeído. Os compostos poliidróxicos não-fenólicos incluíam glicóis, poliidroxi-éteres e compostos poliidróxicos

A Patente U.S. N° 4.424.300 descrevia uma resina em pó que era feita por secagem por atomização de uma mistura de resina líquida que continha uma resina novolac e uma resina resol. As resinas de fenol-formaldeído incluíam resinas modificadas por creosol, xilenol e/ou catecol.

A Patente U.S. N° 4.950.433 descrevia uma resina em pó resistente à pré-cura para fabricação de painéis de partículas orientados/prancha tipo wafer de madeira, que eram feitos pela secagem por atomização de uma composição de resina líquida contendo uma resina de fenol-formaldeído e um composto oxo-borônico solúvel em água como o borato de sódio.

A Patente U.S. N° 5.085.930 descrevia uma resina em pó de temperatura ajustável que era feita pela secagem por atomização de uma composição contendo uma resina de temperatura ajustável e uma partícula inorgânica inerte.

Vários métodos foram sugeridos para aprimoramento da velocidade de cura de resinas resol de fenol-formaldeído e novolac. A patente U.S. N° 2.524.079 descrevia uma resina novolac de fenol-resorcinol-formaldeído feita pelo aquecimento de uma resina novolac de fenol-formaldeído catalisada por hidróxido de sódio e uma resina novolac de resorcinol-formaldeído catalisada por hidróxido de sódio.

A Patente U.S. N° 2.952.040 descrevia um produto composto fibroso de feltro ou trançado

de cura rápida, que foi feito pela impregnação do composto fibroso de feltro ou trançado com uma resina resol de fenol-formaldeído e uma resina novolac de resorcinol-formaldeído catalisada por hidróxido de sódio.

5 A Patente U.S. Nº 4.251.408 descrevia uma composição de resina aglutinante desejável para a fabricação de abrasivos, em que a resina era uma mistura de resina resol e resina fenol-resorcinol-formaldeído.

10 A Patente U.S. Nº 4.426.484

descrevia uma resina composta para moldagem de revestimento de cura rápida que continha a resina de resol sólida e uma resina novolac de resorcinol. A resina de resol sólida foi feita por desidratação a vácuo da resina de resol líquida.

15 Sugere-se que o resorcinol
aprimora a velocidade de cura das resinas novolac. A patente
U.S. N° 4.089.839 sugere que misturar 1-10 partes de
resorcinol a uma resina novolac e um agente de cura, pode
reduzir tempo de ciclo para produzir um molde de
20 revestimento. O agente de cura é um doador de formaldeído
como o hexametilenetramina.

As resinas novolac tipo resorcinol-formaldeído e as resinas fenol-resorcinol-formaldeído estão incorporadas a uma solução de formaldeído, paraformaldeído ou resina de fenol-formaldeído como adesivos de produtos de madeira frios. Os sistemas adesivos foram descritos em Houwink, R. e G. Saloman, Adhesion and Adhesives, Vol. 1.2^a Ed., Elsevier Publishing Co. pp. 230-

240 (1975) e Dressler, H., Resorcinol - Its Uses and Derivatives, Plenum Press, pp. 85-95 (1994).

A patente U.S. nº 3.903.041 descrevia um adesivo de painel de partículas de cura rápida
5 feita pela mistura de uma resina resol de fenol-formaldeído com 2-4% de resina de fenol-resorcinol-formaldeído.

A patente U.S. nº 5.637.658 descrevia uma composição de resina de cura rápida que contém uma resina resol modificada por resorcinol ou aminofenol e
10 um doador de formaldeído como agente de cura. A resina resol modificada por resorcinol ou aminofenol foi feita por condensação de uma resina resol com resorcinol ou aminofenol. Os agentes de cura podem ser uma resina a base de formaldeído, paraformaldeído ou hexametileno tetramina.

15 A patente U.S. nº 5.374.678 descrevia uma composição adesiva que pode ser capaz de ligar madeira rígida. A composição adesiva era uma mistura de resol fenol-formaldeído, 2,5-5% de resina novolac fenólica e 0,25 a 1% de m-amino fenol, p-amino fenol, resorcinol,
20 floroglucinol ou resina resorcinol-fenol-formaldeído.

O que é necessário é um sistema de resina resol de cura rápida estável, seca por atomização. O que também é necessário é uma composição de resina resol seca por atomização de cura rápida que contenha
25 um composto fenólico altamente reativo como um acelerador de cura. O que é também necessário é uma resina resol seca por atomização de cura rápida que flua adequadamente sob calor e pressão. O que é ainda necessário é uma composição de resina

resol seca por atomização de cura rápida, que possua a vida de prateleira desejada a temperatura ambiente.

Uma configuração da presente invenção oferece uma composição de fenol-formaldeído seca por atomização de cura rápida que contenha 0,2-0,09 mols de compostos fenólicos altamente reativos por 100 partes dos sólidos da resina fenólica como aceleradores de cura. Os aceleradores de cura podem incluir resorcinol, alquil resorcinóis, m-amino fenol e floroglucinol. O acelerador de cura na resina em pó funciona como um agente de ligamento cruzado que reage com os grupos metilol da resina de fenol-formaldeído sob calor e pressão experimentados durante a fabricação de produtos compostos de madeira.

A composição de resina em pó de cura rápida da presente invenção pode ser feita em uma configuração por: 1) preparação da resina resol líquida de fenol-formaldeído que contenha os grupos metilol desejados e peso molecular; 2) eliminação do formaldeído livre residual com um agente limpador; 3) mistura da resina resol líquida de fenol-formaldeído preparada com um composto fenólico altamente reativo; e 4) secagem por atomização da mistura para preparar uma composição de resina em pó sem realizar uma reação química entre o composto fenólico altamente reativo e a resina de fenol-formaldeído. O processo de secagem por atomização estabiliza o composto fenólico altamente reativo na composição de resina de fenol-formaldeído.

A presente invenção oferece uma resina resol de cura rápida, seca por atomização que é uma composição de resina em pó que possua uma vida de prateleira desejada para fabricação de compostos de madeira.

- 5 A presente invenção oferece uma composição resol seca por atomização de cura rápida que contenha um composto fenólico altamente reativo como acelerador de cura. A presente invenção oferece também uma resina resol seca por atomização de cura rápida que flua adequadamente sob calor e pressão.
- 10 presente invenção oferece também uma composição de resina em pó que aprimore a produtividade da fabricação de compostos de madeira a custo relativamente baixo. A presente invenção oferece ainda uma composição de resina em pó que tolere uma variação maior de conteúdos de hidratação de madeira.
- 15 Portanto, pode-se fabricar um composto de madeira de melhor qualidade.

Foi providenciado, de acordo com os princípios da presente invenção, um método para fazer uma composição de resina em pó de cura rápida, e uma

20 composição de resina em pó de cura rápida feita por esse método. O método inclui as etapas de:

1. Preparação de uma resina líquida de fenol-formaldeído;
2. Redução do formaldeído residual a partir da resina líquida com um agente limpador de formaldeído e
- 25 esfriamento da temperatura da resina abaixo de 30°C;
3. Mistura de um acelerador de cura com a resina líquida esfriada; e
4. Secagem por atomização da mistura para formar uma resina

em pó que contenha menos de 5% de conteúdo de água livre.

Preparação de Resina de Fenol-Formaldeído.

Uma resina resol preferida é feita por um método de reação de duas etapas que pode produzir a distribuição de peso molecular desejada. A técnica para fazer a resina envolve duas adições de formaldeído e duas temperaturas de reação distintas. O primeiro estágio envolve uma temperatura de reação mais alta que é favorável à reação de condensação e produz uma resina de peso molecular maior. O segundo estágio é uma temperatura de reação menor que seja favorável à reação de metilação entre o formaldeído e o fenol.

Para o primeiro estágio de reação, as razões molares do fenol: formaldeído: hidróxido de sódio são preferíveis 1:(1,2-1,6): (0,15-0,25) e mais amplamente, 1:(0,9-2,0): (0,1-0,3). A temperatura de reação é na faixa de 90°C para refluxo. A resina é reagida à temperatura até que o número do peso molecular médio seja preferivelmente 1000 a 1300 e amplamente 900 a 1700. O peso molecular foi determinado pelo método de cromatografia de permeação de gel (GPC).

No final da reação do primeiro estágio, a temperatura é então reduzida para 65-70°C para a reação do segundo estágio. Para a reação do segundo estágio, a segunda parte do formaldeído é adicionada à resina. Portanto, as razões molares de fenol finais: formaldeído: hidróxido de sódio são preferivelmente 1:(1,8-2,2): (0,15-

0,25) e, mais amplamente, 1: (1,5-2,5): (0,1-0,3). A reação do segundo estágio preferivelmente é colocada para reagir a 60°-70°C até que o formaldeído livre seja constante. Normalmente o tempo de reação é de 1,5-2,0 horas após a
5 adição do segundo formaldeído ter sido feita. O conteúdo de formaldeído livre pode ser determinado pelo método hidroxilamina hidrocloreto bem conhecido. Um agente de limpeza de formaldeído é então adicionado para reduzir o formaldeído residual na resina a níveis não-detectáveis.

10 A resina líquida descrita na patente U.S. nº 4.433.120, incorporada aqui por referencia, também pode ser utilizada. Alternativamente, o fenol para fabricação do processo de resina líquida pode ser parcialmente substituída com xilenóis, cresóis, catecol e os
15 alquil fenóis de ocorrência natural como o ácido cresílico. O formaldeído pode ser parcialmente ou completamente substituído com outros aldeídos como paraformaldeído e acetaldeído. O hidróxido de sódio é preferivelmente um catalisador para a fabricação de resina. Alternativamente,
20 outros álcali metal hidróxidos, alcalino terra hidróxidos e carbonatos de metal como carbonato de sódio ou potássio podem ser utilizados em combinação com hidróxido de sódio.

Redução de formaldeído Residual da Resina Líquida

A fim de atingir a propriedade
25 de cura rápida da resina seca por atomização, o acelerador de cura não deve ser consumido ao reagir com o formaldeído residual na resina. Portanto, é essencial reduzir a quantidade de formaldeído residual com um limpador antes de

misturar o acelerador de cura. A quantidade do limpador pode ser determinada por um cálculo estequiométrico.

Um limpador de formaldeído preferido é amônia. A fonte de amônia pode ser o gás de amônia, a amônia aquosa e/ou sais de amônia de compostos orgânicos e inorgânicos. O hidróxido de amônia aquosa (25-50%) é a fonte de amônia preferida. Alternativamente, os limpadores de formaldeído podem ser selecionados a partir de cetonas, aminas e amidas.

Além disso, a fim de produzir um tamanho de partícula fina da resina seca por atomização, a resina é preferivelmente formulada com um surfactante a 0,2-0,8% com base no peso da resina líquida para reduzir a tensão de superfície da resina.

Após compleção da etapa de limpeza do formaldeído, a temperatura da resina líquida é preferivelmente esfriada para abaixo de 25°C.

Preparação de um composto de Resina Líquida Contendo Acelerador de Cura.

A resina seca por atomização de cura rápida da presente invenção contém preferivelmente de 0,02 mol a 0,09 mol de acelerador de cura livre por 100 partes dos sólidos de resina de fenol-formaldeído. O acelerador de cura é homogeneamente misturada com resina líquida antes da secagem por atomização.

Os aceleradores de cura da presente invenção são esses compostos fenólicos que possuem uma reatividade maior em relação aos grupos de formaldeído e

metilol de uma resina de fenol-formaldeído do que o fenol em si. Exemplos de aceleradores de cura da presente invenção incluem diidróxi fenóis, triidróxi fenóis, meta-amino fenóis e meta-alquil fenóis.

5 Os diidróxi fenóis são selecionados a partir de compostos de meta-diidróxi que incluem resorcinol e alquil resorcinóis. Os alquil resorcinóis que são metil e resorcinol substituído por grupo de alquil maior são produtos naturais extraídos do óleo de
10 xisto ou da areia betuminosa. O triidróxi fenol é floroglucinol. Os meta-alquil fenóis incluem meta cresol e 3,5 xilenol.

O acelerador de cura mais preferido é o resorcinol em função de sua alta reatividade,
15 custo relativo mais baixo e disponibilidade.

Após a secagem por atomização, a retenção do acelerador de cura livre na resina depende do conteúdo de formaldeído residual, a temperatura da resina líquida e o tempo entre a mistura e a secagem por
20 atomização. É preferível que a resina líquida seja esfriada a menos de 25°C antes da mistura com o acelerador de cura e que a secagem por atomização da mistura ocorra imediatamente depois. Portanto, o melhor é que a mistura em linha da resina líquida e a solução do acelerador de cura seja feita
25 logo antes do início do processo de secagem por atomização. Utilizando esse processo de mistura em linha, o tempo entre a mistura e a secagem por atomização pode ser menor que 5 minutos. Em uma configuração preferencial, o processo de

mistura em linha pode ser realizado variando de 0,25 a 3 minutos.

Alternativamente, pode ser utilizado um processo de lote para preparação da mistura da resina líquida e acelerador de cura. Em função do tempo maior de mistura antes da secagem por atomização, são necessárias temperaturas mais baixas para reduzir a taxa de queda do acelerador de cura. Por exemplo, a 20°C, a mistura de resina pode ser secada por atomização dentro de 8 horas. Quanto menor for a temperatura de mistura, maior a vida de prateleira da mistura.

Composição de Resina em Pó Contendo Acelerador de Cura.

A resina em pó é produzida pela secagem por atomização de uma mistura líquida de resina que inclui uma resina de fenol-formaldeído e um acelerador de cura. A mistura de resina atomizada a finas gotículas em uma corrente de ar quente e a composição de resina em pó é separada da corrente de ar quente. A resina em pó é imediatamente resfriada a menos de 20°C para empacotamento e armazenamento.

Os aceleradores de cura são compostos sensíveis ao calor. A fim de se obter alta taxa de retenção do acelerador de cura livre na resina em pó, o secador por atomização é operado em condições amenas. Tipicamente, as temperaturas de entrada são de 140 a 160°C e as temperaturas de saída são de 70 a 90°C.

Para a aplicação de painel de partículas de madeira a eficiência de ligação de uma resina

seca por atomização está significativamente correlacionada com a distribuição do tamanho de partícula do pó. Normalmente, quanto menor o tamanho de partícula mais eficiente é a ligação da resina em pó. A distribuição preferida de tamanho de partícula é a que 80-90% da resina em pó possua um tamanho de partícula de menos de 0,075 mm (75 microns) e 60-70% possua um tamanho de partícula menor que 0,045 mm (45microns). É conhecido pela técnica de secagem por atomização que a distribuição de tamanho de partícula desejada pode ser obtida pela manipulação das variáveis da operação de secagem por atomização incluindo a alimentação do conteúdo das resinas sólidas e a tensão de superfície, velocidade do atomizador giratório e a taxa de alimentação de resina líquida.

Um agente secante, de preferência silicato de cálcio, pode ser adicionado a 0,3-1,0% com base no peso total da resina seca.

O processo de secagem por atomização geralmente aumenta o peso molecular da resina e diminui o conteúdo do acelerador de cura livre, porque um pouco do acelerador de cura pode ser consumido por reação com o grupo metilol da resina fenólica. O acelerador de cura livre que é retido após o processo de secagem deve ser de 0,02 a 0,09 mol por 100 partes da resina em pó. O conteúdo do acelerador de cura livre pode ser determinado preferivelmente por uma cromatografia de líquido de alta pressão (HPLC) equipada com uma coluna C₁₈.

Além disso, a fim de obter a propriedade de fluxo termal desejado e a alta eficiência de

Calcule a porcentagem de resorcinol livre conforme segue: Resorcinol conc. em solução ($\mu\text{g/ml}$) X 100ml/peso da amostra (g) X 10^6 ($\mu\text{g/ml}$) = % Resorcinol Livre A concentração de resorcinol é determinada a partir de uma curva de calibração padrão que representa a altura de pico x concentração, em que é utilizada a observada altura de pico corrigida pela linha de base do resorcinol.

Exemplo 1.

- 10 Os exemplos fornecidos demonstram a preparação de precursor de resina líquida de fenol-formaldeído e a preparação de uma resina em pó seca por atomização modificada por resorcinol. A resina em pó modificada por resorcinol mostrou uma propriedade de cura
- 15 rápida aprimorada para a fabricação de painel de partículas de madeira.

Preparação do Precursor de Resina Líquida de Fenol-Formaldeído.

- 20 Uma resina líquida foi preparada a partir dos seguintes ingredientes:

Ingrediente	Partes por Peso	Razão Molar
Fenol	31,88	1
1ª água	11,31	
1º hidróxido de sódio (concentração 50%)	4,39	0,16
1º formaldeído (concentração 50%)	30,51	1,5
2ª água	2,30	
2º hidróxido de sódio (concentração 50%)	0,99	0,037
2º formaldeído (concentração 50%)	13,76	0,68
3ª água	2,87	
Amônia aquosa (concentração 28-30%)	1,99	
Total	100,00	

O fenol, a primeira água e o primeiro hidróxido de sódio foram carregados por um reator. A temperatura foi mantida a 50-55°C. Iniciada a adição do programa do primeiro formaldeído por 30 minutos e aumentada

a temperatura para 65°C e mantida nessa temperatura por outros 20 minutos. Adicionada a segunda água, então a resina foi aquecida a 90°C em 30 minutos e mantida a 90°C até atingir a viscosidade Gardner-Holdt (a 25°C) de B a C. Esfriado rapidamente a 75°C, adicionado o segundo formaldeído por 20 minutos e mantida a temperatura a 70°C. Adicionada a terceira água e mantida a temperatura de 70°C por até 10 minutos até atingir a viscosidade (a 25°C) de T a U. Então rapidamente esfriado para menos de 50°C. A amônia aquosa foi carregada sob a superfície do lote de resina líquida. Após a adição da amônia, misturado por 5 minutos e analisado o conteúdo de formaldeído livre na resina líquida. O conteúdo de formaldeído livre era de 0,05%. A fim de eliminar o formaldeído residual, foram adicionadas 0,061 partes de 30% de amônia aquosa por 100 partes de resina líquida.

O formaldeído livre foi analisado pelo método bem conhecido de hidroxilamina hidrocloreto. Em poucas palavras, foi primeiramente dissolvida uma amostra de resina que consistia de uma razão 70:30 de (N-metil pirrolidona:água). A amostra foi então esfriada a 0-5°C, acidificada e titulada sob um banho de água gelada. A temperatura baixa é necessária para reduzir a interferência das aduções de formaldeído e amônia.

Após a adição da amônia, foi continuado o resfriamento da resina líquida para menos 25°C e analisada. Os resultados foram os seguintes:

Viscosidade (25°C):	0,630 Pa.s	(U-Gardner-Holdt)
	0,625 Pa.s	(625 cps - Brookfield)
Índice Refrativo (25°C):	1,4756	
conteúdo não-volátil:	48,4%	
conteúdo de hidróxido de sódio:	2,7%	
Número do peso molecular médio (M_n):		1223
Peso do peso molecular médio (M_w):		1388

A distribuição de peso molecular foi analisada com cromatografia de permeação de gel (GPC). O GPC foi ajustado com um detector de UV e posto a um comprimento de onda de 285 nm. A coluna era PL Gel
 5 Mixed B do Polymer Laboratory, UK. O solvente foi o sulfóxido de dimetil (DMSO).

Preparação da Resina Líquida de fenol-formaldeído e da Mistura de Resorcinol.

As amostras de controle e
 10 resinas líquidas modificadas de fenol-formaldeído (PF) foram preparadas conforme mostrado na Tabela 1. O resorcinol foi primeiramente dissolvido em água fria (< 25°C) e então misturado com a resina Líquida e ácido oléico. O ácido oléico adicionado para reduzir a tensão de superfície da
 15 mistura de resina.

Tabela 1 – Resina de PF / Misturas de Resorcinol

	Controle	Resina 1	Resina 2	Resina 3	Resina 4	Resina 5
Resina de PF	100	100	100	100	100	100
Resorcinol	0	1,0	2,0	3,2	4,3	5,4
Ácido oléico	0,15	0,16	0,16	0,17	0,17	0,18
água	38,4	37,4	36,3	39,4	42,4	46,0
Total	138,55	138,56	138,46	142,77	146,87	151,58
Conteúdo sólido (%)	35,0	35,8	36,6	36,3	36,0	35,6
conteúdo de resorcinol (%)	0	0,7	1,4	2,2	2,9	3,6
R.I. (25°C)	1,4299		1,4313	1,4313		
Viscosidade (Gardner-Holdt)	0,065 Pa.s(B)		0,075- 0,085 Pa.s(BB-C)	0,075- 0,085 Pa.s(BB-C)		

As misturas de resina líquida foram secadas por atomização para se tornar resina em pó utilizando um mini secador por atomização, modelo Buchi 190 da Brinkmann Instruments Co. o secador por atomização foi
 20 operado a 185°C na temperatura de entrada e 80-90°C na temperatura de saída. Durante o processo de secagem por atomização, a câmara foi escovada manualmente para simular

um jato de ar utilizado em um secador por atomização de produção real.

A resina em pó foi coletada em um receptor em que a temperatura era de 50-55°C. A resina em pó foi peneirada por meio de uma peneira de malha 100 e então misturada com 0,3 % de agente secante silicato de cálcio. As resinas em pó foram armazenadas em um freezer antes dos testes para fabricação de painéis de partículas de madeira.

Além disso, as resinas em pó foram analisadas para checar se eram não-voláteis, fluxo térmico, conteúdo de resorcinol livre e distribuição de peso molecular. Os resultados foram mostrados na Tabela 2.

Tabela 2 – Propriedades de Resina em pó						
	Controle	Resina 1	Resina 2	Resina 3	Resina 4	Resina 5
Peso molecular (M_n)	1239					
Peso molecular (M_w)	1408					
Conteúdo não-volátil (%)	89,8	89,9	91,3	90,2	92,4	91,6
Diâmetro de Fusão (mm)	35	35	28	28	27	32
Conteúdo de hidróxido de sódio (%)	5,0	5,03	5,13	5,09	5,24	5,20
Teoricamente						
conteúdo de resorcinol (%)	0	1,75	3,49	5,47	7,44	9,26
Conteúdo de resorcinol livre (%)	0		1,53	3,70		
Retenção de resorcinol (%)			43,8	67,6		

O Conteúdo não volátil foi determinado pela secagem de três amostras de 0,5 gramas de resina em um forno a 125°C por 105 minutos. O conteúdo não volátil é a porcentagem da resina seca com base no peso original da amostra. O fluxo térmico foi testado utilizando-se o método de Diâmetro de Fusão conforme descrito pela Associação Estrutural de Base.

O resorcinol livre na resina em pó foi analisado por um método de cromatografia por gás GC. O método envolvia a utilização de meta-cresol como

padrão interno, metil terciário-butil éter como solvente para extração dos compostos fenólicos a partir de uma amostra de resina acidificada e então a sililação do composto fenólico extraído. A GC era uma Hewlett-packard
5 5880A com detector de ionização de chama. A coluna era uma coluna de aço de 1,83 m x 3,175 mm (6 pés x 1/8 polegada) embrulhada com 3% OV-17 em malha 80-100 Supelcoport (coluna Supelco).

Conforme mostrado na Tabela 2,
10 duas amostras em pó foram resfriadas para conteúdo de resorcinol livre. As retenções de resorcinol livre eram de 43,8% e 67,6% para as resinas 2 e 3 respectivamente.
Exemplo 2.

Este exemplo avalia as
15 composições de resina em pó preparadas no Exemplo 1 para fabricação de painéis de partículas com diferentes tempos de pressão para comprar as velocidades de cura.

Os painéis de partículas de tamanho de laboratório (0,254 x 0,254 x 0,0112 m) (10 x 10 x
20 0,44 polegada) foram feitos em condições similares à produção de um moinho de painel de partícula orientado (OSB). A madeira aspen para OSB comercial que continha 3,5 - 4,0% de conteúdo hidratado foi primeiramente borrifada com 1,5% de cera de petróleo microcristalina e então misturada
25 com 2,4% de resina em pó com base no peso da madeira seca.

A madeira tratada com cera e resina foi enformada e pré-pressionada em um tapete. O tapete pré-pressionado foi então pressionado a quente para

um painel de espessura de 0,0112 m (0,44 polegadas), utilizando uma prensa de temperatura de prensa de platina de 210°C (410°F), espaçadores de metal de 0,0112 m (0,44 polegadas) e pressão de $3,45 \times 10^6$ Pa (500 psi). Os tempos de pressão eram 2,00, 2,25, 2,50, 2,75 e 3,00 minutos para a resina de controle e 1,75, 2,00, 2,25, 2,50 e 2,75 minutos para as resinas em pó modificadas por resorcinol - resinas 1, 2, 3, 4 e 5.

Três amostras de ligação interna IB e duas amostras de módulos de ruptura fervidos por duas horas MOR foram testadas para cada painel de acordo com o padrão CSA CAN3-0437.1-M85. Os resultados foram mostrados na Tabela 3.

Conforme mostrado na Tabela 3, os resultados da ligação interna mostram que as resinas em pó modificadas por resorcinol (Resinas 1-5) aprimoram a velocidade da cura para fabricação de painel de partícula. O conteúdo de resorcinol teoricamente otimizado que mostrou a mais rápida velocidade de cura era de 5,47%. (Resina 3) em que continha 3,7% de resorcinol livre conforme analisado e registrado na Tabela 2. Maior aumento dos conteúdos teóricos de resorcinol a partir de 5,47% (Resina 3) para 7,44% (Resina 4) e 9,26% (Resina 5) não aprimorou a velocidade da resina em pó (Tabela 3).

Tabela 3 – Propriedades do Painel de Partículas do Laboratório			
Tempo de Pressão (minutos)	Densidade de Ligação (libras / pé³)	Ligação Interna (psi)	MOR fervido por duas horas (psi)
Controle (0% Resorcinol); Hidratação da Tábua = 3,9%			
2,00		Delaminação	
2,25	624,8 kg/m³ (39,0)	0 Pa (0)	14,8x10 ⁶ Pa (2151)
2,50	637,6 kg/m³ (39,8)	3,73X10 ⁵ Pa (54,2)	13,2X10 ⁶ Pa (1912)
2,75	698,5 (43,6)	4,43X10 ⁵ Pa (64,3)	15,0X10 ⁶ Pa (2176)
3,00	674,4 (42,1)	4,33X10 ⁵ Pa (62,8)	17,2X10 ⁶ Pa (2495)
Resina 1 (1,75% Resorcinol); Hidratação da Tábua = 3,3%			

Continuação da Tabela 3			
1,75		Delaminação	
2,00	663,2 (41,4)	0,85X10 ⁵ Pa (12,4)	8,31X10 ⁵ Pa (1206)
2,25	648,8 (40,5)	4,01X10 ⁵ Pa (58,1)	13,3X10 ⁵ Pa (1930)
2,50	655,2 (40,9)	4,71X10 ⁵ Pa (68,4)	15,1X10 ⁵ Pa (2190)
2,75	688,9 (43,0)	4,03X10 ⁵ Pa (58,5)	14,8X10 ⁵ Pa (2142)
Resina 2 (3,49% Resorcinol); Hidratação da Tábua = 3,6%			
1,75		Delaminação	
2,00	661,6 (41,3)	2,35X10 ⁵ Pa (34,1)	11,1X10 ⁵ Pa (1603)
2,25	653,6 (40,8)	4,13X10 ⁵ Pa (60,0)	10,9X10 ⁵ Pa (1578)
2,50	669,6 (41,8)	4,47X10 ⁵ Pa (64,9)	11,5X10 ⁵ Pa (1672)
2,75	672,8 (42,0)	4,77X10 ⁵ Pa (69,2)	12,1X10 ⁵ Pa (1754)
Resina 3 (5,47% Resorcinol); Hidratação da Tábua = 3,9%			
1,75		Delaminação	
2,00	672,8 (42,0)	3,64X10 ⁵ Pa (52,8)	10,9X10 ⁵ Pa (1584)
2,25	648,8 (40,5)	4,14X10 ⁵ Pa (60,0)	15,1X10 ⁵ Pa (2194)
2,50	664,8 (41,5)	4,57X10 ⁵ Pa (66,3)	14,8X10 ⁵ Pa (2146)
2,75	685,5 (42,6)	5,04X10 ⁵ Pa (73,1)	15,5X10 ⁵ Pa (2244)
Resina 4 (7,44% Resorcinol); Hidratação da Tábua = 3,9%			
1,75		Delaminação	
2,00	631,2 (39,4)	3,43X10 ⁵ Pa (49,8)	11,5X10 ⁵ Pa (1678)
2,25	623,2 (38,9)	3,66X10 ⁵ Pa (53,2)	13,5X10 ⁵ Pa (1953)
2,50	680,9 (42,5)	3,70X10 ⁵ Pa (53,7)	16,2X10 ⁵ Pa (2344)
2,75	624,8 (39,0)	4,55X10 ⁵ Pa (66,0)	16,2X10 ⁵ Pa (2353)
Resina 5 (9,26% Resorcinol); Hidratação da Tábua = 3,8%			
1,75		Delaminação	
2,00	639,2 (39,9)	3,70X10 ⁵ Pa (53,7)	11,8X10 ⁵ Pa (1718)
2,25	618,4 (38,6)	3,93X10 ⁵ Pa (57,1)	12,0X10 ⁵ Pa (1742)
2,50	664,8 (41,5)	4,59X10 ⁵ Pa (66,6)	13,8X10 ⁵ Pa (2003)
2,75	679,3 (42,4)	5,14X10 ⁵ Pa (74,6)	13,5X10 ⁵ Pa (1954)

Exemplo 3.

Este exemplo demonstra um processo de lote para fabricação de resina de fenol-formaldeído modificada por resorcinol, o efeito do tempo de secagem por atomização sobre o conteúdo de resorcinol livre da resina em pó, e uma moagem de OSB da resina seca por atomização.

Um lote (56.100 kg) de resina de fenol-formaldeído foi feito de acordo com a formulação e procedimentos do Exemplo 1. Após o ajuste do conteúdo de formaldeído livre da resina para zero com amônia, a resina líquida possuía as seguintes propriedades:

Conteúdo não-volátil: 48,1%

Índice Refrativo (25°C): 1,4760

conteúdo de hidróxido de sódio: 2,8%

Viscosidade: 0,550 to 0,630 Pa.s (TU - Gardner-Holdt)

Viscosidade a 25°C: 0,550 Pa.s (550 cps - Brookfield)

A resina de fenol-formaldeído

- 5 foi misturada com resorcinol pelo seguinte procedimento:

	Peso %	Peso (kg)
Resina de fenol-formaldeído	70,13	56100
Ácido oléico	0,12	94
1ª água	27,10	21681
Resorcinol	1,42	1136
2ª água	1,23	984
Total	100,00	79995

- Quando a resina de fenol-formaldeído foi resfriada a 48°C, o ácido oléico foi adicionado e misturado por 10 minutos. A primeira água foi então misturada e esfriada continuamente a 21°C. Uma solução de resorcinol esfriada (18°C) foi adicionada à resina de fenol-formaldeído. A solução de resorcinol foi preparada misturando-se o resorcinol e a segunda água. As propriedades da resina de fenol-formaldeído modificada por resorcinol são as seguintes:

Conteúdo não-volátil: 35,04%

- 15 Índice refrativo (25°C): 1,4323

Viscosidade a 25°C: 0,072 Pa.s (72 cps - Brookfield)

Conteúdo teórico de resorcinol: 1,42%

- A mistura de resina foi seca por atomização até virar resina em pó utilizando-se um secador por atomização de produção que operado sobre as seguintes condições:

Temperatura de entrada: 146-150°C

Temperatura de saída: 80-81°C

Temperatura de resina líquida: 21°C

- 25 Taxa de secagem por atomização da resina líquida: 48kg/minuto.

A resina em pó seca por atomização foi rapidamente esfriada a 18-20°C e então misturada com 0,3% de agente secante silicato de cálcio antes do empacotamento.

5 O pó seco por atomização possuía as seguintes propriedades:

Distribuição de tamanho de partícula:

> 0,075 mm (75 micron): 12-14%

10 < 0,075 mm (75 micron) e > 0,035 mm (35 micron): 39-42%

< 0,035 mm (35 micron) 42-44%

Densidade de bulk: 0,46-0,50 g/cm³

Conteúdo de água livre: 1-3%

Conteúdo não-volátil: 90-92%

15 Conteúdo de resorcinol teórico: 3,69%

O conteúdo de resorcinol livre e o fluxo térmico (diâmetro de fusão) da resina em pó foram testados periodicamente. Conteúdo de resorcinol livre foi testado pelo método de cromatografia de gás. Os resultados

20 estão exibidos na Tabela 4.

Tabela 4 - Propriedades da Resina em Pó.			
Tempo de secagem por atomização (horas)	Diâmetro de Fusão (mm)	Resorcinol livre (%)	Retenção de Resorcinol livre (%)
2,0	34	2,6	71
3,5	34	2,5	68
6,0	33	2,6	71
9,5	32	2,0	54
12,0	34	2,0	54
17,0	34	1,7	46
21,0	33	1,7	46
26,0	34	1,5	41
28,5	34	1,5	41

Os resultados mostraram que o conteúdo de resorcinol livre na resina em pó diminuiu com o envelhecimento da resina líquida de fenol-formaldeído modificada por resorcinol. Durante 28 horas de
5 secagem por atomização, o conteúdo de resorcinol livre da resina em pó diminuiu gradualmente de 2,6% para 1,5%.

A fim de testar a velocidade de cura da resina em pó modificada resorcinol para produção
10 de OSB, 19 sacos (24.700 kg) da resina em pó contendo mais de 1,7% do conteúdo de resorcinol livre foi ensaiada como resina de núcleo em um moinho de OSB. A resina de núcleo de controle era uma resina seca por atomização que não continha resorcinol. A resina de
15 face era a resina em pó seca por atomização Cascophen W91B (disponível pela Borden Chemical, Inc., Edmonton, Alberta). A razão de madeira da camada face/camada núcleo era de 60/40.

O ensaio de produção de OSB
20 durou 5 dias, fabricando OSB com espessura de 18,26 mm (23/32 polegada) e 15,08 mm (19/32 polegada). A temperatura de pressão era de 210°C (410°F). O tempo de ciclo de pressão é o tempo da pressão de um dia para outro. Os resultados dos tempos de ciclo de pressão sobre a qualidade do painel
25 estão exibidos na Tabela 5. A qualidade "boa" do painel na Tabela 5 significa que o painel OSB atingiu ou passou os padrões para OSB da Associação Canadense de Padrões CSA.

Tabela 5 -Produção de Moagem,Redução de Tempo de Pressão			
Resina de Núcleo	Tempo de ciclo de prensa (segundos)	Qualidade do Painei	Redução no Tempo de Ciclo (%)
Espessura do painel: 18,25 mm (23/32 polegada) Densidade do painel: 560,7 a 576,7 kg/m ³ (35-36 libras/pé ³) conteúdo de hidratação da tábu: Face – 6,0%, Núcleo – 3,2%			
Controle	285	Boa	0
Exemplo 3	255	Boa	11
Exemplo 3	245	Boa	14
Exemplo 3	240	Razoável	16
Espessura do painel: 15,1 mm (19/32 polegada) Densidade do painel: 608,8 kg/m ³ (38 libras/pé ³) conteúdo de hidratação da tábu: Face – 6,8%, Núcleo – 2,7%			
Controle	265	Boa	0
Exemplo 3	225	Boa	15
Exemplo 3	197	Boa	26
Exemplo 3	187	Boa	29

O ensaio de moagem confirmou que a resina seca por atomização modificada por resorcinol possuía uma propriedade de cura rápida para a produção de OSB. Conforme mostrado na Tabela 5, os tempos de ciclos de prensa podem ser reduzidos para 14-29% dependendo da espessura do OSB. Assim a composição em pó modificada pode substancialmente aprimorar a produtividade de OSB.

A propriedade de cura rápida da composição de resina em pó modificada por resorcinol depende do conteúdo de resorcinol livre na resina em pó. O conteúdo de resorcinol livre tende a diminuir dependendo das temperaturas de armazenamento. Portanto, a vida de prateleira da resina em pó a temperatura ambiente (23°C) também foi testada. Uma resina seca por atomização com conteúdo de 2,0% de resorcinol livre foi envelhecida a temperatura ambiente e o conteúdo de resorcinol livre foi periodicamente analisado por GC. Os resultado estão exibidos na Tabela 6.

Tabela 6 - Taxa de Queda de Resorcinol Livre							
Dias a 23°C	0	7	14	21	35	49	53
Conteúdo de resorcinol livre (%)	2,0	1,9	1,9	1,7	1,5	1,3	1,2
Retenção de resorcinol livre (%)	100	95	95	85	75	65	60

A fim de obter uma propriedade de cura rápida significativa, o conteúdo de resorcinol livre mínimo precisa estar acima de 1,5%. Portanto, uma resina em pó que possua 2% de conteúdo de resorcinol livre tem 35 dias de vida de prateleira a 23°C.

Exemplo 4.

Este exemplo ilustra a fabricação de uma resina em pó modificada por resorcinol e os efeitos das temperaturas sobre a vida de prateleira da resina em pó.

Um lote de 9000 kg de precursor de resina líquida de fenol-formaldeído foi feito de acordo com a formulação e os procedimentos do Exemplo 1. O conteúdo de formaldeído livre da resina resultante era de 0,05%. 9kg adicionais de 30% de amônia aquosa foram adicionados para reduzir o formaldeído livre a zero. As propriedades da resina foram as seguintes:.

Não-volátil: 48,41%

Índice Refrativo (a 25°C): 1,4782

Viscosidade a 25°C: 0,47 to 0,50 Pa.s (RS - Gardner-Holdt)

Viscosidade a 25°C: 0,485 Pa.s (485 cps - Brookfield)

A resina líquida foi misturada com resorcinol pelo método a seguir:

	Peso%
Resina de fenol-formaldeído	68,00
Ácido oléico	0,12
1ª água	27,40
Resorcinol	2,24
2ª água	2,24
Total	100,00

Quando a resina de fenol-formaldeído tratada a amônia esfriou para 45-50°C, foi adicionado ácido oléico e misturado por 600 segundos (10 minutos). A primeira água foi então adicionada e a mistura
 5 esfriou para 18°C. Em seguida, a solução de 50% de resorcinol (resorcinol + segunda água) foi preparada e sua temperatura foi esfriada para 18°C.

A resina esfriada e a solução de 50% de resorcinol foram misturadas. A composição líquida
 10 misturada possuía as seguintes propriedades:

Conteúdo não-volátil: 35,25%

Índice Refrativo (25%): 1,4290

Viscosidade a 25°C: 0,05 to 0,065 Pa.s (AB - Gardner-Holdt)

Viscosidade a 25°C: 0,058 Pa.s (58cps - Brookfield)

15 Conteúdo de resorcinol teórico: 2,24%

A composição de resina líquida foi seca por atomização até formar a resina em pó, utilizando um secador por atomização de produção conforme descrito no exemplo 3 dentro 7 horas após o resorcinol ter
 20 sido misturado com a resina fenólica. Foram produzidos três sacos (1300 kg/saco) de resina em pó conforme a seguir:

Amostra (saco)	Diâmetro de Fusão (mm)	Resorcinol Livre (%)	Retenção de Resorcinol Livre (%)
1	36	4,6	79,5
2	41	4,6	79,5
3	35	4,5	77,6

Para o teste de vida de prateleira, as Amostras 1 e 3 foram envelhecidas a temperatura ambiente (23°C) e a Amostra 2 foi envelhecida a
 25 4°C. O conteúdo de resorcinol livre foi periodicamente analisado. Os resultados da média da Amostra 1 e 2 e da

Amostra 3 estão exibidos na Tabela 7.

Tabela 7 - Taxa de Queda de Resorcinol Livre						
Dias a 23°C	0	6	15	20	28	41
Conteúdo de resorcinol livre (%)	4,6	4,1	3,8	3,8	3,7	2,1
Retenção de resorcinol livre (%)	100	89	83	83	80	46
Dias a 23°C	0	6		19	27	
Conteúdo de resorcinol livre (%)	4,6	4,6		4,5	4,5	
Retenção de resorcinol livre (%)	100	100		98	98	

Os resultados mostraram que a estabilidade da composição em pó modificada por resorcinol era significativamente afetada pela temperatura. A 4°C, a
 5 composição em pó era bastante estável. Entretanto, a temperatura ambiente (23°C), a resina em pó possuía ainda 30 dias de vida de prateleira para produção de OSB.

Diferentemente, o resorcinol livre da resina líquida de fenol-formaldeído mostrou uma
 10 taxa de queda muito alta. A mistura de resina líquida que continha 2,24% de resorcinol foi envelhecida a 23°C e o conteúdo de resorcinol foi analisado após envelhecimento por 24, 48 e 72 horas. Os resultados estão exibidos na Tabela 8.

Tabela 8 - taxa de Queda de Resorcinol Livre

Horas a 23°C	0	24	48	72
Conteúdo de resorcinol livre (%)	2,24	1,15	0,78	0,6
Retenção de resorcinol livre (%)	100	51	35	27

Os resultados mostraram que a
 15 taxa de queda do resorcinol livre era muito alta na mistura de resina Líquida. Entretanto, após secagem por atomização, o resorcinol livre no pó era muito mais estável.

Os conteúdos de resorcinol livre foram analisados utilizando-se um método de
 20 cromatografia Líquida de alta pressão (HPLC). A HPLC foi operada sob as seguintes condições:

Coluna: μ -Bondapak C₁₈ de Waters Associates

Fase móvel: 30: 70 razão de (acetonitrila: solução tampão de

água/acetato)

Detector: aparelho detector Série 440 UV a 254 nm de comprimento de onda

Exemplo 5.

5 O exemplo foi feito para avaliar o sulfito de sódio dos limpadores de formaldeído livre, amônia, e uma combinação de amônia e sulfito em:

1.retenção de resorcinol livre seco por atomização

2.taxa de queda de resorcinol livre do pó seco por
10 atomização

3.velocidade de cura da resina em pó para ligação de painel de partículas

Uma resina Líquida de fenol-formaldeído foi preparada conforme mostrada no Exemplo 1,
15 com a exceção de que não foi adicionada amônia para limpar o formaldeído livre residual. A resina foi identificada como Resina 5L e possuía as seguintes propriedades:

Conteúdo não-volátil: 49,6%

Índice Refrativo (25°C): 1,4809

20 Viscosidade a 25°C: 0,630 to 0,885 Pa.s (UV - Gardner-Holdt)

Conteúdo de hidróxido de sódio: 2,75%

Conteúdo de fenol-formaldeído: 46,85%

Conteúdo de formaldeído livre; 1,09%

A resina líquida de fenol-formaldeído (Resina 5L) foi primeiramente tratada com
25 limpadores de formaldeído, então misturada com resorcinol e secada por atomização até virar uma resina em pó.

Limpador: Sulfito de Sódio.

Foi preparada uma solução de sulfito de sódio misturando-se 4,6 partes de sulfito de sódio (Na_2SO_3) e 2,0 partes de metabisulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) e 16,5 partes de água. A solução de sulfito foi

5 misturada com 100 partes de Resina 5L a temperatura ambiente. Após descansar por uma noite, o formaldeído livre foi analisado. A resina tratada com sulfito de sódio, ou seja, a Resina 5L (sulfito) possuía as seguintes propriedades:

10 Conteúdo não-volátil: 45,65%

Índice Refrativo (25°C): 1,4638

Viscosidade a 25°C: 0,470 Pa.s (R - Gardner-Holdt)

Conteúdo de formaldeído livre: 0,035%

A composição de resina líquida, a Resina

15 5L (sulfito) foi ainda misturada com resorcinol conforme a seguir:

	Peso%
Resina 5L (sulfito)	76,67
Acido oléico	0,11
Resorcinol	1,26
Água	21,96
Total:	100,00

A Resina 5L foi primeiramente misturada com o acido oléico e então misturada a solução de resorcinol que foi preparada dissolvendo-se o resorcinol na

20 água a temperatura ambiente. A resina Líquida possuía as seguintes propriedades:

Conteúdo não-volátil: 36,26%

Índice Refrativo (25°C): 1,4321

Viscosidade a 25°C: 0,085 Pa.s (C - Gardner-Holdt)

25 A mistura de resina líquida

foi secada por atomização até virar uma resina em pó com um secador por atomização de laboratório por 2 horas após a mistura com resorcinol. A resina em pó seca por atomização foi também misturada com 0,3% de agente secante silicato de cálcio.

- 5 Essa resina em pó foi identificada como a Resina 5 (Na_2SO_3).
Limpador: Amônia.

O tratamento com amônia da Resina 5L foi feito misturando-se 97,8 partes de Resina 5L com 2,2 partes de amônia aquosa 30% a temperatura ambiente.

- 10 Após descansar por uma noite, o conteúdo de formaldeído livre foi analisado. A resina tratada com amônia foi identificada como Resina 5L (NH_3). A resina possuía as seguintes propriedades:

Conteúdo não-volátil: 48,5%

- 15 Índice Refrativo (25°C): 1,4777

Viscosidade a 25°C : 0,630 to 0,885 Pa.s (UV - Gardner-Holdt)

Conteúdo de formaldeído livre: 0,01%

A mistura de Resina 5L modificada por resorcinol (NH_3) foi feita da seguinte maneira:

	Peso%
Resina 5L (NH_3)	70,13
Acido oléico	0,12
Resorcinol	1,42
Água	28,33
Total:	100,00

- 20 Novamente, a Resina 5L (NH_3) foi misturada com o acido oléico e então misturada com a solução de resorcinol que foi preparada dissolvendo-se o resorcinol na água a temperatura ambiente. A resina líquida possuía as seguintes propriedades:

- 25 Conteúdo não-volátil: 35,43%

Índice Refrativo (25°C): 1,4321

Viscosidade a 25°C: 0,065 to 0,085 Pa.s (BBC - Gardner-Holdt)

A composição de resina foi seca por atomização com um secador por atomização de laboratório por 2 horas após a mistura com resorcinol. A resina em pó foi misturada com 0,3% de agente secante silicato de cálcio. A resina em pó foi identificada com Resina 5 (NH₃).

Limpador: Amônia e Sulfito de Sódio

O experimento consistia em avaliar os agentes redutores, como sulfitos, para tratamento de resina Líquida fenólica tratada com amônia, a Resina 5L (NH₃), com relação a retenção de resorcinol livre seco por atomização, taxa de queda de resorcinol de uma resina em pó envelhecida, e velocidade de cura para ligação de painel de partículas

Uma mistura de resina Líquida contendo um agente redutor, o sulfito de sódio, foi feita da seguinte forma:

	Peso%
Resina 5L (NH ₃)	70,13
Acido oléico	0,12
Sulfito de sódio	0,50
Resorcinol	1,42
Água	27,83
Total:	100,00

O sulfito de sódio e o resorcinol foram primeiramente dissolvidos na água e então misturados com Resina 5L (NH₃). A mistura Líquida possuía as seguintes propriedades:

Conteúdo não-volátil: 35,93%

Índice Refrativo (25°C): 1,4345

Viscosidade a 25°C: 0,065 to 0,085 Pa.s (BCC - Gardner-Holdt)

A mistura de resina Líquida foi seca por atomização até se transformar em pó e misturada com 0,3% de sólidos de conteúdo de Resina 5L (NH₃) diluída em água. A resina não continha resorcinol.

Análise das Resinas em Pó

As resinas em pó foram testadas quanto ao seu conteúdo não-volátil, diâmetro de fusão e se estão livres de resorcinol. O conteúdo de resorcinol livre foi analisado utilizando o método GC. Os resultados estão exibidos na Tabela 9.

Tabela 9 – Propriedades da Resina em Pó

Amostra	Conteúdo volátil	não- Diâmetro Fusão	de Resorcinol Livre	Retenção de Resorcinol Livre (%)
Resina 5 (Na ₂ SO ₃)	90,4	28	0,15	4
Resina 5 (NH ₃)	90,5	33	2,39	65
Resina 5 (NH ₃ Na ₂ SO ₃)	89,9	32	2,59	71
Controle	91,0	33	0	N/A

Os resultados mostraram que a amônia é um limpador de formaldeído livre preferível para secar por atomização a mistura de resina resorcinol modificada. O sulfito de sódio não funcionou como limpador por retenção de resorcinol livre. Entretanto, quando a resina líquida limpada com amônia foi posteriormente tratada com sulfito, a resina seca por atomização, Resina 5 (NH₃Na₂SO₃) possuía uma cor mais clara e maior retenção de resorcinol livre. Portanto, agentes redutores como o sulfito podem aprimorar a retenção de resorcinol livre.

Prazo de Validade da Resina em Pó.

A velocidade de cura das resinas em pó para ligação do painel de partículas depende

do conteúdo de resorcinol livre que diminui gradualmente por envelhecimento a temperatura ambiente. Portanto, as resinas em pó foram testadas por envelhecimento a temperatura ambiente (23°C). Os resultados das taxas de queda de

5 resorcinol livre estão exibidos na Tabela 10.

Tabela 10- Taxa de Queda de Resorcinol Livre

Dias a 23°C	0	7	15	21	29
Resina 5 (Na ₂ SO ₃)					
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	0,15	0,03			
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	20			
Resina 5 (NH ₃)					
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	2,39	2,11	1,93	1,75	1,68
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	89	81	73	70
Resina 5 (NH ₃ / Na ₂ SO ₃)					
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	2,59	2,40	2,24	2,04	1,96
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	93	87	79	76

O conteúdo mínimo de resorcinol livre na resina em pó para aprimorar significativamente a velocidade de cura é de 1,5%. Portanto, as duas resinas em pó tratadas com amônia, Resina 5 (NH₃) e
 10 Resina 5 (Na₂SO₃), possuem o prazo de validade desejado.

Além disso, a Resina 5 (NH₃/Na₂SO₃), que é tratada com amônia para remover primeiramente o formaldeído livre e então com um agente redutor de sulfito de sódio, aparentemente reduz a taxa de queda do
 15 resorcinol.

Teste de Painéis de Partículas de Madeira.

Com o objetivo de avaliar a velocidade de cura das resinas em pó modificadas por resorcinol, eles foram comparados com o pó de controle (sem
 20 modificação por resorcinol) para preparar um painel de partículas de espessura de 11,11 mm (7/16 polegadas). Painéis de partículas de três camadas (face/núcleo/face) foram feitos o a resina de pó experimental utilizada para a camada do centro e a resina para face em pó para OSB

comercial, Cascophen W91B (disponível pela Borden Chemical, Inc., Edmonton, Alberta) utilizada para as camadas de face. As taxas de adesão de resina em pó foram de 2% de sólidos de fenol-formaldeído PF com base no peso da madeira seca para a

5 camada de face e 2% de sólidos de PF (controle) e 2% de sólidos de PF + resorcinol (resinas em pó modificadas por resorcinol) para a camada de núcleo. Os conteúdos de sólidos de PF e os sólidos de PF + resorcinol das resinas em pó foram calculados subtraindo-se o

10 conteúdo inorgânico não-volátil, como o hidróxido de sódio e o sulfito de sódio. As condições de pressão do painel de partículas eram as mesmas descritas no Exemplo 2. O conteúdo de mistura fosco variou entre 5,1 e 5,4% na face e 3,3 e 3,6% na camada de núcleo. Os efeitos

15 dos tempos de pressão da ligação interna (IB) dos painéis de partículas são exibidos na Tabela 11.

Tabela 11 - Ligação Interna x Tempo de Pressão

Tempo de Pressão (minutos)		2,00	2,25	2,50	2,75
Controle	Delaminação	1,97X10 ⁵ (28,5)	Pa 3,67X10 ⁵ (53,2)	Pa 3,89X10 ⁵ (56,4)	Pa 3,96X10 ⁵ (57,4)
Resina 5 (Na ₂ SO ₃)	Delaminação	1,61X10 ⁵ (23,4)	Pa 2,95X10 ⁵ (42,9)	Pa 3,71X10 ⁵ (53,9)	Pa 3,43X10 ⁵ (49,7)
Resina 5 (NH ₃)	1,93X10 ⁵ (28,0)	Pa 3,07X10 ⁵ (44,5)	Pa 3,97X10 ⁵ (57,6)	Pa 4,01X10 ⁵ (58,1)	Pa 3,74X10 ⁵ (54,2)
Resina 5 (NH ₃ /Na ₂ SO ₃)	2,53X10 ⁵ (36,7)	Pa 4,16X10 ⁵ (60,3)	Pa 3,70X10 ⁵ (53,6)	Pa 4,12X10 ⁵ (59,7)	Pa 3,72X10 ⁵ (53,9)

Os resultados confirmaram que a velocidade de cura das resinas em pó modificadas por resorcinol é afetada significativamente pelo conteúdo

20 de resorcinol livre na resina em pó. A Resina 5 (Na₂SO₃) continha pouquíssimo resorcinol livre (0,15%). Assim, a velocidade de cura dessa resina em pó não foi melhor do que a da resina de controle. Considerando a Resina 5 (NH₃) e a Resina 5 (NH₃/Na₂SO₃), que continham

Viscosidade a 25°C: 0,695 Pa.s (Brookfield - 695 cps)

Preparação da Resina de Fenol-Formaldeído Diluída.

Após a resina líquida ter sido resfriada a 50°C (sic), foram misturados 155 kg de ácido oléico à resina e então 30,510 kg de água fria foram adicionados. A resina líquida diluída foi continuamente resfriada a 21°C. As propriedades da resina diluída foram as seguintes:

Conteúdo não-volátil: 36,59%.

10 Índice Refrativo (25°C): 1,4370.

Viscosidade a 25°C: 0,125 to 0,140 Pa.s (EE-F - Gardner-Holdt)

Viscosidade a 25°C: 0,123 Pa.s (123 cps - Brookfield)

Gravidade Específica (25°C): 1,134.

15 Metade da resina diluída, 61,782 kg, foi utilizada para mistura em linha com a solução de resorcinol e secada por atomização à resina em pó. O restante da resina, 61.783 kg, foi misturado com a solução de resorcinol para o teste de secagem por atomização do lote.

20 Preparação da Solução de Resorcinol.

Uma solução de resorcinol foi feita dissolvendo-se 3060 kg de resorcinol em 10.000 kg de água fria. A solução possuía as seguintes propriedades:

25 Conteúdo de resorcinol: 23,43%.

Índice refrativo: (25°C): 1,3816.

Gravidade Específica (25°C): 1,052.

Resina de Fenol-formaldeído Secado por atomização e Solução

de Resorcinol utilizando Mistura em linha.

Dois sistemas de bombeamento foram utilizados para resultar na resina e na solução de resorcinol para o secador por atomização. As taxas de bombeamento e a taxa de secagem por atomização foram ajustadas conforme seguir:

Resina de fenol-formaldeído: 0,0005575 m³/s (33,45 L/minuto)

Solução de Resorcinol: 0,0000725 m³/s (4,35 L/minuto)

Taxa de secagem por atomização: 0,00063 m³/s (37,8 L/minuto)

Após a resina e solução de resorcinol terem sido misturadas no sistema de tubulação, a solução misturada viajou por 58,8 metros (193 pés) de comprimento do sistema de tubulação antes da secagem por atomização. O volume do sistema de tubulação foi de 0,2046 m³ (204,6 litros). Portanto, o tempo de mistura do resorcinol e da resina foi de aproximadamente 324 segundos (5,4 minutos) no sistema de tubulação. A resina em pó foi misturada com 0,3% de silicato de cálcio antes do empacotamento. Durante o teste de secagem por atomização, 6 amostras de resina em pó foram retiradas de 6 sacos da resina em pó (1300 kg/saco). As amostras de resina em pó foram analisadas quanto ao conteúdo de resorcinol livre pelo método HPLC, água livre por titulação de Karl Fischer, fluxo térmico (diâmetro de fusão) e conteúdo não-volátil. Os resultados estão exibidos na Tabela 12. Por cálculo, a resina em pó secada por atomização conteria teoricamente 6,5% de conteúdo de resorcinol.

Tabela 12 - Propriedades da Resina em Pó a Partir da Secagem por atomização da Mistura em Linha

Amostra	Diâmetro de Fusão (mm)	de Resorcinol Livre (%)	Retenção de Resorcinol Livre (%)	Água Livre (%)	Conteúdo não-volátil (%)
1	31	5,44	83,7	2,8	92,4
2	33	5,71	87,8		92,1
3	29	5,37	82,6	2,9	91,3
4	30	5,52	84,9		92,3
5	28	5,08	78,2		92,3
6	33	5,75	88,5		91,7
Média	31	5,48	84,3	2,9	92,0

Os resultados mostram que o procedimento de mistura em linha produziu a desejada taxa de retenção de resorcinol livre na resina seca por atomização. Além disso, a resina seca por atomização possuía as propriedades desejadas para fabricação de OSB.

Resina de Fenol-Formaldeído Seca por atomização e Solução de Resorcinol Utilizando Mistura de Lote

Um lote de mistura de resina de fenol-formaldeído líquido modificado por resorcinol foi feito misturando-se 61.783 kg de resina de fenol-formaldeído diluída (36,51% de conteúdo não-volátil) e 7.060 kg de solução de resorcinol (23,43% de conteúdo de resorcinol).

Conteúdo não-volátil: 35,17%.
Conteúdo de resorcinol: 2,40%.

A temperatura da mistura de resina era de 21°C. A mistura de resina líquida foi seca por atomização 24 horas após a mistura líquida ter sido feita. Novamente, foram retiradas e analisadas 6 amostras de resina em pó de 6 sacos. Os resultados estão exibidos na Tabela 13.

Por cálculo, a resina em pó secada por atomização conteria teoricamente 6,25% de conteúdo de resorcinol.

Tabela 13 - Propriedades da Resina em Pó a Partir da Secagem por atomização da Mistura de Lote

Amostra	Diâmetro de Fusão (mm)	de Resorcinol Livre (%)	Retenção de Resorcinol Livre (%)	de Água Livre (%)	Conteúdo não-volátil (%)
1	29	3,27	52,7	3,0	92,0
2	31	4,23	68,2		91,9
3	32	4,04	65,2	2,8	91,9
4	30	4,19	67,6		91,4
5	33	3,63	58,5		91,3
6	32	3,92	63,2		91,5
Média	32	3,88	62,6	2,9	91,6

As resinas em pó secas por atomização possuíam conteúdo de resorcinol livre 5 significativamente menor do que as que foram produzidas a partir do método de mistura em linha.

Exemplo 7.

Este exemplo demonstra a sintetização de uma resina de fenol-formaldeído líquida e um 10 método para reduzir o formaldeído livre residual. A resina é um precursor desejado para a fabricação de composto de resina em pó modificada por resorcinol.

O reator de resina foi carregado com os seguintes ingredientes:

Ingrediente	Partes por Peso	Razão Molar
Fenol (concentração 100%)	29,38	1
1ª Água	10,48	
Hidróxido de Sódio (concentração 50%)	6,12	0,245
1º Formaldeído (concentração 50%)	22,50	1,2
2ª Água	5,62	
3ª Água	5,69	
2º Formaldeído (concentração 50%)	18,31	0,98
4ª Água	Conforme necessário	
Amônia Aquosa (concentração 30%)	1,90	
Total	100,00	

15 O Fenol, a primeira água e o hidróxido de sódio foram primeiramente carregados a um reator. A adição programada do primeiro formaldeído por 30 minutos, adicionada a segunda água, e foi permitido que a temperatura subisse para 65°C e mantida a 65°C por 20

minutos adicionais. Então a mistura foi aquecida a 95°C em 20 minutos e mantida nessa temperatura por até 10 minutos após uma viscosidade a 25°C entre 0,225 Pa.s e 0,250 Pa.s (I e J - Gardner-Holdt). Foi adicionada a terceira água, ajustada a temperatura para 65°C, e então a adição programada do segundo formaldeído por 15 minutos, e adicionada a quarta água. Mantida ainda a temperatura a 65°C por até 10 minutos após uma viscosidade entre 0,225 Pa.s e 0,250 Pa.s (I e J - Gardner-Holdt). E em seguida rapidamente esfriada para abaixo de 50°C e adicionada a amônia aquosa sob a superfície de resina.

O conteúdo de formaldeído livre da resina era de 0,02%. Portanto, foram adicionadas mais 0,08 partes de amônia aquosa 30% para limpar o formaldeído livre residual.

As propriedades da resina foram as seguintes:

Conteúdo não-volátil: 45,0%.

Índice Refrativo(25°C): 1,4643.

Conteúdo de hidróxido de sódio: 3,06%

Viscosidade: 0,250 Pa.s (J - Gardner-Holdt)

Número médio do peso molecular (M_n): 1066

Peso médio do peso molecular (M_w): 1220

Exemplo 8.

Este exemplo descreve uma formulação para uma resina seca por atomização modificada por resorcinol e avaliou a velocidade de cura de resina em pó na fabricação de painéis de partículas.

A resina de fenol-formaldeído

descrita no Exemplo 7 foi modificada com resorcinol conforme mostrado na Tabela 14.

Tabela 14 - Modificação da Resina do Exemplo 7

	Resina 8L (peso %)	Resina 8AL (peso %)	Resina 8BL (peso %)
Resina do Exemplo 7	77,03	75,80	73,50
Ácido oléico	0,18	0,18	0,18
Água	22,79	22,60	24,08
Resorcinol	0,00	1,42	2,24
TOTAL	100,00	100,00	100,00
Conteúdo não-volátil (%)	34,83	35,53	35,32
Índice Refrativo (a 25°C)	1,4303		
Viscosidade	0,065	Pas	
	(B - Gardner-Holdt)		
Conteúdo de hidróxido de sódio	2,36	2,32	2,25

A resina 8L foi feita misturando-se a resina líquida do Exemplo 7, ácido oléico e água. As misturas de resina líquida modificada por resorcinol, Resina 8AL e Resina 8BL, foram feitas preparando-se primeiramente uma solução de resorcinol e então misturada com ácido oléico e resina de fenol-formaldeído.

As misturas de resina líquida foram secas por atomização com um secador por atomização de laboratório conforme descrito no Exemplo 1 por duas horas após a mistura com resorcinol. As 3 resinas em pó foram identificadas como Resina 8, 8A e 8B. As propriedades das resinas em pó estão exibidas na Tabela 15. O conteúdo de resorcinol livre da resina em pó foi analisado utilizando-se o método HPLC.

Tabela 15 - Propriedades da Resina em pó

	Resina 8	Resina 8A	Resina 8B
Peso molecular (M_n)	1112		
Peso molecular (M_w)	1717		
Conteúdo não-volátil (%)	92,2	92,5	92,5
Diâmetro de Fusão (mm)	31,5	32	32
Conteúdo de hidróxido de sódio (%)	6,2	6,0	5,8
Conteúdo de Resorcinol Livre	0	2,6	4,0
Retenção de Resorcinol (%)	N/A	70,8	68,9

As resinas em pó foram avaliadas quanto à sua velocidade de cura para fabricação de painéis de partículas de laboratório homogêneas com conteúdo de mistura fosca de 6,2 e 7,7%. A espessura do painel alvo era de 11,11 mm (7/16 polegada) e os tempos de pressão eram de 1,75, 2,00, 2,50 e

2,75 minutos. O método de fabricação do painel e as condições de pressão eram os mesmos descritos no exemplo 2. O painel em madeira Aspen foi primeiramente borrifado com 1,0% de sólidos de cera utilizando emulsão de cera, então misturado com 2% de sólidos fenol-formaldeído (PF) para a Resina 8 e 2% PF + sólidos de resorcinol para as Resinas 8A e 8B com base no peso da madeira seca. O conteúdo de sólidos do fenol-formaldeído e PF + resorcinol foram calculados a partir do conteúdo da resina em pó não-volátil menos o conteúdo de hidróxido de sódio exibido na Tabela 15.

O efeito do conteúdo de resorcinol livre da resina em pó e do tempo de prensa sobre as ligações internas dos painéis de partículas estão exibidos na Tabela 16.

Tabela 16 - Ligação Interna X Tempo de Prensa							
Tempo de Pressão (minutos)	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75		
Hidratação da tábua: 6,3%							
Resina 8	Delaminação	0,47X10 ⁵ Pa (6,8)	4,21X10 ⁵ (61,0) Pa	5,41X10 ⁵ (78,5) Pa	6,35X10 ⁵ (92,1) Pa		
resina 8A		0,99X10 ⁵ Pa (14,4)	4,51X10 ⁵ Pa (65,4)	4,98X10 ⁵ (72,3) Pa	5,31X10 ⁵ (77,1) Pa	4,63X10 ⁵ (67,1) Pa	
resina 8B		1,84X10 ⁵ Pa (26,7)	4,80X10 ⁵ Pa (69,6)	4,65X10 ⁵ (67,4) Pa	5,25X10 ⁵ (76,2) Pa	5,26X10 ⁵ (76,3) Pa	
Tempo de Pressão (minutos)	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75		
Hidratação da tábua: 7,7%							
resina 8	Delaminação	Delaminação	3,11X10 ⁵ (45,1) Pa	2,90X10 ⁵ (42,0) Pa	3,51X10 ⁵ (50,9) Pa		
resina 8A	Delaminação	2,37X10 ⁵ Pa (34,5)	3,61X10 ⁵ (52,3) Pa	3,67X10 ⁵ (53,2) Pa	3,96X10 ⁵ (57,5) Pa		
resina 8B	Delaminação	2,92X10 ⁵ Pa (42,3)	3,64X10 ⁵ (52,8) Pa	5,01X10 ⁵ (72,6) Pa	4,93X10 ⁵ (71,5) Pa		

Os resultados mostraram que as resinas em pó contendo 2,6% (Resina 8A) e 4,0% (Resina 8B) de conteúdo de resorcinol livre mostraram uma propriedade de cura mais rápida do que a resina em pó contendo zero resorcinol (Resina 8).

Exemplo 9.

Esse exemplo compara as taxas de queda de resorcinol livre de uma resina líquida modificada por resorcinol de fenol-formaldeído com sua resina em pó seca por atomização a temperatura ambiente (23°C) e a 4°C.

A resina 9L usa a resina líquida de fenol-formaldeído conforme preparado no Exemplo 7. A mistura de resina 9L foi feita conforme segue:

	Peso%
Resina do Exemplo 7	94,81
Resorcinol	2,24
Água	2,95
Total:	100,00
Conteúdo não-volátil:	44,90%
Índice refrativo (a 25%):	1,4622
Viscosidade:	0,200 to 0,225 Pa.s (HH-I - Gardner-Holdt)

A mistura de resina líquida, Resina 9L, foi feita misturando-se 94,81 partes de resina do Exemplo 7 com a solução de resorcinol preparada misturando-se 2,24 partes de resorcinol e 2,95 partes de água fria. A mistura de Resina 9L foi seca por atomização em resina em pó (resina 9) utilizando-se um secador por atomização de laboratório. A resina em pó possuía as seguintes características:

Conteúdo não-volátil: 91,9%.

Diâmetro de fusão: 31 mm.

Conteúdo de resorcinol livre: 3,58%.

Retenção de resorcinol livre: 78,1%.

Os conteúdos de resorcinol livre nas resinas líquidas e em pó foram determinados utilizando-se o método HPLC.

A fim de comparar a vida de prateleira das resinas líquidas e em pó, a resina 9L e a

Por esse método, a solução de resorcinol e a resina de fenol-formaldeído foram misturadas em um sistema de tubulação antes do processo de atomização de secagem por atomização. O tempo de mistura era bem curto e consistente, de modo que o resorcinol livre retido na resina em pó estava alto e também consistente. O exemplo também mostrou os resultados de aplicar a resina em pó modificada por resorcinol para fabricação de painéis OSB em um moinho de OSB comercial.

Um lote de resina líquida de fenol-formaldeído de 60.000 kg foi fabricado de acordo com a formulação e os procedimentos nos descritos no Exemplo 7. A resina líquida resultante foi analisada para conter 0,02% de formaldeído livre. Portanto, 60 kg de 30% de amônia aquosa foram adicionados para reduzir o conteúdo de formaldeído livre a zero. A resina possuía as seguintes propriedades: Conteúdo não-volátil: 45,44%.

Índice Refrativo (25°C): 1,4652.

Viscosidade a 25°C: 0,165 to 0,200 Pa.s (GH - Gardner-Holdt)

Viscosidade a 25°C: 0,172 Pa.s (172 cps - Brookfield)

Quando a resina foi esfriada para abaixo de 50°C, 144 kg de ácido oléico foi misturado e então adicionados 15.595 kg de água fria. A resina diluída foi continuamente esfriada a 25°C.

A resina líquida de fenol-formaldeído diluída e a solução de resorcinol possuíam as seguintes propriedades:

1) Resina diluída de fenol-formaldeído

resina 9 foram envelhecidas a 23°C e a 4°C. O conteúdo de resorcinol livre foi analisado periodicamente.

Resina Líquida 9L

Tabela 17 - Taxa de Queda da resorcinol Livre para a Resina Líquida

Dias a 23°C	0	0,1	1	4	
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	2,24	1,99	1,37	0,66	
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	89	61	29	
Dias a 4°C	0	4	11	15	27
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	2,24	2,23	1,84	1,45	1,40
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	100	82	65	63

5 Resina em Pó 9

Tabela 18 - Taxa de Queda de Resorcinol Livre para a Resina em Pó

Dias a 23°C	0	0,1	1	4
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	3,58	3,69	2,90	2,46
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	103	81	69
Dias a 4°C	0	3	11	18
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	3,58	3,21	2,91	3,18
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	90	81	89

Os resultados indicam que o resorcinol livre na resina em pó seca por atomização é muito mais estável do que a resina Líquida. Com a resina em pó, o resorcinol é menos sensível à temperatura entre 23°C e 4°C.

- 10 Os dados sugeriram que as taxas de queda de resorcinol a 23°C na resina líquida (resina 9L) eram 10 vezes maiores do que a resina em pó seca por atomização (resina 9). Além disso, a taxa de queda de resorcinol da resina líquida era também afetada de maneira significativa pela temperatura de
- 15 armazenamento. A 23°C, a taxa de queda estava acima de 15 vezes maior do que a 4°C. Entretanto, para a resina em pó, a taxa de queda de resorcinol era menos sensível à temperatura entre 23°C e 4°C.

Exemplo 10.

- 20 Esse exemplo ilustra a fabricação da resina em pó de fenol-formaldeído modificada por resorcinol por um método de mistura em linha. O método de mistura em linha era idêntico ao descrito no Exemplo 6.

Conteúdo não-volátil: 36,0%

Gravidade Específica (a 25°C) 1,129

2) Solução de resorcinol

Conteúdo de resorcinol: 31,0%

5 Gravidade específica (a 25°C): 1,065

O sistema de mistura em linha foi idêntico ao descrito no Exemplo 6. As taxas de bombeamento de resina e resorcinol, a taxa de secagem por atomização e o tempo de mistura em linha foram conforme segue:

Taxa de bombeamento de resina de PF diluída: 48,78 L/minuto

Taxa de bombeamento de solução de resorcinol: 3,80 L/minuto

Taxa de secagem por atomização: 52,58 L/minuto

Tempo de mistura em linha: 3,9 minutos

15 Temperatura de mistura em linha: 24°C

O secador por atomização de produção foi operado em temperaturas de entrada e saída de 155°C e 82°C respectivamente. Os conteúdos não-voláteis da resina em pó seca por atomização eram de 90-92%.

20 Teoricamente, o conteúdo de resorcinol na resina em pó conforme calculado com base na razão da mistura em linha de resina/resorcinol era de 5,72%. A Tabela 19 mostra os resultados do diâmetro de fusão, o conteúdo de resorcinol livre, água livre, e

25 distribuição de tamanho de partículas. A amostra em pó foi retirada de cada saco (1300 kg/saco) do produto seco por atomização.

Tabela 19 - Propriedades de Resina em Pó.

Amostra	Diâmetro de Fusão (mm)	Resorcinol Livre (%)	Água Livre (%)	Distribuição de Tamanho de Partícula		
				> 0,075 mm (75 micron) (%)	< 0,075mm e > 0,045mm (45 micron) (%)	< 0,045 mm (45 micron) (%)
1	35	5,73	2,97	4,9	30,6	64,5
2	32	5,53		4,4	27,1	68,5
3	32	5,71		4,2	31,6	64,2
4	34	5,70	2,75	4,6	27,9	67,5
5	30			4,5	27,4	68,1
6	30	5,89	2,77	4,8	30,9	64,3
7	30			4,5	31,1	64,4
8	31	5,41	2,70	4,8	35,4	59,8
9	30			4,2	29,6	66,2
10	34	6,11		4,1	28,4	67,5
Média	31,8	5,72	2,80	4,5	30,0	65,5

Os resultados da Tabela 19 mostraram que o método de mistura em linha produziu conteúdo de resorcinol livre alto e consistente na resina em pó. A resina em pó também possuía as propriedades desejadas para

5 fabricação de OSB.

Prazo de Validade da Resina em Pó Seca por atomização.

A resina seca por atomização foi ainda avaliada quanto a seu prazo de validade

10 envelhecendo-se 3 amostras da resina em pó a temperatura ambiente (23°C). As amostras continham uma média de 5,5% de conteúdo de resorcinol livre. Os conteúdos de resorcinol livre foram analisados utilizando-se o método HPLC. Os resultados médios foram os seguintes:

Tabela 20 - Taxa de Queda de Resorcinol Livre

Dias a 23°C	0	9	23	37	47	51	58	65	72
Conteúdo de Resorcinol Livre (%)	5,50	5,06	4,64	3,94	3,68	3,06	2,69	2,38	2,15
Retenção de Resorcinol Livre (%)	100	92	84	72	67	56	49	43	39

15 Moagem de OSB da Resina Seca por atomização.

Vinte sacos (aproximadamente 26.000 kg) da resina em pó seca por atomização foram testados para uso como uma resina da camada de núcleo do OSB

em um moinho de OSB para fabricação de OSB de espessura de 11,1 mm (7/16 polegada), 9,5mm (3/8 polegada), e 11,9mm (15/32 polegada). A resina em pó da face era Cascophen W91B e a resina em pó do núcleo de controle era Cascophen W800

5 (ambas disponíveis pela Borden Chemical, Inc., Edmonton, Alberta) que não contém resorcinol.

Para a moagem, os painéis OSB foram pressionados em condições normais, mas os tempos de pressão foram gradualmente reduzidos e as ligações internas

10 dos painéis foram testadas imediatamente após a pressão a quente. Os resultados dos tempos de pressão menores para cada espessura foram os seguintes:

Espessura do painel (polegadas)	7/16	3/8	15/32
Menores tempos de pressão para controle de resina (segundos)	175	165	190
Menores tempos de pressão para resina modificada por resorcinol dos)	139	125	150
(segundos)			
Redução do tempo de pressão Entre as duas resinas (%)	20,6	24,2	21,1
Ligação Interna Média	>50	50	>35

Os resultados da moagem

15 confirmaram que a resina em pó seca por atomização modificada por resorcinol tem uma cura 20% mais rápida do que a resina de controle que não continha nenhum resorcinol.

Foi fornecido, de acordo com a presente invenção, uma composição de resina seca por

20 atomização aprimorada para uso na fabricação de painel de partículas e outros produtos. Também foi fornecido, de acordo com a presente invenção, um método para aprimoramento da velocidade de cura de uma resina em pó utilizando uma composição aprimorada. Também foi fornecido, de acordo com a

25 presente invenção, um método para fazer essa composição

aprimorada. Enquanto a invenção foi descrita com configurações específicas e muitas alternativas, modificações e variações serão óbvias àqueles que possuem experiência na técnica à luz da descrição acima.

- 5 Coerentemente, pretende-se que sejam incluídas todas essas alternativas, modificações e variações dispostas dentro do espírito e do escopo das reivindicações em anexo.

REIVINDICAÇÕES

1. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", sendo o dito método caracterizado pelo fato de compreender preparação de uma
5 resina líquida de fenol-formaldeído resol, eliminar o formaldeído residual livre com um agente de limpeza selecionado a partir de um grupo consistindo de amônia, amônia aquosa e hidróxido aquoso de amônia; misturar a resina líquida de fenol-formaldeído e um acelerador de cura
10 de um composto fenólico altamente reativo presente em uma quantidade entre 0,02-0,09 molares de compostos fenólicos altamente reativos por 100 partes de sólidos de resina fenólica, que é selecionado do grupo consistido de di-hidroxi fenóis, tri-hidroxi fenóis, meta-amino-fenóis e meta
15 alquila fenóis após o formaldeído residual ser reduzido; e secagem por atomização da mistura para preparar uma composição de resina em pó sem realizar uma reação química entre o composto fenólico altamente reativo e a resina fenol-formaldeído.

20 2. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o resol ter um fenol: razão molar de formaldeído de 1: 1,5 a 2,5.

25 3. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o formaldeído residual ser eliminado a uma quantidade que seja não-detectável usando o método de hidroxilamina hidrocloreto.

4. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o acelerador de cura seja resorcinol.

5 5. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a resina líquida de fenol-formaldeído ser feita por um método de reação de dois estágios, compreendendo as etapas de: mistura e reação de
10 fenol e formaldeído em uma temperatura na faixa de 90°C a temperatura de refluxo para formar o produto do primeiro estágio; mistura do formaldeído com o produto do primeiro estágio, e reação da mistura de formaldeído e produto do primeiro estágio a uma temperatura na faixa de 60°C a 70°C.

15 6. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de o acelerador de cura seja uma solução de resorcinol aquosa.

20 7. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a resina líquida de fenol-formaldeído seja esfriada a uma temperatura variando de 20°C para 50°C.

25 8. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de a resina líquida de fenol-formaldeído esfriada seja misturada com ácido oleico e água para formar uma solução de resina.

9. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de a etapa de mistura ser realizada por 0,25 minutos a 3 minutos.

5 10. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a etapa de mistura é realizada por 0,25 minutos a 3 minutos.

10 11. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de a etapa de mistura é realizada utilizando uma taxa de bombeamento em linha para a solução de resina de 30 L/minuto a 50 L/minuto.

15 12. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a etapa de mistura é realizada utilizando uma taxa de bombeamento em linha para a solução de resorcinol de 3 L/minuto para 5 L/minuto.

20 13. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de secagem é realizada utilizando uma taxa de secagem por atomização de 30 L/minuto para 50 L/minuto.

25 14. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa de secagem por atomização é realizada por 0,25 minutos a 3 minutos.

15. "COMPOSIÇÃO DE RESINA",

caracterizada pelo fato de compreender uma resina de cura rápida em pó, onde a resina de cura rápida em pó é feita de acordo com a reivindicação 1.

5 16. "COMPOSIÇÃO DE RESINA", de acordo com a reivindicação 15, caracterizada pelo fato de que a resina em pó seja de fluxo livre.

10 17. "COMPOSIÇÃO DE RESINA", de acordo com a reivindicação 15, caracterizada pelo fato de que a resina em pó tenha uma distribuição de tamanho de partícula em que 80-90% da resina em pó tenha um tamanho de partícula de menos de 0,075 mm (75 micron) e 60-70% da resina em pó tenha um tamanho de partícula de menos de 0,045 mm (45 micron).

15 18. "PAINEL DE PARTÍCULAS ORIENTADO (OSB)", caracterizado pelo fato de compreender a composição de resina da reivindicação 15.

19. "PRANCHA TIPO WAFER", caracterizada pelo fato de compreender a composição da resina da reivindicação 15.

20 20. "FILTRO DE CURA RÁPIDA", caracterizado pelo fato de compreender a composição de resina da reivindicação 15.

25 21. "COMPOSTO FIBROSO TRANÇADO", caracterizado pelo fato de compreender a composição de resina da reivindicação 15.

22. "COMPOSTO DE MOLDAGEM DE REVESTIMENTO", caracterizado pelo fato de compreender a composição da resina de reivindicação 15.

23. "COMPOSIÇÃO ADESIVA", caracterizada pelo fato de compreender a composição da resina da reivindicação 15.

5 24. "MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA", de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os aceleradores de cura podem incluir resorcinol, alquil resorcinóis, m-amino fenol e floroglucinol.

RESUMO

"MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA RESINA EM PÓ DE CURA RÁPIDA, COMPOSIÇÃO DE RESINA, PAINEL DE PARTICULAS ORIENTADO (OSB), PRANCHA TIPO WAFER, FELTRO DE CURA RÁPIDA, COMPOSTO FIBROSO TRANÇADO, COMPOSTO DE MOLDAGEM DE REVESTIMENTO E COMPOSIÇÃO ADESIVA", sendo que a presente invenção refere-se a fórmulas e métodos de fabricação de resina de fenol-formaldeído seca por atomização que contenha compostos fenólicos altamente reativos que incluam resorcinol, alquil-resorcinóis, meta-amino fenol ou/e floroglucinol, a resina em pó contém 0,02 a 0,09 mol de composto fenólico altamente reativo livre (não-reagido) por 100 partes dos sólidos da resina de fenol-formaldeído seco; a composição de resina em pó possui propriedade de cura rápida e prazo de validade desejável para fabricação de produtos compostos de madeira.