

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 951 534**

51 Int. Cl.:

G01N 21/3563 (2014.01)

G01N 21/359 (2014.01)

G01N 21/27 (2006.01)

G01N 21/84 (2006.01)

G01N 33/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.04.2021** **E 21169141 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2023** **EP 4080195**

54 Título: **Procedimiento para la determinación de la penetración de adhesivo en madera por medio de espectroscopía de infrarrojo cercano**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.10.2023

73 Titular/es:

**FLOORING TECHNOLOGIES LTD. (100.0%)
SmartCity Malta SCM01 Office 406 Ricasoli
Kalkara SCM1001, MT**

72 Inventor/es:

KALWA, NORBERT, DR.

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 951 534 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

Procedimiento para la determinación de la penetración de adhesivo en madera por medio de espectroscopía de infrarrojo cercano

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la determinación de la penetración de adhesivo en al menos un material de revestimiento poroso, que está prensado con al menos una plancha de soporte y al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte, en donde durante el proceso de prensado el adhesivo penetra o asciende en el al menos un material de revestimiento poroso.

10 **Descripción**

Los revestimientos del suelo se dotan cada vez más de distintos materiales de revestimiento tal como cuero, fieltro o madera auténtica, para cumplir los deseos del cliente aumentados.

15 En la producción de revestimientos del suelo con una superficie de madera auténtica se usan diversas tecnologías. Un enfoque consiste en pegar con cola chapas de madera auténtica relativamente gruesas hasta obtener un grosor de varios milímetros sobre capas de madera dispuestas transversalmente a esto. Como capa inferior se usan capas de madera que se encuentran transversalmente a la capa central.

20 Otro enfoque consiste en sustituir las capas de madera por materias derivadas de la madera. Por consiguiente se pega con cola en este sentido una chapa de madera auténtica sobre un soporte de materia derivada de la madera (HDF, plancha de virutas, OSB etc.). Las chapas de madera usadas en este sentido presentan normalmente un espesor más bajo, lo que causa una resistencia mecánica más baja que los grosores de chapa de madera relativamente altos.

25 La ventaja del uso de chapas de madera auténtica delgadas consiste en los costes de producción y material más favorables. Sin embargo, el uso de chapas de madera requiere un tratamiento de superficie adecuado. Un posible tratamiento de superficie está constituido a este respecto habitualmente por un lacado a base de lacas UV o ESH.

30 Para la adhesión de las chapas de madera sobre el soporte se usan generalmente colas de urea, de PMDI o de PVAc con agente endurecedor. En el lado trasero del producto se encuentra generalmente una contratracción a base de chapa de madera, que debe garantizar la simetría de tensión en el producto. Además, se fomenta adicionalmente debido a ello también el aspecto de un suelo de madera.

35 En este producto, la posibilidad sólo limitada de reparar el producto en caso de daño representa un problema. Esto es más grave, ya que la estabilidad mecánica de la capa de chapa de madera es especialmente alta debido a la baja densidad aparente de la chapa de madera (300 - 500 kg/m³). En el caso de daño mecánico mediante, por ejemplo, objetos que caen se generan en un producto de este tipo por tanto rápidamente mellas profundas.

40 Una solución para este problema lo proporciona el documento WO 2015/105456 A1, en el que se esparce una mezcla de harina de madera y polvo de resina de melamina sobre una plancha de materia derivada de la madera y a continuación se aplica por presión junto con una chapa de madera sobre la plancha de materia derivada de la madera. En este caso se desea una penetración de la resina de melamina lo más amplia posible, sin embargo no es posible un control directo del nivel de penetración de la resina en la chapa de madera.

45 Los problemas expuestos anteriormente con respecto a las chapas de madera encoladas se solucionan esencialmente también mediante una nueva tecnología. A este respecto se aplica por presión la chapa de madera en una prensa de ciclo corto con ayuda de un papel impregnado con resina de melamina (por ejemplo, un overlay) sobre el soporte de materia derivada de la madera. Los parámetros de prensado se encuentran a este respecto a aprox. $T > 150\text{ °C}$, $p > 30 \times 10^5\text{ Pa}$ (30 bar) y $t > 30\text{ s}$. Con esta tecnología pueden producirse igualmente suelos de chapa de madera con chapas de madera que tienen un espesor de aprox. 0,5 mm. Es de importancia decisiva a este respecto que también en este caso en el proceso de prensado asciende la resina de melamina a ser posible ampliamente en la chapa de madera. Debido a ello se realiza por un lado un refuerzo de la chapa de madera con la resina de plástico y por otro lado se fija en el estado la chapa de madera comprimida mediante el prensado. Sin embargo, la resina de melamina no debía salir de la chapa de madera, dado que esto conduce a modificaciones de color en la superficie y a problemas de adherencia en el lacado o engrasado siguiente. Un problema es ahora que la determinación de la calidad del refuerzo (es decir, la ascensión de la resina de melamina en la chapa de madera) no puede realizarse sin destrucción o bien en línea. Esto es aún más grave, dado que dependiendo de la colección o bien la clase de uso se procesan tanto distintas chapas de madera como también distintos grosores de chapa de madera. Además pueden diferenciarse también chapas de madera del mismo tipo de madera de distintas regiones con respecto a sus propiedades mecánicas.

60 Resultan por consiguiente los siguientes inconvenientes: no es posible ninguna comprobación libre de destrucción del proceso; son necesarios costes más altos mediante la determinación de la calidad y ajustes posteriores de parámetros de prensado.

65

El documento CN 105334179 A describe un procedimiento para la determinación de la profundidad de penetración de adhesivo de madera mediante microespectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). Una muestra de madera adherida por medio de adhesivo de madera se escanea por un microespectroscopio FTIR. Para una sección de imagen seleccionada se crea una imagen, en donde solo se usan las señales del adhesivo de madera. A partir de los contrastes claro-oscuro de esta imagen FTIR se determina entonces la profundidad de penetración.

La invención se basa en el objetivo técnico de desarrollar un método libre de destrucción alternativo, que permita una determinación del grado de penetración de adhesivo en materiales de revestimiento porosos, tal como chapas de madera, materiales no tejidos, cuero, entre otras cosas. El método debía proporcionar resultados a ser posible rápidamente, para que en la producción se produzcan tiempos de parada lo más bajos posible o incluso no se produzcan en absoluto debido a la determinación de la calidad. La penetración de adhesivo debe ser posible ya directamente detrás de la prensa y debe permitir una monitorización continua de este parámetro.

Este objetivo se consigue mediante un procedimiento con las características de la reivindicación 1.

Según esto se facilita un procedimiento para la determinación de la penetración de adhesivo o bien nivel de penetración del adhesivo en al menos un material de revestimiento poroso, en donde el al menos un material de revestimiento poroso está prensado con al menos una plancha de soporte y al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte, y en donde durante el proceso de prensado el adhesivo penetra o asciende en el al menos un material de revestimiento poroso. El presente procedimiento comprende las siguientes etapas:

- registrar al menos un espectro NIR de varias muestras de referencia con en cada caso distintos valores de la penetración de adhesivo en un material de revestimiento poroso usando al menos un cabezal de medición NIR en un intervalo de longitud de onda entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente entre 900 nm y 1700 nm y de manera especialmente ventajosa entre 1000 nm y 1300 nm, aún más ventajosamente entre 1100 nm y 1250 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm;
- determinar la penetración de adhesivo en el material de revestimiento poroso de las muestras de referencia mencionadas por medio de una retirada mecánica de la superficie de material poroso;
- asignar la penetración de adhesivo determinada por medio de la retirada mecánica a los espectros NIR registrados de las muestras de referencia mencionadas; y
- crear un modelo de calibración para la relación entre los datos espectrales de los espectros NIR y las correspondientes penetraciones de adhesivo de las muestras de referencia por medio de un análisis de datos multivariante;
- prensar al menos un material de revestimiento poroso con al menos una plancha de soporte y al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte,
- registrar al menos un espectro NIR del material de revestimiento poroso prensado con la plancha de soporte y la capa de adhesivo usando el al menos un cabezal de medición NIR en un intervalo de longitud de onda entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente entre 900 nm y 1700 nm y de manera especialmente ventajosa entre 1000 nm y 1300 nm, aún más ventajosamente entre 1100 nm y 1250 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm; y
- determinar la penetración de adhesivo en el al menos un material de revestimiento poroso mediante comparación del espectro NIR registrado para el material de revestimiento poroso con el modelo de calibración creado.

De acuerdo con el presente procedimiento se registra un espectro NIR de la superficie de material poroso. Se genera una radiación NIR y se conduce sobre la muestra de material de soporte que va a analizarse con la superficie de material, donde la radiación NIR interactúa con las partes constituyentes de la muestra y se refleja o bien se dispersa. Un detector NIR capta la radiación NIR reflejada o bien dispersada y genera un espectro NIR que contiene la información química deseada de la muestra. En esta medición se realiza en un segundo una pluralidad de mediciones NIR individuales, de modo que se garantiza también una protección estadística de los valores medidos. La espectroscopía NIR junto con el análisis de datos multivariante (mencionado a continuación) ofrece una posibilidad de establecer una relación directa entre la información espectral (espectros NIR) y los parámetros a determinar del material de revestimiento poroso aplicado, tal como por ejemplo una capa de chapa de madera.

El presente procedimiento aprovecha la circunstancia de que si bien la radiación NIR atraviesa por los materiales de revestimiento, sin embargo no por la plancha de soporte, sino que se refleja o se dispersa en la superficie de la plancha de soporte. La radiación NIR reflejada o dispersada se detecta por el detector NIR, y el espectro NIR determinado se usa para la determinación de los parámetros deseados (en este caso el nivel de penetración del adhesivo en el material de revestimiento).

El espectro NIR registrado permite generar una correlación en combinación con una comprobación del porcentaje de

penetración a través de una retirada mecánica de la superficie de material poroso. Concretamente, se ha mostrado sorprendentemente que dependiendo de cuanto ascienda el adhesivo, por ejemplo adhesivo de poliuretano, en el material de revestimiento poroso, puede observarse un aumento de la señal para el pico de adhesivo.

- 5 Se facilitan en primer lugar muestras de referencia de la plancha de soporte prensada con un material de revestimiento poroso y una capa de adhesivo. Es esencial que la muestra de referencia sea del mismo tipo que la muestra que va a medirse; es decir, en particular la capa de adhesivo y el material de revestimiento poroso de la muestra de referencia presentan la misma composición que la capa de adhesivo y el material de revestimiento poroso que van a medirse. La similitud de la muestra que va a medirse y la muestra de referencia es esencial en particular en el caso del uso de
10 capas de adhesivo con sustancias añadidas tal como agentes ignífugos, fibras, otros aditivos.

De estas muestras de referencia se registran al menos un espectro NIR en un intervalo de longitud de onda entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente entre 900 nm y 1700 nm.

- 15 Estas muestras de referencia se llevan igualmente a un análisis no espectroscópico para la determinación de los parámetros deseados, es decir en el presente caso de una retirada mecánica de la superficie de material poroso.

A partir de los parámetros determinados en cada caso por medio del análisis no espectroscópico para las muestras de referencia se forma un valor medio que se asigna entonces a los espectros NIR registrados en cada caso de estas
20 muestras de referencia y se crea un modelo de calibración para la relación entre los datos espectrales de los espectros NIR de las muestras de referencia y los correspondientes valores de parámetros por medio de un análisis de datos multivariante; es decir a cada valor de parámetro de la muestra de referencia le corresponde un espectro NIR de la muestra de referencia. Los modelos de calibración creados para los distintos parámetros se depositan en un dispositivo de almacenamiento de datos adecuado.

25 A continuación se prensa al menos un material de revestimiento poroso con capa de adhesivo y plancha de soporte y se registra al menos un espectro NIR del material de revestimiento poroso prensado. El parámetro deseado del material de revestimiento poroso (en este caso la penetración de adhesivo o el nivel de penetración en el material de revestimiento poroso) puede determinarse entonces mediante comparación del espectro NIR registrado para el
30 material de revestimiento poroso prensado con el modelo de calibración creado.

Por consiguiente, a partir de un único espectro NIR determinado para la muestra que va a medirse, mediante una comparación o ajuste automatizado con el modelo de calibración creado para los respectivos parámetros es posible
35 determinar al mismo tiempo varios parámetros de interés del material de revestimiento poroso prensado con la plancha de soporte.

Una comparación y la interpretación de los espectros NIR se realiza de manera práctica por toda la región espectral registrada. Esto se realiza ventajosamente con un análisis de datos multivariante (MDA) en sí conocido. En los
40 métodos de análisis multivariante se someten a estudio al mismo tiempo de manera en sí conocida normalmente varias variables estadísticas. Para ello, en estos métodos habitualmente se reduce el número de variables contenido en un conjunto de datos, sin reducir al mismo tiempo la información contenido en éstos.

En el presente caso se realiza el análisis de datos multivariante a través del procedimiento de Partial Least Squares Regression (regresión parcial de los mínimos cuadrados, PLS), de manera que puede crearse un modelo de
45 calibración adecuado. La evaluación de los datos obtenidos se efectúa preferentemente con un software de análisis adecuado, tal como, por ejemplo, con el software de análisis SIMCA-P de la empresa Umetrics AB o The Unscrambler de la empresa CAMO.

En otra forma de realización está previsto usar para la creación del modelo de calibración datos espectrales de la
50 región espectral NIR entre 1000 nm y 1300 nm, preferentemente entre 1100 y 1250 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm, que se pretatan por medio de métodos matemáticos adecuados y a continuación se llevan al análisis de datos multivariante.

El significado de una longitud de onda para la previsión de parámetros del material de revestimiento poroso prensado, tal como por ejemplo de la penetración de adhesivo, a partir del espectro NIR se representa con ayuda de los
55 coeficientes de regresión. A este respecto, las regiones con grandes cantidades de coeficientes tienen una fuerte influencia sobre el modelo de regresión. Así, la representación de los coeficientes de regresión en un modelo de regresión PLS para la determinación de la cantidad de adhesivo muestra que el intervalo de longitud de onda entre 1000 nm y 1300 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm es lo más importante para el cálculo del modelo, dado que en este
60 caso los valores de los coeficientes de regresión son los más grandes. Las otras regiones en el espectro si bien tienen contenido de información más bajo con respecto a la medición de NIR, sin embargo contribuyen no obstante a considerar o bien minimizar las informaciones adicionales o factores de influencia perturbadores (tal como la transparencia de la capa, naturaleza de la superficie de la capa de adhesivo o del material de soporte, etc.).

65 Para eliminar las influencias perturbadoras (tal como por ejemplo la naturaleza de la superficie del material de soporte o del material de revestimiento poroso, capacidad de coloración de las muestras, dispersión de la luz de partículas

sólidas u otros aditivos, etc.) es necesario procesar los datos espectrales con métodos de pretratamiento matemáticos (por ejemplo, pretratamiento de datos derivado, normalización de acuerdo con SNVT (Standard Normal Variate Transformation), corrección de señales multiplicativa (EMSC, Extended Multiplicative Signal Correction, etc.). A este respecto, los efectos de línea de base, que se originan principalmente mediante los distintos colores de las muestras, se separan de los espectros, se separan entre sí las bandas superpuestas y se considera la dependencia de la dispersión de la luz en la superficie del sustrato. Así, el pretratamiento de los datos tiene lugar preferentemente para reducir la dispersión de la luz sobre la superficie rugosa del sustrato. En el caso de la medición, lo esencial de la calibración y el pretratamiento de los datos se encuentra en la distancia del desplazamiento de la línea de base.

A partir de los datos pretratados, con ayuda del análisis de datos multivariante se desarrolla un modelo de calibración que incluye todas las decoraciones usadas en la calibración.

De manera correspondiente, la comparación y la interpretación de los espectros NIR se realizan preferentemente en el intervalo espectral entre 1000 nm y 1300 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm con el uso del análisis de datos multivariante MDA. En los métodos de análisis multivariante se someten a estudio al mismo tiempo de manera en sí conocida normalmente varias variables estadísticas. Para ello, se reduce el número de variables contenido en un conjunto de datos, sin reducir al mismo tiempo la información contenido en éstos.

En el presente procedimiento, para la creación de la correlación se realizaron prensados en serie, en los que una HDF (plancha de fibras con elevada densidad aparente) se cubrió con distintas cantidades de adhesivo líquido y a continuación secado (tal como PMDI y cola de poli(acetato de vinilo)). Entonces, sobre esta HDF se colocó un material de revestimiento poroso, por ejemplo una chapa de madera auténtica con un grosor de 0,5 mm, y se prensó. De estas muestras se realizaron los espectros NIR. A este respecto se mostró que el pico de adhesivo estaba más o menos claramente marcado dependiendo de la penetración. Mediante una retirada mecánica del material poroso se determinó entonces el nivel de penetración del adhesivo en el material poroso y se relacionó con los espectros NIR. A este respecto, para la mejor visibilidad del adhesivo o del frente de adhesivo puede realizarse una coloración del adhesivo, que sin embargo no altera la espectroscopía NIR.

El presente procedimiento permite la facilitación de los valores de medición en breve tiempo (en línea, preferentemente sin retraso perturbador) en comparación con los procedimientos de medición convencionales (conocidos). Los datos de medición pueden usarse para el aseguramiento de la calidad, investigación y desarrollo, para el control, la regulación, el mando del proceso, etc. Mediante el proceso de medición no se reduce la velocidad de producción, etc. Básicamente, con ello se mejora la monitorización de la producción. Además se reducen también los tiempos de espera por determinaciones de calidad y ajustes de la instalación.

Las ventajas del presente procedimiento son diversas: Determinación de múltiples parámetros sin contacto (medición "real time" o a "tiempo real") con retraso temporal claramente reducido en la evaluación de los valores de parámetros medidos; control o bien regulación de la instalación mejorada, reducción de desechos, mejora de la calidad de los productos producidos en la instalación, mejora de la disponibilidad de la instalación.

En una forma de realización del presente procedimiento, el al menos un adhesivo es un adhesivo de poliuretano. A este respecto, se usa un adhesivo de poliuretano a base de poliisocianatos aromáticos, en particular polidifenilmetanodiisocianato (PMDI), toluilendiisocianato (TDI) y/o difenilmetanodiisocianato (MDI), en donde se prefiere especialmente PMDI. El isocianato está sujeto a dos reacciones químicas durante su uso como aglutinante o bien adhesivo. Por un lado forma poliurea en presencia de agua. De manera paralela a esto se realiza la unión a las partículas o superficies que van a adherirse mediante la reacción de los isocianatos con grupos hidroxilo o amino libres en la superficie con formación de un enlace uretano o urea.

La cantidad del adhesivo de poliuretano aplicado, por ejemplo de un sistema de adhesivo del 100 % de PMDI, asciende a de 50 a 150 g de líq./m², preferentemente a de 70 a 120 g de líq./m², en particular preferentemente a de 90 a 110 g de líq./m², por ejemplo a 100 g de líq./m².

Con el uso de un adhesivo de poliuretano, tal como adhesivo de PMDI, pueden reconocerse en el espectro NIR picos característicos en intervalos de longitud de onda entre 1120 y 1250 nm con máximos en 1130-1150 nm y 1200-1220 nm, y entre 1440 y 1540 nm.

En otra forma de realización se usa un adhesivo de poli(éster vinílico), en particular un adhesivo de poli(acetato de vinilo) (PVAc).

La cantidad del adhesivo de poli(éster vinílico) aplicado, por ejemplo de un sistema de adhesivo de PVAc con el 50 % en peso de sólido, asciende a de 100 a 300 g de líq./m², preferentemente a de 150 a 250 g de líq./m², en particular preferentemente a de 180 a 220 g de líq./m², por ejemplo a 200 g de líq./m².

Con el uso de un adhesivo de poli(éster vinílico), tal como por ejemplo de un adhesivo de PVAc, pueden reconocerse en el espectro NIR picos característicos en intervalos de longitud de onda entre 1160 y 1220 nm con un máximo en 1180-1200 nm, y entre 1420 y 1480 nm.

Aditivo

5 Tal como se ha mencionado ya anteriormente, de acuerdo con el presente procedimiento, puede aplicarse o introducirse al menos un aditivo sobre o en la al menos una capa de adhesivo.

10 En una forma de realización preferente se aplica al menos un aditivo sobre la superficie (preferentemente pegajosa) de la capa de adhesivo. El aditivo puede aplicarse en forma líquida o sólida, en particular como sólido en forma de partículas (polvo, granulado), o como líquido o pasta por ejemplo por medio de pulverización, inyección, vertido, aplicación por rasqueta, aplicación por rodillo, esparcimiento.

Puede usarse un aditivo o mezclas de varios aditivos, en donde pueden aplicarse también varios aditivos sucesivamente.

15 Los aditivos que se usan pueden seleccionarse del siguiente grupo: colorantes (tinta), pigmentos (por ejemplo, pigmentos de color, pigmentos de metal o pigmentos reflectantes), agentes ignífugos (por ejemplo, polifosfato de amonio, fosfato de tris(tri-bromoneopentilo), borato de cinc o complejos de ácido bórico de alcoholes polihidroxilados), agentes para elevar la conductividad, estabilizadores UV, agentes blanqueantes, agentes de hidrofobización o principios activos antimicrobianos.

20 Los principios activos antimicrobianos posibles pueden comprender al menos un biocida. Es condición previa para la selección de un biocida adecuado que éste se corresponda al reglamento de la UE n.º 528/2012 sobre la puesta en circulación de productos biocidas. Los biocidas pueden clasificarse según los tipos de producto como agentes desinfectantes y agentes protectores o según sus organismos diana (virucidas, bactericidas, fungicidas, etc.). En
25 cuestión, el al menos un biocida puede estar seleccionado de un grupo que comprende cloruro de benzalconio, cloruro de octilamonio, quitosano, fenilfenol, sulfato de cobre, nitrato de plata, ácido láctico, ácido nonanoico, benzoato de sodio, 1-[[2-(2,4-diclorofenil)-4-propil-1,3-dioxolan-2-il]metil]-1H-1,2,4-triazoles, 2-octil-2H-isotiazol-3-onas, tiazol-4-il-1H-benzoimidazoles, butilcarbamato de 3-yodo-2-propinilo, bifenil-2-ol, bronopol / óxido de calcio-magnesio, óxido de cobre (II), 2-piridintiol-1-óxido, óxido de plata, zeolita de plata-cobre. Los principios activos mencionados proceden de
30 familias de productos 2 y 9, que ya se han autorizado o se encuentran en autorización para suelos de acción antiviral.

35 Preferentemente, el aditivo no puede disolverse o bien no puede disolverse de manera homogénea en el adhesivo previsto sobre la superficie. Así se garantiza que el aditivo no se mezcle con el adhesivo, sino que permanece sobre la superficie y debido a ello puede entrar en contacto con el material de revestimiento poroso y puede penetrar en éste.

Plancha de soporte

40 En una forma de realización del presente procedimiento, la al menos una plancha de soporte es una plancha de una materia derivada de la madera, en particular una plancha de virutas, de fibras de densidad media (MDF), de fibras de alta densidad (HDF), plancha de fibras orientadas (OSB) o de madera contrachapeada, de plástico, una mezcla de materia derivada de la madera y plástico o un material compuesto, una plancha de fibrocemento, plancha de fibroyeso o una plancha WPC (Wood Plastic Composites) o una plancha SPC (Stone Plastic Composites).

45 La superficie del material de soporte puede estar tratada en superficie. La superficie de una plancha de soporte de materia derivada de la madera también puede estar pulida (sin piel de prensado) o también puede estar no pulida (con piel de prensado). En el caso de una plancha de soporte de plástico, la superficie puede estar tratada mediante corona.

Material de revestimiento poroso

50 El al menos un material de revestimiento poroso puede seleccionarse de los siguientes materiales: una capa de chapa de madera, un material de cuero, un material de papel, tal como cartonaje, material de fieltro, material no tejido y otros materiales de sustancias. En particular están comprendidos materiales que presentan una porosidad, en los que puede ascender adhesivo líquido durante el prensado y que pueden deformarse plásticamente al menos parcialmente.

55 En el caso del uso de una capa de chapa de madera comprende ésta en una forma de realización al menos una capa de chapa de madera auténtica.

60 En una forma de realización más amplia, la al menos una chapa de madera comprende al menos una capa de madera auténtica con un espesor entre 0,2-10 mm, preferentemente 0,5-5 mm, en particular preferentemente 0,5-2 mm. La chapa de madera puede estar fabricada de una sola pieza de un tronco, por ejemplo mediante descortezado. Sin embargo puede estar compuesta también de piezas individuales que se han unido entre sí, por ejemplo, mediante aglutinantes o los denominados hilos de cola. La chapa de madera presenta preferentemente las dimensiones de la plancha de soporte. La chapa de madera presenta un lado inferior dirigido a la plancha de soporte y un lado superior
65 alejado de la plancha de soporte.

En el caso del uso de materiales de cuero, por ejemplo como capa aislante, se usa preferentemente un material de fibras de cuero con un espesor entre 0,5 mm y 1 mm, preferentemente 0,75 mm.

Como material de cuero o también material de fibras de cuero se define en este sentido un material de virutas plegadas, por ejemplo virutas plegadas de cromo y restos de cuero vegetalmente curtidos, triturados de la industria de procesamiento del cuero, aglutinantes por ejemplo látex natural y grasas naturales. La proporción de cuero en un material de fibras de cuero asciende a al menos el 50 %. Los restos de cuero procesados pueden proceder entre otras cosas de ganado vacuno o también de otros animales, tal como por ejemplo caballos. Sin embargo pueden usarse también cuero natural en distintos espesores.

En una forma de realización más amplia del presente procedimiento, la al menos una plancha de soporte, la al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte y el al menos un material de revestimiento poroso se presan a temperaturas entre 150 y 200 °C, preferentemente entre 170 y 180 °C con una presión de 30 a 50 kg/cm², preferentemente 40 kg/cm² durante 30-120 segundos, preferentemente de 60 a 90 segundos.

El presente procedimiento permite, por consiguiente, la determinación del grado de penetración de adhesivo en un material de revestimiento poroso prensado con una plancha de soporte con la siguiente estructura de capas: plancha de materia derivada de la madera - sistema de adhesivo - dado el caso aditivos - material de revestimiento poroso.

La medición NIR del nivel de penetración del adhesivo en el material de revestimiento poroso puede determinarse en una variante continuamente dentro, es decir en línea, de la línea de producción de las planchas de material. En esta variante en línea se determina según esto el nivel de penetración en el proceso de producción en curso. Esto permite un control y una intervención directos en el proceso de producción.

En una segunda variante de realización del presente procedimiento puede determinarse el nivel de penetración también fuera (es decir, fuera de línea) de la línea de producción de las planchas de material. En esta variante se extrae o se saca según esto una plancha de material recién prensada de la línea de producción y se mide fuera de línea por ejemplo en un laboratorio separado en el contexto de un control de calidad de acuerdo con la rutina.

En otra variante puede realizarse la medición NIR tanto en línea como también fuera de línea.

También puede estar previsto que el al menos un cabezal de medición NIR se desplace transversalmente a la dirección de marcha de las planchas de soporte prensadas con el material de revestimiento poroso. El detector NIR puede instalarse en cualquier punto en la dirección de transporte de la plancha. A este respecto, el detector también puede atravesar el ancho de la plancha o analizar ciertas zonas problemáticas (por ejemplo, en la zona del borde o central de las planchas, etc.). Además, los valores de medición están disponibles de inmediato y permiten una intervención inmediata en el proceso. Esto no es posible sin más con otros procedimientos.

El presente procedimiento se realiza en una línea de producción que comprende al menos un cabezal de medición múltiple NIR, preferentemente al menos dos cabezales de medición múltiple NIR, y al menos un sistema de control. Una línea de producción de este tipo puede ser una línea de producción para la producción de planchas de material. Preferentemente, el presente procedimiento para la determinación de la penetración de adhesivo en el material de revestimiento poroso se realiza de manera continua y en línea.

El sistema de control de la línea de producción comprende al menos una unidad de evaluación soportada por ordenador (por ejemplo, unidad de procesador) y una base de datos. En la unidad de evaluación se realiza el ajuste o comparación del espectro NIR medido para el producto (es decir, material de revestimiento poroso prensado) con los modelos de calibración creados para los parámetros en cada caso individuales. Los datos de parámetros así determinados se almacenan en el banco de datos.

Los datos determinados con el presente procedimiento espectroscópico pueden usarse para el control de la línea de producción. Los valores de parámetros medidos sin contacto del cabezal de medición múltiple NIR ("valores reales") pueden usarse, tal como se ha descrito ya anteriormente, directamente y en "real time" para el control o regulación de la respectiva instalación, almacenándose por ejemplo los valores reales medidos y en la base de datos, por ejemplo una base de datos relacional, y comparándose con valores teóricos de estos parámetros allí existentes. Las diferencias que resultan se usan a continuación para el control o regulación de la línea de producción.

Para el ajuste y el control de la línea de producción se facilita un procedimiento implementado por ordenador así como un programa informático que comprende comandos, que en la realización del programa mediante un ordenador ordenan a éste realizar el procedimiento implementado por ordenador. El programa informático está almacenado en una unidad de almacenamiento del sistema de control de la línea de producción.

La invención se explica en detalle a continuación con referencia a las figuras de los dibujos en un ejemplo de realización. Muestra:

Figura 1 espectros NIR de una plancha de MDF, de una plancha de MDF dotada de un adhesivo de poliuretano

(PMDI) y de una plancha de MDF dotada de un adhesivo de poli(acetato de vinilo).

La figura 1 muestra espectros NIR de una plancha de MDF sin adhesivo, de una plancha de MDF dotada de un adhesivo de poliuretano (PMDI) y de una plancha de MDF dotada de un adhesivo de poli(acetato de vinilo).

En el caso del adhesivo de PMDI, pueden reconocerse en el espectro NIR picos característicos en intervalos de longitud de onda entre 1120 y 1250 nm con máximos en 1130-1150 nm y 1200-1220 nm, y entre 1440 y 1540 nm.

En el caso del adhesivo de PVAc, pueden reconocerse en el espectro NIR picos característicos en intervalos de longitud de onda entre 1160 y 1220 nm con un máximo en 1180-1200 nm, y entre 1420 y 1480 nm.

Ejemplo de realización 1:

Sobre dos HDF de 8 mm (500 × 500 mm) se aplicó en un lado PMDI coloreado de negro (100 % del sistema) en cantidades de 50 y 100 g de líq./m². Esto se realizó con una unidad de aplicación por rodillos.

Sobre las HDF se colocó entonces una chapa de madera auténtica (grosor: 0,5 mm). Entonces se prensó la estructura en una prensa de laboratorio a 180 °C, una presión de 40 kg/cm² y un tiempo de prensado de 160 segundos. La chapa de madera se comprimió debido a ello hasta obtener un grosor de 0,35 mm.

Después de esto se cortaron muestras de las planchas (100 x100 mm, en cada caso cuatro piezas). Tras el enfriamiento se midió la superficie con un cabezal de medición NIR en cuatro sitios, que estaban marcados por un sistema de ejes de coordenadas y en los que se realizó posteriormente la abrasión/retirada mediante el Taber-Abraser. Adicionalmente se midió conjuntamente una muestra cero, en la que se había fijado la chapa de madera auténtica con ayuda de un dispositivo adhesivo sobre la HDF.

A continuación se sometieron a prueba las muestras en un Taber-Abraser. La prueba se realizó de acuerdo con la norma DIN EN 13329. Las ruedas de fricción del Taber-Abraser se recubrieron con los papeles abrasivos habituales y se cargaron también con los pesos habituales. Entonces se comprobó visualmente en cada caso tras 200 revoluciones si se habían observado ya coloraciones negras en la chapa de madera. Entonces se determinó la retirada en mm con un reloj de medición en la cavidad en forma circular generada por el papel abrasivo en los cuatro segmentos circulares que se forman mediante un sistema de ejes de coordenadas y a partir de esto se forma el valor medio. A partir de este valor medio se formó junto con las otras cuatro muestras un valor medio total. Del grosor de la chapa de madera, que se determinó con ayuda de un microscopio, se sustrajo la retirada y entonces se correlacionó con los espectros.

Los valores determinados están resumidos en la siguiente tabla 1. Es evidente que con cantidades más altas (100 g/m²) de adhesivo de PMDI aplicado, resulta más baja la retirada mecánica en la prueba de Taber-Abraser que con 50 g/m² de adhesivo de PMDI. Esto demuestra que cuanto más adhesivo de PMDI se aplica, más adhesivo de PMDI penetra en la capa de chapa de madera y debe retirarse menos en la prueba de Taber-Abraser para observar las coloraciones negras en la capa de chapa de madera.

La reducción mecánica en la prueba de Taber-Abraser se corresponde a este respecto con la reducción determinada mediante el procedimiento NIR, de modo que el procedimiento NIR permite una detección del nivel de penetración del adhesivo en la capa de chapa de madera.

Tabla 1

Cantidad de adhesivo de PMDI aplicado	Reducción en mm de NIR	Reducción en mm de Taber-Abraser	Diferencia en mm
Muestra cero	0,26	0,29	0,03
50 g de PMDI líq./m ²	0,11	0,14	0,03
100 g de PMD líq./m ²	0,06	0,06	0

El cabezal de medición para la determinación de la penetración de adhesivo se instala directamente detrás de la prensa usada. Mediante una posibilidad de desplazamiento automatizada puede analizar el cabezal de medición distintas zonas de una plancha revestida con chapa de madera o puede atravesar la plancha. Debido a ello se garantiza que se analicen también zonas que pueden ser problemáticas habitualmente debido a distintas condiciones de prensado (por ejemplo, bordes de planchas).

En caso de una penetración no adecuada del adhesivo en la chapa de madera puede conseguirse un flujo de adhesivo mejorado mediante modificación de la temperatura de prensado y/o del tiempo de prensado. A este respecto se modifican en sentido contrario los dos parámetros. En caso de una reducción de la temperatura de prensado se prolonga el tiempo de prensado. Por ejemplo, en caso de una reducción de la temperatura de prensado en 10 °C el tiempo de prensado se prolonga en de 10 a 20 segundos.

Ejemplo de realización 2:

5 Para la comprobación de la exactitud de la calibración, en lugar de un revestimiento de una HWS con una chapa de madera se realizó un revestimiento con un cuero. A este respecto se creó en primer lugar un espectro del cuero usado con ayuda de un aparato medidor NIR, para comprobar si el pico de PMDI en aprox. 1500 nm se superpone por los picos del cuero. Lo que no se ha confirmado.

Sobre una HDF de 8 mm (500 × 500 mm) se aplicó en un lado una aplicación de PMDI de 100 g de líq./m² (contenido en sólidos 100 %).

10 Sobre el PMDI se colocó entonces un cuero marrón (grosor: 0,75 mm). Entonces se prensó la estructura en una prensa de laboratorio a 180 °C, una presión de 40 kg/cm² y un tiempo de prensado de 160 segundos. El cuero se comprimió debido a ello hasta obtener un grosor de 0,45 mm.

15 Después de esto se cortaron muestras de la plancha (100 x100 mm, en cada caso cuatro piezas). Tras el enfriamiento se midió la superficie con un cabezal de medición NIR en cuatro sitios, que estaban marcados mediante un sistema de ejes de coordenadas.

20 La medición con el aparato de medición NIR dio como resultado una profundidad de penetración de 0,35 mm. Esto se comprobó a continuación con el Taber-Abraser. A este respecto se determinó un valor de 0,35.

Otros materiales de revestimiento porosos tal como tela, fieltro, material no tejido, etc., pueden medirse igualmente a través de este procedimiento.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la determinación de la penetración de adhesivo en forma del nivel de penetración del adhesivo en al menos un material de revestimiento poroso, que está prensado con al menos una plancha de soporte y al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte, en donde durante el proceso de prensado el adhesivo penetra o asciende en el al menos un material de revestimiento poroso, que comprende las etapas
- registrar al menos un espectro NIR de varias muestras de referencia con en cada caso distintos valores de la penetración de adhesivo en un material de revestimiento poroso usando al menos un cabezal de medición NIR en un intervalo de longitud de onda entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente entre 900 nm y 1700 nm y de manera especialmente ventajosa entre 1000 nm y 1300 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm; en donde las muestras de referencia son del mismo tipo con respecto a la muestra que va a medirse;
 - determinar la penetración de adhesivo en el material de revestimiento poroso de las muestras de referencia mencionadas por medio de una retirada mecánica de la superficie de material poroso;
 - asignar la penetración de adhesivo determinada por medio de la retirada mecánica a los espectros NIR registrados de las muestras de referencia mencionadas; y
 - crear un modelo de calibración para la relación entre los datos espectrales de los espectros NIR y las correspondientes penetraciones de adhesivo de las muestras de referencia por medio de un análisis de datos multivariante;
 - pensar al menos un material de revestimiento poroso con al menos una plancha de soporte y al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte,
 - registrar al menos un espectro NIR del material de revestimiento poroso prensado con la plancha de soporte y la capa de adhesivo usando el al menos un cabezal de medición NIR en un intervalo de longitud de onda entre 500 nm y 2500 nm, preferentemente entre 700 nm y 2000 nm, en particular preferentemente entre 900 nm y 1700 nm y de manera especialmente ventajosa entre 1000 nm y 1300 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm; y
 - determinar la penetración de adhesivo en el al menos un material de revestimiento poroso mediante comparación del espectro NIR registrado para el material de revestimiento poroso con el modelo de calibración creado.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** el espectro NIR se registra en un intervalo de longitud de onda entre 1100 y 1250 nm y 1400 y 1550 nm.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el al menos un adhesivo es un adhesivo de poliuretano.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado por que** el adhesivo de poliuretano se encuentra a base de poliisocianatos aromáticos, en particular polidifenilmetanodisocianato (PMDI), toluilendiisocianato (TDI) y/o difenilmetanodisocianato (MDI), en donde se prefiere especialmente PMDI.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1-2, **caracterizado por que** el adhesivo es un adhesivo de poli(éster vinílico), en particular es un adhesivo de poli(acetato de vinilo).
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** sobre la al menos una capa de adhesivo se aplica al menos un aditivo.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado por que** el al menos un aditivo se selecciona del siguiente grupo que comprende colorantes (por ejemplo, tinta), pigmentos (por ejemplo, pigmentos de color, pigmentos de metal o pigmentos reflectantes), agentes ignífugos (por ejemplo, polifosfato de amonio, fosfato de tris(tri-bromoneopentilo), borato de cinc o complejos de ácido bórico de alcoholes polihidroxilados), agentes para elevar la conductividad, estabilizadores UV, agentes blanqueantes, agentes de hidrofobización o principios activos antimicrobianos.
8. Procedimiento según las reivindicaciones 6-7, **caracterizado por que** el al menos un aditivo es un colorante.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la al menos una plancha de soporte es una plancha de una materia derivada de la madera, en particular una plancha de virutas, de fibras de densidad media (MDF), de fibras de alta densidad (HDF), de OSB o de madera contrachapeada, de plástico, una mezcla de materia derivada de la madera y plástico o un material compuesto, una plancha de fibrocemento, plancha de fibroyeso o una plancha WPC (Wood Plastic Composites) o una plancha SPC (Stone Plastic Composites).
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el al menos un material de revestimiento poroso comprende al menos una capa de chapa de madera, un material de cuero, material de fieltro, material no tejido y/o aquellos materiales que presentan una porosidad, en los que puede ascender adhesivo líquido durante el prensado y que pueden deformarse plásticamente al menos parcialmente.

- 5 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la al menos una plancha de soporte, la al menos una capa de adhesivo dispuesta sobre la plancha de soporte y el al menos un material de revestimiento poroso se prensan a temperaturas entre 150 y 200 °C, preferentemente a entre 170 y 180 °C con una presión de 30 a 50 kg/cm², preferentemente de 40 kg/cm² durante 30-120 segundos, preferentemente de 60 a 90 segundos.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** para la creación del modelo de calibración se usan datos espectrales de toda la región espectral registrada.
- 10 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** para la creación del modelo de calibración se usan datos espectrales de la región espectral NIR entre 1000 nm y 1300 nm y/o entre 1400 nm y 1550 nm, que se pretratan por medio de métodos matemáticos adecuados y a continuación se llevan al análisis de datos multivariante.
- 15 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la determinación de la penetración de adhesivo en el material de revestimiento poroso se realiza de manera continua y en línea.

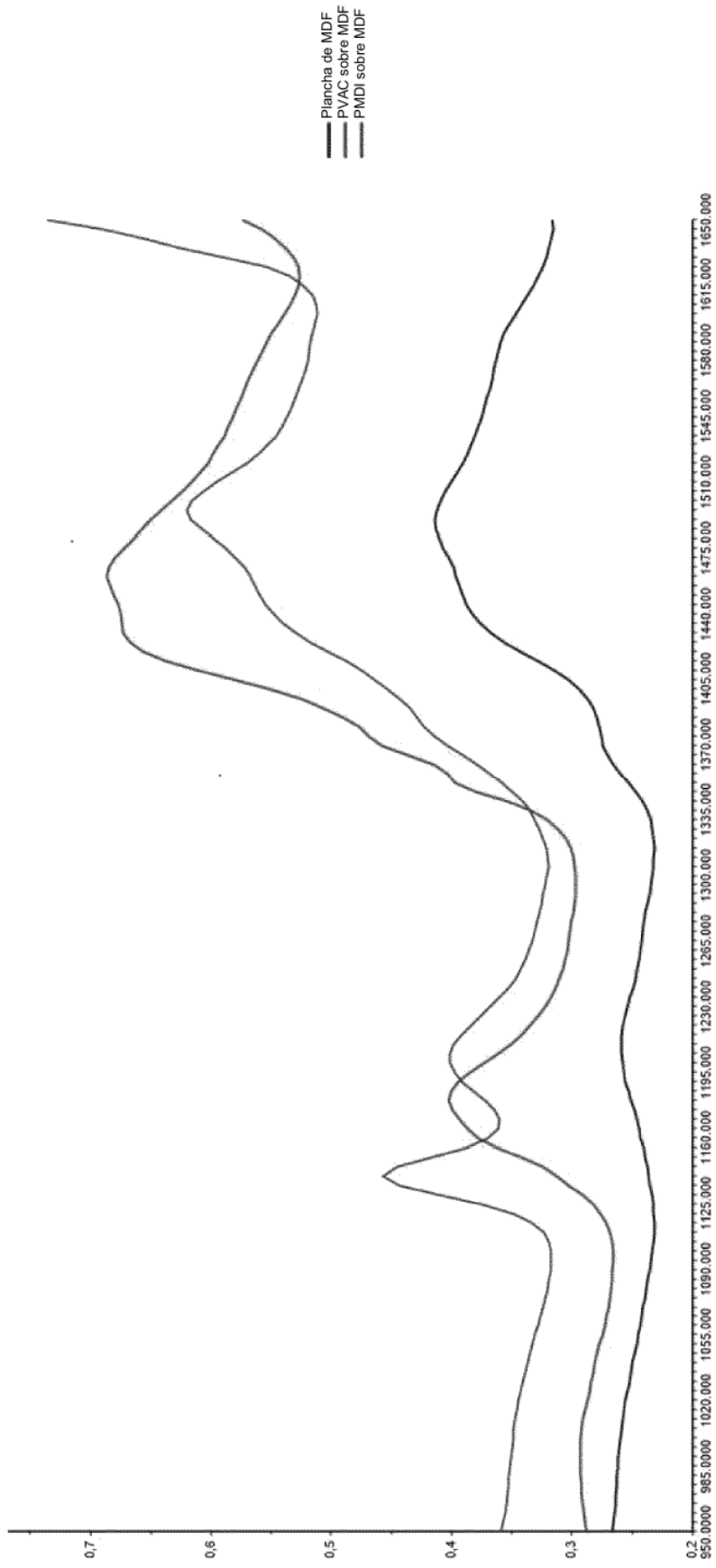


FIG 1