

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 992 149**

51 Int. Cl.:

C08L 97/02 (2006.01)

C08J 5/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.10.2020** **PCT/EP2020/078461**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.04.2021** **WO21069689**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.10.2020** **E 20790248 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2024** **EP 4041825**

54 Título: **Proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra y material compuesto obtenido mediante tal proceso**

30 Prioridad:

11.10.2019 EP 19306333

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

09.12.2024

73 Titular/es:

EVERTREE (100.0%)

**Rue Les Rives de L'Oise, Parc Technologique des
Rives de l'Oise
60280 Venette, FR**

72 Inventor/es:

**LE FUR, XAVIER y
MANGEON PASTORI, CARINE**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 992 149 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

Proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra y material compuesto obtenido mediante tal proceso

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para la fabricación de un material compuesto a base de fibra. La invención se refiere más particularmente a un procedimiento para la preparación de un material a base de fibras que comprende fibras unidas por un adhesivo que comprende una fuente de proteína y una resina.

Antecedentes de la invención

En los procesos de fabricación conocidos que utilizan un adhesivo que es o comprende una resina, la parte del adhesivo pasará de un estado líquido a un estado sólido. El adhesivo puede fijarse mediante pérdida de agua en el aire o en otra parte del compuesto, por un cambio de fase o por algún cambio químico o físico-químico del adhesivo.

Las composiciones adhesivas se utilizan ampliamente en la industria de productos de madera para fabricar compuestos como tableros de aglomerado, tableros de fibra y productos de madera compuestos relacionados. Las composiciones adhesivas se utilizan también para hacer compuestos de madera de ingeniería. Tradicionalmente, estos compuestos de madera se han fabricado utilizando una resina de urea formaldehído (UF) o una resina de fenol formaldehído (PF). Más recientemente, se han utilizado diisocianato de metilendifenilo (PMDI) para fabricar estos compuestos. La resina de UF, la resina de PF y PMDI se fabrican a partir de materias primas de petróleo y pueden requerir condiciones de alta temperatura para facilitar el curado. Por ejemplo, calentar la mezcla de resina y madera a temperaturas superiores a 100° C y frecuentemente 200° C mientras se ejerce presión sobre la mezcla para formar el compuesto.

Muchos adhesivos en la industria de compuestos, especialmente cuando se utilizan biomateriales, son de base acuosa. En esta situación, el agua sirve como un componente primario para disolver, o bien dispersar los componentes adhesivos. Por ejemplo, los adhesivos de urea-formaldehído (UF) se proporcionan frecuentemente en forma de una disolución.

La fabricación de tableros de fibra, como tableros de fibra de densidad media (MDF), es una de las principales aplicaciones de los procesos de fabricación de un material compuesto a base de fibra. Los tableros de fibra de densidad media (MDF) y otros tipos de tableros de fibra, como tableros de fibra de alta densidad (HDF), tableros de fibra de baja densidad (LDF) y tableros de fibra de densidad ultrabaja (ULDF) se obtienen generalmente a partir de un material lignocelulósico, en particular madera, según un proceso que se puede resumir de la siguiente manera.

El primer paso en el proceso de tableros de fibra (por ejemplo MDF, HDF, LDF o ULDF) es la manipulación de madera, que suele incluir descortezado, rotura de troncos en virutas y sistemas de manipulación de virutas/cortezas. En este paso, las virutas de madera se separan de piedras y otras contaminaciones. El siguiente paso es la preparación de fibra, que puede incluir procesamiento de las virutas de madera en una lavadora de virutas, un contenedor de vaporización, un precalentador y un aparato de desfibrado como un refinador o un desfibrador. En el depósito de vaporización, las virutas de madera se calientan con vapor a una temperatura de alrededor de 80-95 °C y después se transportan mediante un tapón roscado que exprime el agua de las virutas antes de entrar en el precalentador. En el precalentador, las virutas se calientan a una temperatura de alrededor de 160 °C, lo que hace que las fibras sean blandas y más fáciles de separar. Las fibras ablandadas se transportan a continuación y se introducen (normalmente a través de un tornillo) en el desfibrador, donde se molturan en fibras entre dos miembros metálicos (por ejemplo, discos o placas) a una presión de vapor de hasta 8 bar. Las fibras fluyen con el vapor fuera del refinador hacia la denominada línea de soplado, donde las fibras de madera se resinan, es decir, se pulverizan con una resina termoes estable. Las fibras obtenidas se secan, por ejemplo, con uno o dos ciclones secadores y un tamiz Z. En los ciclones, las fibras se secan con gases de combustión calientes o vapor para alcanzar un contenido en humedad de 5 %-10 %. El tamiz Z limpia las fibras de contaminantes antes de la etapa de formación. Durante la etapa de formación, las fibras resinadas se forman en una estera, que ingresa a una preimpresión en frío antes de pasar a una prensa en caliente. La última etapa es la manipulación, en la que los tableros de fibra se cortan a las dimensiones deseadas, se enfrían y se apilan antes de la entrega.

Tal proceso y el equipo industrial que se puede utilizar para realizarlo se describen, por ejemplo, en: Wood-Based Panels - An Introduction for Specialists, COST Office, 2010, Published by Brunel University Press, ISBN 978-1-902316-82-6 y por Halvarsson, S., Manufacture of straw MDF and fibreboard, Thesis for the degree of Doctor of technology, Sundsvall, 2010.

En ciertos materiales a base de fibras conocidos, las fibras de madera se sustituyen por otras fibras naturales, como fibras de paja (fibra de trigo, arroz o maíz). Por ejemplo, El documento US5663221 divulga el uso de cáscaras de girasol para fabricar tableros MDF como sustitución del refuerzo a base de fibra de madera. Según el proceso divulgado en este documento, la materia prima utilizada se somete a etapas similares a las utilizadas para la

fabricación de MDF a base de madera. El proceso según este documento tiene como objetivo disminuir el consumo de energía para la producción de tableros MDF, en comparación con la producción de tableros a base de madera.

El documento WO00/06650 divulga materiales compuestos obtenidos a partir de materiales vegetales que contienen fibras como el girasol, la colza y la soja, y un agente aglutinante. Sin embargo, este documento se refiere a un proceso termoplástico.

En algunos de los procesos conocidos para la fabricación de un compuesto a base de fibra, se utiliza materia prima proteica como la soja. Más particularmente, las fuentes de proteína, como el aislado de proteína de soja o la harina de soja, se utilizan en combinación con el agente de curado.

El documento US630699 divulga una resina adhesiva a base de soja y un agente reticulante, concretamente una resina de PF, y un método para la elaboración de este adhesivo. Este método implica proporcionar una disolución acuosa de harina de soja (dispersión de harina en un líquido acuoso, típicamente agua) y añadir un agente reticulante a la disolución bajo condiciones efectivas para reticular la harina de soja para que se forme una resina adhesiva. Este adhesivo se puede usar para la fabricación de tableros de fibra. Más en general, se divulga un producto compuesto que incluye partículas de material vegetal y la resina adhesiva a base de soja.

De modo similar, el documento WO2009/048598 divulga un adhesivo para compuestos lignocelulósicos que comprende una mezcla acuosa de proteína, una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina (PAE) como reticulante y un diluyente sin urea (un compuesto hidrosoluble de baja volatilidad que proporciona baja viscosidad en agua).

Sin embargo, tales procesos que utilizan una disolución acuosa con un polvo vegetal proteico o harina dispersada en agua con una resina consumen agua y pueden dar lugar a problemas de viscosidad del adhesivo. También pueden dar lugar a problemas de proceso, en particular debido a que se puede llevar a las fibras una cantidad excesiva de agua. Esto requiere realizar un secado adicional para obtener la cantidad deseada de agua llevada a las fibras antes del prensado. Tales procesos también son complejos y no son económicos, ya que el uso de la dispersión acuosa requiere la molienda del material vegetal y a continuación el mezclado del polvo vegetal con un líquido acuoso (como agua). Ya sea que la dispersión se elabore directamente en el sitio de producción del material compuesto o se adquiera de un proveedor, es un producto costoso. Cuando la dispersión se adquiere, la vida útil de la dispersión se debe gestionar y puede ser una fuente de costes.

El documento WO2016/141126 divulga un proceso para la preparación de compuestos basados en lignocelulosa, que están unidos con un adhesivo que comprende una fuente de proteína y un agente de curado, concretamente una resina de PAE. Según este proceso, una proteína pulverizada o "seca" (por ejemplo harina) se mezcla después con un material lignocelulósico y con un agente de curado (resina) por separado del mezclado del material lignocelulósico.

Tal método tampoco es simple o económico al requerir la producción o el suministro de un polvo vegetal, y en el último caso la gestión de la vida útil del polvo. Además, asegurar una buena distribución del polvo en el material compuesto puede ser compleja, en particular al poder producirse la sedimentación del polvo.

Resumen de la invención

La presente invención tiene como objetivo proporcionar un proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra que resuelva al menos parte de los problemas mencionados anteriormente.

La invención se refiere a un proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra que comprende los pasos de:

- obtención de una mezcla fibrosa que comprende un material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas;
- combinación de la mezcla fibrosa con una resina para formar una mezcla compuesta; y
- curado de la mezcla compuesta, formándose de este modo el material compuesto lignocelulósico a base de fibra.

En un proceso según la invención, una mezcla fibrosa que comprende principalmente un material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas se forma antes de combinarse con una resina (es decir, "resinarse"). La mezcla fibrosa comprende al menos 40 %, preferentemente al menos 60 %, más preferentemente 80 % p/p sobre materia seca de fibras. Las semillas de plantas desfibradas son semillas que pasan a través de un desfibrador (por ejemplo por el método Asplund o Mason). Las semillas de plantas desfibradas pueden ser una fuente de fibras (partículas en forma de fibra) y/o partículas no fibrosas que tienen propiedades (longitud, diámetro de sección, propiedades mecánicas) que son diferentes de las del material lignocelulósico. Pero, sobre todo, la semilla desfibrada puede ser una fuente de proteína que mejora las propiedades adhesivas y mecánicas del agente adhesivo utilizado en el material compuesto formado. En comparación con la divulgación de referencias conocidas del estado de la

técnica, el procedimiento según la invención reduce en gran medida la cantidad de agua utilizada. En particular, no se utiliza agua para formar harina (o sémola) o dispersión de proteína.

Además, el proceso de la invención aborda los problemas de viscosidad que se pueden producir en procesos según el estado de la técnica que pueden ser provocados por el uso de una dispersión de harina (o sémola) vegetal. No se debe gestionar la vida útil de tal dispersión.

Ventajosamente, no se utiliza proteína en forma de polvo (ya que se utilizan semillas desfibradas), lo que limita el riesgo de sedimentación de la fuente de proteína durante el proceso y proporciona una mejor distribución de la proteína en el material compuesto.

Se pueden obtener materiales compuestos con mejor rendimiento mecánico, como módulo de rotura por flexión (MOR) y módulo de elasticidad (MOE), en comparación con el material compuesto obtenido por un proceso que utiliza una dispersión de polvo vegetal.

El paso de obtención de una mezcla fibrosa puede comprender:

- disposición de un material lignocelulósico y disposición de semillas de plantas,
- mezclado del material lignocelulósico y de las semillas de plantas, obteniéndose de este modo una mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas, y
- desfibrado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas.

En tal realización de un proceso según la invención, el refinado del material lignocelulósico y de las semillas de plantas se realiza en un único paso, que se realiza directamente en el sitio de producción del material compuesto. Esto es económico en comparación con procesos del estado de la técnica que requieren molturación o molienda por separado del material vegetal.

El paso de desfibrado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas puede comprender un paso de vaporizado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas antes de la desfibrado mediante un proceso termomecánico o un proceso basado en la liberación de presión.

El paso de desfibrado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas puede comprender:

- vaporizado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas en un contenedor de vaporizado mediante vapor hasta una temperatura comprendida entre 70°C y 150°C y preferentemente entre 80°C y 95°C,
- transporte a un precalentador de la mezcla vaporizada de material lignocelulósico y semillas de plantas y agua exprimida de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas antes de entrar en el precalentador,
- precalentamiento de la mezcla exprimida de material lignocelulósico y semillas de plantas en el precalentador a una temperatura dependiente del material lignocelulósico y adaptada para ablandar las fibras de material lignocelulósico para facilitar su separación,
- procesamiento de la mezcla precalentada de material lignocelulósico y semillas de plantas en un refinador, obteniéndose de este modo la mezcla fibrosa.

Alternativamente, el paso de desfibrado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas puede comprender:

- colocación de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas en una cámara;
- vaporizado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas;
- aumento de la presión dentro de la cámara a una presión elevada; y
- liberación de la mezcla de material lignocelulósico a través de un orificio de la cámara a presión atmosférica.

En el paso de disposición de material lignocelulósico, el material lignocelulósico puede estar en una forma discreta, como virutas.

La mezcla fibrosa puede comprender una relación ponderal de material lignocelulósico respecto a semillas de plantas comprendida entre 40:60 y 99:1 y preferentemente entre 80:20 y 95:5.

La mezcla compuesta puede comprender:

- una cantidad de material lignocelulósico desfibrado de 40% a 99%, preferentemente de 50% a 95% y más preferentemente de 80% a 90%, por ejemplo 84% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta, y
- una cantidad de semillas desfibradas de 1% a 60%, preferentemente de 5% a 40% y más preferentemente de 5% a 20% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

La resina puede representar de 0,1% a 20%, preferentemente de 0,3% a 5% y más preferentemente de 0,5% a 3%, por ejemplo 0,9% 1,6% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

El paso de combinación de la mezcla fibrosa con una resina puede comprender el resinado de la mezcla fibrosa en una línea de soplado con la resina.

El paso de curado de la mezcla compuesta puede comprender los pasos de:

- secado de la mezcla fibrosa resinada hasta un contenido en humedad comprendido entre 0% y 20% y preferentemente entre 5% y 10%, formándose (S32) la mezcla fibrosa resinada desecada para dar una estera,
- prensado de la estera para obtener el material compuesto lignocelulósico a base de fibra.

La invención se refiere también a un proceso para la fabricación de un tablero de fibras que comprende tal proceso, en donde este comprende además los pasos de refrigeración y corte del material compuesto lignocelulósico a base de fibra, formándose tableros de fibra de este modo.

La invención se refiere también a un tablero de fibra obtenido mediante tal proceso.

El proceso puede comprender un paso de adición de un compuesto de amina a la resina o la mezcla fibrosa, siendo el compuesto de amina preferentemente uno de urea, metilurea, poliurea, polivinilamina, melamina, polietilenimina (PEI), dietanoldiamina, etanoldiamina, etanolamina, dietanolamina, hexamina. El compuesto de amina añadido representa de 0% a 25%, preferentemente de 0% a 10% y más preferentemente de 2% a 10% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

El proceso puede comprender un paso de adición de un aditivo a la resina o la mezcla fibrosa, siendo el aditivo al menos uno de: una cera, una sal metálica, un aceite vegetal, un ácido graso, una silicona, un modificador de pH (ácido o base), un poliol (por ejemplo glicerol), un tanino, una lignina, un aminoácido (por ejemplo lisina), un óxido metálico (por ejemplo MgO, ZnO, TiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃, SiO₂), almidón, un agente ignífugo (por ejemplo (poli)fosfato amónico, borato). Los aditivos pueden representar de 0% a 20%, preferentemente de 0% a 10% y más preferentemente de 0,1% a 3% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

El proceso también puede comprender un paso de adición de un aditivo (por ejemplo cera, agente de secado (pigmento), agente ignífugo) al material lignocelulósico y/o la semilla de plantas antes del paso de desfibrado.

El material lignocelulósico puede ser, por ejemplo, madera, rastrojo de maíz, cáscara de coco, tallo de algodón, lino, hierba, cáñamo, kenaf, paja de trigo, bagazo, troncos de palmera aceitera, bambú o una mezcla de dos o más de ellos. Cuando el material lignocelulósico comprende madera, dicha madera puede comprender al menos una entre madera de pino, madera de abeto, madera de abedul y madera de haya.

Las semillas de plantas se pueden proporcionar, antes de ser desfibradas, en forma de sémola de semillas y preferentemente en forma de gránulos de sémola de semillas. Las semillas de plantas son ventajosamente semillas oleaginosas y/o proteicas y preferentemente semillas oleaginosas y proteicas desgrasadas.

Las semillas de plantas pueden ser semillas de plantas pertenecientes a una o varias de las siguientes familias, géneros y especies:

- *Areaceae* como:
 - *Attalea*,
 - *Elaeis*, y
 - *Carthamus*, como *Carthamus tinctorius*,

- Asteraceae como:
 - *Helianthus*, como *Helianthus annuus*,
- Brassicaceae como:
 - *Brassica*, como *Brassica napus*, *Brassica juncea*, *Brassica nigra*, *Brassica rapa*, *Brassica carinata*, y
 - *Camelina* como *Camelia Sativa*,
- Cannabaceae como:
 - *Cannabis*, como *Cannabis sativa*,
- Fabaceae como:
 - *Glycine*, como *Glycine max*
 - *Lupinus*, y
 - *Pisum*, como *Pisum sativum*
- Linaceae como:
 - *Linum* como *Linum usitatissimum*,
- Malvaceae como:
 - *Gossypium*, y
- Poaceae como:
 - *Avena*, como *Avena sativa*,
 - *Eleusine*, como *Eleusine coracana*,
 - *Hordeum*, como *Hordeum vulgare*,
 - *Oryza*, como *Oryza sativa*, *Oryza glaberrima*,
 - *Panicum*, como *Panicum miliaceum*,
 - *Sorghum*, como *Sorghum bicolor*,
 - *Triticum*, como *Triticum aestivum*, *Triticum durum*,
 - *Zea*, como *Zea mays*.

La resina se puede seleccionar a partir de:

- una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina (PAE), una resina de polialquilenpoliamina-epiclorhidrina, una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina basada en ácido itacónico y/o una resina de polímero de amina-epiclorhidrina,
- una resina epoxi como resina epoxi de diglicidiléter de bisfenol A,
- resina de isocianato como diisocianato de metilendifenilo polimérico (PMDI),
- resina de urea-formaldehído, resina de melamina-formaldehído, resina de melamina-urea-formaldehído, resina de fenol-formaldehído, resina de resorcinol-formaldehído, otras resinas basadas en formaldehído o en otro aldehído como furfural, propanal, butiraldehído, succinaldehído, glutaraldehído, dimetoxietanal, ácido glioxílico, glicolaldehído, vainillina,
- una resina basada en poliuretano,
- una resina basada en poliácido como una basada en anhídrido maleico o ácido acético,
- una resina basada en acrilato o basada en metacrilato como poli(metacrilato de metilo),
- acetato de etilenvinilo (EVA), etileno-co-acetato de vinilo-co-ácido acrílico, etileno-co-acetato de vinilo-co-ácido metacrílico, etileno-co-acetato de vinilo-co-alcohol vinílico, copolímeros de acetato de vinilo-etileno carboxilados, alcohol etilenvinílico (EVOH), alcohol polivinílico, polivinilbutiral-co-alcohol vinílico, acetato de polivinilo-co-alcohol vinílico.

Una resina preferente se selecciona a partir de una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina (PAE), una resina de polialquilenpoliamina-epiclorhidrina, una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina basada en ácido itacónico y/o una resina de polímero de amina-epiclorhidrina, preferentemente una resina de PAE.

El uso de una resina sin formaldehído (por ejemplo resina PAE) reduce o elimina la emisión de formaldehído.

La invención se refiere también a una mezcla fibrosa que comprende fibras de material lignocelulósico y semillas de plantas desfibradas.

La invención también se refiere a una mezcla compuesta que comprende tal mezcla fibrosa y una resina. La mezcla compuesta puede comprender además un compuesto de amina y/o un aditivo que es al menos uno de: una cera, una sal metálica, un aceite vegetal, un ácido graso, una silicona.

La invención también se refiere a una estera compuesta formada a partir de tal mezcla compuesta.

La invención también se refiere a un material compuesto lignocelulósico a base de fibra que comprende una mezcla fibrosa como se describe anteriormente y una resina, formando la mezcla fibrosa un refuerzo y adhesivo para dicho material compuesto lignocelulósico a base de fibra y la resina en una forma curada, que forma o es parte de una matriz de dicho material compuesto lignocelulósico a base de fibra.

La invención se refiere finalmente a un panel de tablero de fibra hecho de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra como se divulga.

Breve descripción de las diversas vistas del dibujo

Otras particularidades y ventajas de la invención se desprenderán también de la siguiente descripción.

En los dibujos adjuntos, proporcionados a modo de ejemplos no limitantes:

- la Figura 1 es un diagrama de bloques esquemático que representa los pasos principales de un proceso según la invención;
- la Figura 2 es un diagrama de bloques esquemático que representa un primer ejemplo de realización de uno de los pasos de la Figura 1;
- la Figura 3 es un diagrama de bloques esquemático que representa un segundo ejemplo de realización de uno de los pasos de la Figura 1;
- la Figura 4 es un diagrama de bloques esquemático que representa un primer ejemplo de realización de uno de los pasos de la Figura 3;
- la Figura 5 es un diagrama de bloques esquemático que representa un segundo ejemplo de realización de uno de los pasos de la Figura 3;
- la Figura 6 es un diagrama de bloques esquemático que representa un ejemplo de realización de uno de los pasos de la Figura 1.

Descripción detallada de realizaciones de la invención

La Figura 1 representa los pasos principales de un proceso según la invención. En un paso de obtención de una mezcla fibrosa (S1) se obtiene una mezcla que comprende un material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas.

El término "resina" se refiere a un adhesivo, aglutinante, un agente reticulante o un agente de curado en forma de un líquido o sólido.

Con material lignocelulósico se indica un material que comprende sustancialmente (o que comprende una proporción significativa de) fibras lignocelulósicas. Esto comprende plantas o partes de plantas. El material lignocelulósico puede ser en particular madera (por ejemplo madera de pino, madera de abeto, madera de abedul o madera de haya). En la invención se pueden utilizar otros tipos de material lignocelulósico como alternativa o complemento a la madera, como rastrojo de maíz, cáscara de coco, tallo de algodón, lino, hierba, cáñamo, kenaf, paja de trigo, paja de arroz, bagazo, troncos de palma aceitera, bambú o una mezcla de los mismos. El material lignocelulósico se puede proporcionar en forma cruda o en una forma transformada. La madera se puede proporcionar típicamente en forma de virutas.

Las semillas utilizadas en el proceso son ventajosamente semillas oleaginosas y/o proteicas.

Por ejemplo, las semillas de plantas son semillas pertenecientes a una o varias de palma, cártamo (*Carthamus tinctorius*), girasol (*Helianthus annuus*), rape, canola (*Brassica napus*), mostaza (*Brassica juncea*, *Brassica nigra*, *Brassica rapa*, *Brassica carinata*), camelina (*Camelina sativa*), cáñamo (*Cannabis sativa*), soja (*Glycine max*), altramuza (*Lupinus*), guisante (*Pisum sativum*), lino (*Linum usitatissimum*), algodón (*Gossypium*), cereales (e.g., maíz (*Zea mays*), arroz (*Oryza sativa*), trigo (*Triticum aestivum*), cebada (*Hordeum vulgare*), sorgo (*Sorghum bicolor*), mijo (*Panicum miliaceum*), avena (*Avena sativa*)), preferentemente girasol.

Las semillas (en particular semillas oleaginosas) pueden ser desgradadas (es decir, desaceitadas) antes de ser procesadas. En particular, las semillas se pueden proporcionar en forma de sémola de semillas y preferentemente en forma de gránulos de sémola de semillas.

Los gránulos de sémola de semillas se preparan a partir de semillas (opcionalmente descascarilladas) que se molturan y se trituran, produciendo una sémola que se prensa para extraer parte o la mayor parte del aceite de las semillas, formándose de este modo una torta de prensado. El aceite restante (por ejemplo una torta de prensado obtenida a partir de semillas de girasol que contiene 15-20% de aceite) se puede extraer parcial o totalmente de la torta de prensado de semillas oleaginosas. Para extraer el aceite restante se pueden utilizar disolventes. Por ejemplo, se pueden utilizar disolventes hidrofóbicos como pentano y/o hexano. También se puede utilizar disolvente soluble como alcohol (por ejemplo etanol). Cuando se utilizan tales disolventes orgánicos, el contenido en aceite que permanece en la sémola de semillas es bajo (por ejemplo oscila de 0,1 a 4 % en peso por peso total de torta prensada). Las sémolas de semillas oleaginosas tienen un contenido en proteína que oscila de 15% a 60% p/p, preferentemente de 20% a 50% p/p, más preferentemente de 30% a 50% p/p.

Son ventajosas semillas de plantas que pueden presentarse en forma de sémola de semillas o gránulo de sémola de semillas, con un contenido en aceite (determinado mediante el método Soxhlet (ISO734:2016)) que oscila de 0,1% a 4% p/p sobre materia seca y un contenido en proteína (medido según la norma francesa NF EN Iso 16634 (2008)) que oscila de 15% a 60% p/p sobre materia seca, preferentemente de 30% a 50% p/p sobre materia seca, más preferentemente de 30% a 50% p/p.

Un gránulo de sémola de semillas preferente es un gránulo de sémola de semillas de colza o girasol, más preferentemente un gránulo de sémola de semillas de girasol.

Se describe información relativa a tecnologías de procesamiento de semillas oleaginosas, por ejemplo, en Laisney, J., 1984, *L'huilerie moderne*. Compagnie Française pour le Développement des Fibres Textiles (CFDT), ISBN 2-905157-00-3. Se describe información relativa a sémolas de girasol, por ejemplo, en: Sunflower Seed Preparation and Oil Extraction, Etienne Le Clef y Timothy Kemper, publicado en Sunflower, 2015, páginas 187-226, AOCS Press., ISBN 978-1-893997-94-3.

El material lignocelulósico y las semillas de plantas se desfibran y se mezclan para formar una mezcla fibrosa. la desfibrado se relaciona generalmente con la conversión de un material en constituyentes fibrosos a través de un proceso de desfibrado. En el caso de semillas de plantas, el desfibrado convierte las semillas de plantas en constituyentes de menor tamaño como constituyentes fibrosos (partículas en forma de fibras) y/o constituyentes no fibrosos (partículas sin fibra).

El desfibrado se puede realizar según diversos procesos, que se ejemplifican en las Figuras 4 y 5 que se describen a continuación. Existen dos maneras principales para realizar el paso de obtención de una mezcla fibrosa S1, que se describen respectivamente con referencia a la Figura 2 y la Figura 3.

La mezcla fibrosa comprende una relación de material lignocelulósico respecto a semillas de plantas comprendida entre 50:50 y 99:1 y preferentemente entre 80:20 y 95:5.

Después se realiza un paso de combinación de la mezcla fibrosa obtenida con resina S2. Este paso se puede realizar en una línea de soplado, donde la mezcla fibrosa se pulveriza con una resina, preferentemente una resina termoestable. Después de este paso se obtiene una mezcla compuesta. La cantidad de resina pulverizada puede ser ventajosamente tal que la resina (es decir, la materia seca de la resina) representa de 0,1 a 20%, preferentemente de 0,3% a 5%, más preferentemente 0,5% a 3% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta. Además de la mezcla fibrosa y la resina, la mezcla compuesta puede comprender un compuesto de amina y/o aditivos. El compuesto de amina es preferentemente uno de urea, metilurea, poliurea, polivinilamina, melamina, polietilenimina (PEI), dietanolamina, etanoldiamina, etanolamina, dietanolamina. El (los) aditivo(s) es (son) al menos uno de: cera, una sal metálica, un aceite vegetal, un ácido graso, una silicona.

El compuesto de amina se puede añadir a la mezcla fibrosa antes de ser resinada o a la resina antes de combinarse con la mezcla fibrosa. Preferentemente, el compuesto de amina se añade a la resina antes de combinarse con la mezcla fibrosa. La cantidad de compuesto de amina añadido puede ser tal que el compuesto de amina represente de

0% a 25%, preferentemente de 0% a 10% y más preferentemente de 2% a 10% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta (es decir, de la mezcla fibrosa, resina, compuesto(s) de amina y aditivo(s)).

5 El aditivo (o los aditivos) se puede añadir a la mezcla fibrosa antes de ser resinado o a la resina antes de combinarse con la mezcla fibrosa. Preferentemente, el aditivo (o los aditivos) se añade a la mezcla fibrosa antes del paso de resinado. La cantidad de aditivos puede ser tal que los aditivos representen de 0% a 20%, preferentemente de 0% a 10% y más preferentemente de 0,1% a 3 en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta (es decir, de la mezcla fibrosa, resina, compuesto(s) de amina y aditivo(s)).

10 En un posterior paso de curado S3 se cura la mezcla compuesta obtenida tras la combinación de la mezcla fibrosa con resina. En este paso, el agente de curado (es decir, esencialmente la resina) se endurece mediante la reticulación de cadenas poliméricas. El resultado de este paso es un material compuesto, que se puede procesar adicionalmente para formar un producto final como un tablero de fibras. Con referencia a la Figura 6 se detalla un ejemplo de
15 realización de los pasos de curado S3 comprende diversos pasos y pasos opcionales para proporcionar un tablero de fibras.

La Figura 2 es un diagrama de bloques esquemático que representa un primer ejemplo de realización de los pasos de obtención de una mezcla fibrosa S1 que comprende un material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas
20 desfibradas. Se proporciona un material lignocelulósico (por ejemplo, virutas de madera) y semillas de plantas (por ejemplo semillas oleaginosas y proteicas como gránulos de sémola de semillas de girasol) (S11). Según esta primera realización, el material lignocelulósico se desfibra (paso de desfibrado del material lignocelulósico S12). En paralelo, las semillas de plantas se desfibran (paso de desfibrado de las semillas de plantas S13).

25 El paso de desfibrado de material lignocelulósico S12 y el paso de desfibrado de las semillas de plantas S13 se realizan independientemente. Estos se pueden realizar en un mismo sitio de producción o en diferentes sitios de producción independientes. El material lignocelulósico desfibrado y las semillas de plantas desfibradas se mezclan (paso de mezclado S14) para formar una fibra homogénea con la relación deseada de material lignocelulósico respecto a semillas de plantas.

30 La Figura 3 es un diagrama de bloques esquemático que representa un segundo ejemplo de realización de los pasos de obtención de una mezcla fibrosa S1 que comprende un material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas.

35 Se proporciona un material lignocelulósico (por ejemplo, virutas de madera) y semillas de plantas (por ejemplo semillas oleaginosas y proteicas como gránulos de sémola de semillas de girasol) (S11). Según esta segunda realización, el material lignocelulósico y las semillas de plantas se mezclan (paso de mezclado S15) para formar una denominada mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas. Se realiza un paso de desfibrado de la mezcla de material
40 lignocelulósico y semillas de plantas S16. En estos pasos, el material lignocelulósico y las semillas de plantas se desfibran y se mezclan conjuntamente, formando de este modo una mezcla fibrosa homogénea.

45 Ya sea que el material lignocelulósico y las semillas de plantas se desfibren conjuntamente según el método de la Figura 3 o por separado según el método de la Figura 2, el desfibrado se puede realizar según los dos tipos alternativos de proceso, respectivamente llamados método de Asplund y método de Mason.

La Figura 4 representa un ejemplo de realización del paso de desfibrado de la mezcla de material lignocelulósico y
50 semillas de plantas S16 según un método de Asplund.

El método de la Figura 4 comprende un paso de vaporizado S161 de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas en un contenedor de desfibrado mediante vapor que está a una temperatura comprendida entre 70°C y 110°C y preferentemente comprendida entre 80°C y 95°C. En el posterior paso de transporte y compresión S162, la
55 mezcla calentada con vapor se transporta a un precalentador. El agua se exprime de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas antes de que la mezcla entre en el precalentador.

En el precalentador se precalienta (S163) la mezcla comprimida de material lignocelulósico y semillas de plantas. La temperatura de precalentamiento depende de la mezcla que se precalienta y esencialmente del material lignocelulósico de la mezcla. Más particularmente, la temperatura de precalentamiento se debe adaptar a ablandar las
60 fibras de material lignocelulósico para facilitar su próximo desfibrado.

Después se realiza un paso de procesamiento de la mezcla en un refinador S164, también llamado refinado.

60 El refinador comprende uno o varios discos o placas que están montados en cada una de las caras opuestas del (de los) disco(s) del refinador. Las placas y/o el (los) disco(s) son giratorios. La mezcla precalentada se proporciona cerca del centro de las placas y los discos y se somete a una fuerza centrífuga que la impulsa hacia fuera, de modo que se mueve entre las placas del refinador en una dirección generalmente radial desde el perímetro interior al perímetro
65 exterior de las placas y disco(s).

Las placas del refinador presentan generalmente un patrón de barras y ranuras, así como presas, que proporcionan en conjunto acciones repetidas de cizallamiento y compresión en el material introducido (por ejemplo la mezcla). Las acciones de compresión y cizallamiento que actúan en el material tienen como objetivo separar fibras del material, proporcionan una cierta cantidad de desarrollo de desfibrado del material y generan algunos cortes de fibra que son usualmente menos deseables.

Los refinadores pueden ser refinadores de consistencia alta, media o baja. Los discos del refinador pueden operar a velocidades rotacionales de 900 a 2300 revoluciones por minuto (RPM) cuando se utilizan para refinado de alta consistencia y tan bajas como 400 revoluciones por minuto para refinado de baja consistencia.

Después del paso de desfibrado, se obtiene una mezcla fibrosa que se puede procesar adicionalmente.

La Figura 5 representa un ejemplo de realización del paso de desfibrado de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas S16 según un método de Mason.

El método de la Figura 5 comprende la colocación de la mezcla de material lignocelulósico en una cámara. La cámara designa generalmente un volumen cerrado capaz de soportar una presión elevada. Se realiza un paso de vaporizado S165, en donde la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas se saturan con vapor. La presión dentro de la cámara se aumenta para este paso a una presión comprendida entre 200 y 1000 kPa, como entre 400 y 900 kPa, por ejemplo una presión de alrededor de 690 kPa (que corresponde aproximadamente a 100 libras por pulgada cuadrada).

Se realiza un paso de aumento de la presión S166, en donde la presión dentro de la cámara se aumenta para este paso a una presión comprendida entre 2000 y 4000 kPa, como entre 2500 y 3500 kPa, por ejemplo una presión de alrededor de 2800 kPa (que corresponde aproximadamente a 400 libras por pulgada cuadrada).

La mezcla contenida en la cámara se desfibra mediante una liberación repentina de la cámara a presión atmosférica, a través de un orificio de la cámara que se abre repentinamente (paso de liberación a presión atmosférica S167).

Después de este paso, se obtiene una mezcla fibrosa que se puede procesar adicionalmente.

la Figura 6 es un diagrama de bloques esquemático que representa un ejemplo de realización del paso de curado S3 de la Figura 1. El paso de curado S3 designa la sucesión de operaciones o pasos realizados tras el paso de resinado S2 hasta la obtención de un material compuesto curado.

Un ejemplo de realización del paso de curado se describe brevemente con referencia a la Figura 6, pero la mezcla fibrosa resinada obtenida tras el paso de resinado S2 se puede procesar según cualquier secuencia adecuada de pasos conocidos en el estado de la técnica.

El paso de curado S3 representado en la Figura 6 comprende un paso de secado S31, en donde la mezcla fibrosa resinada se seca hasta un contenido de humedad comprendido entre 0% y 20% y preferentemente entre 5% y 10%. Se pueden usar ciclones de secado y un tamiz Z para realizar el paso de secado. El tamiz Z limpia las fibras de contaminantes antes de la siguiente etapa. La mezcla fibrosa resinada desecada se forma entonces en una estera compuesta (paso de formación S32). La estera se somete a un paso de prensado (S33), que puede comprender el paso de la estera a través de prensas sucesivas, como pre prensa fría y a continuación una prensa caliente. Tras el prensado, el material compuesto se endurece a su estado final.

En pasos opcionales, el material compuesto se manipula y se mecaniza para formar tableros de fibras. Estos pasos incluyen refrigeración S34 y corte S35 del material compuesto lignocelulósico a base de fibra, formándose de este modo tableros de fibras.

El proceso descrito se puede utilizar para formar un panel de tablero de fibras de alta densidad (con una densidad mayor que 800 kg/m³), tablero de fibras de densidad medida o MDF (con una densidad comprendida entre 650 kg/m³ y 800 kg/m³), tablero de fibras de baja densidad (con una densidad comprendida entre 550 kg/m³ y 650 kg/m³) y tablero de fibras de baja densidad (con una densidad menor que 550 kg/m³).

Ejemplos

En los ejemplos descritos a continuación se utilizan gránulos de sémola de girasol, que son un producto secundario obtenido tras extracción a presión y con disolvente (hexano) de semillas de aceite procedente de semillas de girasol. Los gránulos de sémola de girasol utilizados en los ejemplos a continuación se suministraron por Saipol France y se utilizaron como se recibieron.

Los gránulos de sémola de girasol comprenden alrededor de 38,8% proteínas en peso, tienen un contenido en humedad de 11% y tienen un tamaño de alrededor de 5 x 15-30 mm.

Las virutas de madera utilizadas en los ejemplos descritos a continuación están hechas de pino del sudeste de Alemania

La resina de UF utilizada como referencia era Kaurit 340S con 66% en peso de sólido, adquirida en BASF.

La resina de poliamidoamina-epiclorhidrina (PAE CA 1920) se adquirió en Solenis (Wilmington, Delaware) y se utilizó como se recibió. La resina de PAE CA1920 es una disolución acuosa con un contenido en sólidos poliméricos de 20% en peso.

El repelente de agua utilizado era una cera en emulsión hydrowax 138 con un contenido en sólidos de 60% en peso adquirida en Sasol.

Se utilizó sulfato amónico con contenido en sólidos de 35% en peso como catalizador para la resina de UF.

Los gránulos de urea de grado técnico que contenían 46% en peso de nitrógeno se suministraron por Yara y se utilizaron como se recibieron.

Preparación de tablero (tablero de fibras de densidad media), según realizaciones ejemplares de la presente invención, con gránulos y resina de PAE

En primer lugar se mezcló sémola de girasol en forma de gránulos con astillas de madera, formándose de este modo una mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas.

Se probaron diferentes contenidos de gránulos de girasol (en la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas) desde 0 (no se formó mezcla) hasta 28% p/p. Se calculó la cantidad de gránulos en base a la madera seca en horno (es decir, en base al material sólido presente en la madera).

La mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas se vaporizó en un contenedor de vaporizado a una temperatura de 80°C a 95°C.

La mezcla vaporizada de material lignocelulósico y semillas de plantas se transportó al precalentador (Andritz) a través de un transportador integrado. Un tapón roscado de funcionamiento continuo con drenaje integrado (MSD-Multi Screw Device) para exprimir el agua de la mezcla de material lignocelulósico vaporizado y semillas de plantas transportó el material al precalentador.

El material se alimentó al precalentador (o cocedor) mediante un aparato Andritz a una presión de 9 bar con rendimiento constante que daba lugar a un tiempo de retención en el precalentador de 3 a 4 min. Tras la plastificación (a una temperatura de alrededor de 160 °C en el precalentador, lo que ablanda las fibras y hace que sean más fáciles de separar), el material se alimentó continuamente a través de un tornillo de descarga al refinador, en el que se procesó, es decir, se desfibró según un proceso termomecánico (es decir, un proceso tipo Asplund).

Se aplicó una emulsión de cera a través del tornillo de alimentación del refinador.

Desde el refinador se descargó la mezcla de material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas a través de la salida tangencial de la línea de soplado donde se inyectó la resina de PAE por separado. A la salida de la línea de soplado, se formó de este modo una mezcla que comprendía la mezcla de material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas y la resina.

Se calculó la cantidad de resina de PAE para tener varios porcentajes dados, en peso, de sólido de la resina en base a la madera secada al horno.

Para tableros preparados utilizando urea, se mezcló una disolución de urea en agua (40 % p/p) con resina de PAE. Se calculó que la urea tenía 7 % en peso de sólido de la disolución de urea y se calculó que PAE tenía 0,9 % en peso de sólido de la resina, en base a la madera desecada en horno. La mezcla de urea y PAE se inyectó a través de una línea de soplado y los gránulos (6 % en peso, en base a la madera seca) se premezclaron con las virutas de madera.

Tras el procesamiento en la línea de soplado, la madera resinada se sometió a secado flash a 100°C utilizando un aparato Schenkman & Piel. El contenido en humedad de las fibras resinadas tras el paso de secado flash variaba entre 6,3 % y 7,8 %. Después se transportaron las fibras al proceso de formación de estera.

Después de este proceso, cada estera (con grosores comprendidos entre 390 y 450 mm) se preensó en una prensa separada de luz diurna a temperatura ambiente con una presión de 1 N/mm² durante 60 s.

A continuación, cada estera se prensó en una única prensa caliente de luz diurna con una densidad objetivo de 740 kg/m³ y un grosor objetivo de 11,5 mm. Los tableros se prensaron en una prensa caliente HOFER. La temperatura de la prensa era 210 °C y el factor tiempo de prensado era de 10 s/mm.

Preparación de tablero con madera y resinas líquidas (ejemplo comparativo)

Se realizó un proceso idéntico al proceso descrito anteriormente en virutas de madera (en lugar de una mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas) hasta la descarga de un material desfibrado (es decir, madera desfibrada en lugar de una mezcla de material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas) desde el refinador a la línea de soplado.

Se preparó una dispersión de sémola de girasol micronizada extraída con disolvente ($D_{10} = 6 \mu\text{m}$; $D_{50} = 37 \mu\text{m}$; $D_{90} = 138 \mu\text{m}$) combinada con resina de PAE. En primer lugar se dispersó la sémola micronizada en agua con un contenido en sólidos de 17 % en peso en base al peso de dispersión total (este contenido en sólidos se determinó para obtener un adhesivo con baja viscosidad de alrededor de 200 mPa.s). Se añadió resina de PAE. Se calculó PAE para mantener una relación ponderal sémola/PAE de 6,9. Se ajustó el pH a 6,3 con una disolución de NaOH 5M.

Se calculó que la cantidad de resina tenía 12% o 15% en peso de sólido del adhesivo (es decir, la mezcla de sémola de girasol micronizada extraída con disolvente y resina de PAE) en el peso sólido total de la mezcla, en base a la madera desecada al horno.

El contenido en humedad de las fibras resinadas tras el paso de secado era 7,2 %.

Para tableros preparados utilizando urea se preparó una dispersión de sémola de girasol micronizada extraída con disolvente mediante mezclado con gránulos de urea hasta solubilización completa. La relación de sémola de girasol y urea era 44% p/p y 56% p/p respectivamente. Después de 10 min de mezclado se añadió resina de PAE y se calculó que la relación final sémola/PAE era de 6,9. Se ajustó el pH a 6,2 con una disolución de NaOH 5M. El nuevo contenido en sólidos era 29,5% y se calculó que la cantidad de contenido en resina era 6% p/p de sémola de girasol micronizada extraída con disolvente, 7% p/p de urea y 0,9% p/p de resina de PAE.

Los adhesivos líquidos a base de girasol se aplicaron directamente como dispersión después de la salida del refinador a la línea de soplado.

A continuación, tras el procesamiento en la línea de soplado, el material resinado se secó y se prensó como se explica anteriormente con referencia a la preparación del tablero según realizaciones ejemplares de la presente invención.

Se realizó el mismo procedimiento con resina de UF como referencia. En primer lugar se mezcló la resina de UF con 2% en peso de sulfato amónico como catalizador en base a UF seco. Se calculó que la carga de resina de UF tenía 15 % en peso de sólido del aglutinante (resina y catalizador) en el peso sólido total, en base a la madera desecada al horno.

Caracterización de tablero

Se utilizaron normas europeas para medir el módulo de ruptura (MOR), el módulo de elasticidad (MOE) (según la norma EN 310:1993), la fuerza de unión interna (IB) (EN 319:1993) y la estabilidad dimensional (EN 317:1993). Antes de las pruebas se acondicionaron las muestras en una habitación a 20°C y 65 % de humedad relativa. Todos los especímenes se caracterizaron utilizando un aparato Imal.

Para evaluar el MOE y el MOR, se cortaron cuatro especímenes con dimensiones nominales de 400 x 50 x 11,5 mm de los paneles MDF. Se determinaron el MOE y el MOR de tableros MDF mediante una prueba estática de flexión de tres puntos y se calcularon y se registraron los valores para cada espécimen. Los valores se compararon con el mínimo requerimiento de la industria para MOR (25 N/mm²) y MOE (2500 N/mm²) para paneles MDF en condición seca para tableros con densidad entre 700 y 800 Kg/m³.

Para determinar la fuerza de unión interna IB y el hinchamiento de grosor TS se cortaron tres especímenes de prueba con dimensiones nominales de 50,0 x 50,0 x 11,5 mm de paneles de prueba para cada condición. La IB se calculó y se registró después de que cada espécimen se probara hasta fallo. El TS, que se define como el porcentaje de aumento de grosor de un espécimen tras inmersión en agua durante 24 horas a temperatura ambiente, se midió antes e inmediatamente después de 24 horas de inmersión. Un bajo TS refleja una elevada resistencia al agua. Los valores se compararon con el mínimo requerimiento de la industria para IB (0,6 N/mm²) y con el máximo requerimiento de la industria para TS (15 %) para tableros MDF con densidad entre 700 y 800 Kg/m³.

Resultados y discusiones

Se investigó la influencia de gránulos y resina de PAE utilizados en la formulación del adhesivo de base biológica en las propiedades del tablero MDF. Se evaluaron primero diferentes cantidades de resina de PAE (p/p) manteniendo la misma cantidad de gránulos en 16% en peso del peso sólido total en la mezcla compuesta, basado en madera secada al horno.

Los resultados se muestran en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1: Propiedades mecánicas de MDF fabricada con UF o adhesivos de base biológica basados en gránulos de sémola de girasol (16 % p/p) y resina de PAE según porcentaje de PAE (p/p)

Identificación de muestras	Fuerza de unión interna (N/mm ²)	Hinchamiento en el grosor (%)
UF	0,66	22,2
Gránulo / PAE 0 %	0,17	112,0
Gránulo / PAE 1,6 %	0,66	18,0
Gránulo / PAE 2,4 %	0,85	16,0

Los tableros MDF preparados con gránulos de sémola de girasol desfibrados pero sin resina exhibían bajos rendimientos mecánicos y resistencia al agua deficiente.

La inyección de resina de PAE en una mezcla de madera desfibrada y semillas desfibradas (de gránulos) condujo a una mejora las propiedades tanto de unión interna como de hinchamiento de los tableros MDF. La fuerza de unión interna aumentó con cantidad de PAE creciente. Se obtuvo una fuerza de unión interna por encima de 0,60 N/mm² con alrededor de 1,5 % p/p de PAE o más. Alcanzó un valor de 0,66 N/mm² cuando se inyectó 1,6 % p/p de PAE y 0,85 N/mm² cuando se inyectó 2,4 % p/p de PAE.

Se probaron diferentes cantidades de gránulos para evaluar la influencia de las semillas en la relación de PAE.

La Tabla 2 presenta una comparación de las propiedades adhesivas del adhesivo de base biológica que contenía diferentes cantidades de gránulos con una cantidad fija de resina de PAE de 1,6% p/p.

Tabla 2: Propiedades mecánicas de MDF fabricada con UF o adhesivos de base biológica basados en gránulos de sémola de girasol y resina de PAE (1,6 % p/p) según porcentaje de gránulos (p/p)

Identificación de muestras	Fuerza de unión interna (N/mm ²)	Hinchamiento en el grosor (%)
UF	0,66	22,2
Gránulos 0% / PAE	0,34	29,0
Gránulos 4% / PAE	0,60	16,0
Gránulos 8% / PAE	0,64	15,0
Gránulos 16% / PAE	0,66	18,0
Gránulos 20% / PAE	0,72	19,3
Gránulos 28% / PAE	0,89	25,7

La resina de PAE (1,6% p/p) inyectada en partículas de madera sin gránulos de girasol exhibía una baja unión y una resistencia al agua insatisfactoria. Tanto las propiedades mecánicas como las propiedades de hinchamiento de tableros MDF se mejoraron al añadir gránulos a la formulación de tableros.

El aumento de la cantidad de gránulos hasta 20% en peso mejoró las propiedades de adhesión hasta 0,72 N/mm². La muestra con 8% de gránulos tenía buenas propiedades de resistencia al agua, que descendieron ligeramente con el aumento de la cantidad de gránulos. Los tableros preparados con 8 a 20 % p/p de gránulos y 1,6% p/p de PAE exhibían mejores propiedades mecánicas y mejor resistencia al agua en comparación con tableros preparados a partir de resina de UF.

En otro ensayo se prepararon también tableros MDF a partir de una dispersión de sémola de girasol micronizada molturada en pequeños tamaños de partícula de 6 µm (D10), 30 µm (D50) y 180 µm (D90) y sus propiedades se compararon con las obtenidas para tableros MDF obtenidos con gránulos de sémola (Tabla 3).

Tabla 3: Propiedades mecánicas de la MDF fabricada con adhesivos de base biológica en forma de dispersión o gránulos (12% p/p) con o sin PAE

Identificación de muestras	Condiciones de inyección	Fuerza de unión interna (N/mm ²)	Hinchamiento en el grosor (%)	Módulo de elasticidad (N/mm ²)	Módulo de ruptura (N/mm ²)
Sémola de girasol en dispersión	Línea de soplado	0,40	64,5	2315	15,0
Dispersión de sémola de girasol + PAE	Línea de soplado	0,51	27,5	2500	16,0
Gránulos de sémola de girasol	Gránulos + virutas de madera en el refinador	0,17	112,0	2500	13,0
Gránulos de sémola de girasol PAE	Gránulos + virutas de madera + en el refinador / PAE en la línea de soplado	0,50	17,0	3561	26,8

Los tableros preparados a partir de sémola de girasol micronizada con resina de PAE exhibían unión interna similar y menores propiedades de hinchamiento (resistencia al agua) que los preparados a partir de una mezcla fibrosa según la invención.

5 MOE y MOR medidos de los tableros preparados a partir de sémola de girasol micronizada combinada con resina de PAE eran muy bajos, con valores de 2500 y 16 N/mm² respectivamente.

10 Utilizados con gránulos (12% p/p) y mezclados con resina de PAE (1,6% p/p), el MOE aumentó a 3561 N/mm² y el MOR aumentó a 26,8 N/mm².

15 Los tableros obtenidos con un proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra según la presente invención, en donde se forma una mezcla fibrosa de material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas antes del resinado (sin uso de una dispersión de material proteico mezclado con la resina) tienen mejores propiedades mecánicas y de resistencia al agua que tableros comparables elaborados según procesos del estado de la técnica.

Se evaluó la influencia sobre propiedades del tablero de urea combinada en la formulación (Tabla 4).

20 *Tabla 4: Propiedades mecánicas de MDF fabricada con adhesivos de base biológica formulados con PAE con y sin urea (propiedades tras prensado a 15 s/mm)*

Identificación de muestras	Fuerza de unión interna (N/mm ²)	Hinchamiento en el grosor (%)	Módulo de elasticidad (N/mm ²)	Módulo de ruptura (N/mm ²)
Dispersión de sémola de girasol (11%) + PAE (1,6%)	0,61	23,8	2425	16,9
Dispersión de sémola de girasol (6%) + urea (7 %) + PAE (0,9%)	0,92	17,0	3050	23,0
Gránulos (12%) + PAE (1,6%)	0,74	13,0	3350	26,0
Gránulos (6%) + urea (7 %) + PAE (0,9%)	0,85	17,2	3788	27,8

25 Tanto MOE como MOR aumentaron al añadir urea a las formulaciones de sémola de girasol combinadas con PAE. Se obtuvieron los valores máximos de MOE y MOR cuando la mezcla fibrosa que comprendía madera desfibrada y gránulos de sémola de girasol desfibrados se combinó (resinó) con PAE y urea. Además, la combinación de PAE y urea permitió el uso de una menor cantidad de PAE de 0,9% p/p en lugar de 1,6% p/p, mientras que se mantuvieron las mismas fuerzas de unión y las mismas propiedades de hinchamiento de grosor (resistencia al agua).

30 En base a estos resultados, se mostró que el uso de una mezcla fibrosa que comprendía madera desfibrada y gránulos de sémola desfibrados y una combinación de PAE y urea según el proceso de la invención es la mejor formulación para conseguir buenas propiedades mecánicas de tableros de fibras.

35 El solicitante ha realizado otro ensayo, en el que se prepararon tableros MDF como se describe anteriormente con una mezcla fibrosa que comprendía madera desfibrada y gránulos de sémola de girasol desfibrados, con la excepción de que la mezcla fibrosa se mezcló (resinó) con una resina a base de agua que comprendía 1,6 % en peso de PAE,

0,2 % en peso de ácido gálico, 2 % en peso de glicerol y 1 % en peso de cera. Los tableros de fibras obtenidos tienen buenas propiedades mecánicas tras el prensado a 10 s/mm.

- 5 Mientras que las semillas de girasol son las semillas de plantas preferentes que se pueden utilizar en la invención, los tableros MDF se prepararon con semillas de diferentes semillas de plantas oleaginosas y/o proteicas, y se compararon los rendimientos mecánicos (Tabla 5).

Tabla 5: contenido en proteína y aceite de las semillas de plantas probadas:

Semillas	% de contenido en proteína p/p sobre materia seca	% de contenido en aceite p/p sobre materia seca
Gránulos de sémola de girasol	38,8	1,2
Gránulos de sémola de soja	48,0	2,0
Gránulos de sémola de canola	38,9	4,4
Semilla de guisante	19,0	1,2

- 10 Tabla 6: Propiedades mecánicas de MDF fabricada con adhesivos de base biológica formulados con PAE (1,6 p/p) basados en diferentes materias primas proteaginosas (propiedades tras prensado a 10 s/mm)

Identificación de muestras	Fuerza de unión interna (N/mm ²)	Hinchamiento en el grosor (%)
Gránulos de sémola de girasol / PAE	0,66	18,0
Gránulos de sémola de soja / PAE	0,41	23,0
Gránulos de sémola de canola / PAE	0,28	26,0
Semilla de guisante / PAE	0,75	39,0

- 15 Los gránulos de sémola de girasol y las semillas de guisante exhibían las mejores fuerzas de unión en comparación con otras proteínas a base de plantas.

- 20 También tableros MDF a partir de una dispersión de harina (sémola) de soja micronizada molturada en pequeños tamaños de partícula de 15 µm (D10) 43 µm (D50) y 115 µm (D90) y sus propiedades se compararon con las obtenidas para tableros MDF obtenidos con una mezcla fibrosa que comprendía madera desfibrada y gránulos de sémola de soja desfibrados (Tabla 7).

- 25 La harina de soja tenía un contenido en proteína de 48 % p/p sobre materia seca y un contenido en aceite de 2 % p/p sobre materia seca.

Tabla 7: Propiedades mecánicas de la MDF fabricada con adhesivos de base biológica formulados con PAE (1,6 p/p) y harina de soja (12 % p/p) en forma de dispersión o gránulos

Identificación de muestras	Condiciones de inyección	Fuerza de unión interna (N/mm ²)	Hinchamiento en el grosor (%)	Módulo de elasticidad (N/mm ²)	Módulo de ruptura (N/mm ²)
Dispersión de harina de soja + PAE	Línea de soplado	0,41	23,0	2489	18,4
Gránulos de harina de soja + PAE	Gránulos + virutas de madera en el refinador	0,46	21,0	2935	23,0

- 30 Los tableros preparados a partir de harina (sémola) de soja combinados con resina de PAE mostraron propiedades de unión interna similares y propiedades de hinchamiento comparables (resistencia al agua) a las preparadas según las invenciones a partir de una mezcla fibrosa que comprendía madera desfibrada y harina (sémola) de soja desfibrada. Sin embargo, el MOE y el MOR medidos de los tableros exhibían valores más elevados cuando se utilizaba la mezcla fibrosa y se combinaba (resinaba) con resina de PAE. Estos resultados coinciden con los obtenidos a partir de gránulos de sémola de girasol, lo que demuestra que el tablero MDF preparado con una mezcla fibrosa que comprendía madera
- 35

desfibrada y gránulos de sémola de girasol desfibrados y PAE según la invención tiene mejores propiedades mecánicas que tableros comparables elaborados según procesos del estado de la técnica.

5 Se prepararon tableros MDF a partir de una dispersión de sémola de colza micronizada molturada en pequeños tamaños de partícula de y 30 μm (D50) y sus propiedades se compararon con las obtenidas para tableros MDF obtenidos con una mezcla fibrosa que comprendía madera desfibrada y gránulos de sémola de colza desfibrados según la invención. La sémola de colza tenía un contenido en proteína de 31 % en peso, un contenido en aceite de 1,5 % en peso y un contenido en humedad de 11 % en peso. Se evaluaron las propiedades mecánicas de los MDF fabricados con adhesivos de base biológica formulados con PAE (1,6 % p/p) a base de sémola de colza en forma de dispersión o de gránulos (12 % p/p).

10 Los resultados también coinciden con los obtenidos a partir de gránulos de sémola de girasol y gránulos de harina (sémola) de soja, lo que demuestra que el tablero MDF preparado según la invención tiene mejores propiedades mecánicas que tableros comparables elaborados según procesos del estado de la técnica utilizando una dispersión acuosa de sémola de semillas micronizada y resina de PAE.

Aplicación industrial

20 La presente invención proporciona un proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra, que tiene ventajas de costes y respeto al medio ambiente (en particular al ahorrar agua y energía) con respecto a los procesos comparables conocidos en el estado de la técnica. Una aplicación preferente de tal proceso es la fabricación de tableros de fibras, como MDF. Gracias al proceso de fabricación según la invención que utiliza semillas de plantas desfibradas como fuente de proteína y fibras, proporcionada en una mezcla fibrosa de material lignocelulósico desfibrado y semilla de plantas desfibrada, el material compuesto a base de fibra puede tener propiedades mecánicas potenciadas. En algunas realizaciones, estas propiedades se pueden potenciar además mediante uso de un compuesto de amina y/o aditivos seleccionados. El uso de una mezcla de material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas no solo tiene ventajas económicas, ventajas medio ambientales, ventajas en términos de simplicidad de proceso, sino también ventajas con respecto a las propiedades del producto final.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la fabricación de un material compuesto lignocelulósico a base de fibra que comprende los pasos de:

- obtención de una mezcla fibrosa (S1) que comprende un material lignocelulósico desfibrado y semillas de plantas desfibradas;

- combinación de la mezcla fibrosa (S2) con una resina para formar una mezcla compuesta; y
- curado (S3) de la mezcla compuesta, formándose de este modo el material compuesto lignocelulósico a base de fibra.

2. Proceso según la reivindicación 1, en donde el paso de obtención de una mezcla fibrosa (S1) comprende:

- disposición de un material lignocelulósico y disposición de semillas de plantas (S11);
- mezclado (S15) del material lignocelulósico y de las semillas de plantas, obteniéndose de este modo una mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas, y
- desfibrado (S16) de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas.

3. Proceso según la reivindicación 2, en donde el paso de desfibrado (S16) de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas comprende un paso de vaporizado (S161, S165) de la mezcla de material lignocelulósico y semillas de plantas antes del desfibrado mediante un proceso termomecánico o un proceso basado en la liberación de presión.

4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la mezcla compuesta comprende:

- una cantidad de material lignocelulósico desfibrado de 40% a 99%, preferentemente de 50% a 95% y más preferentemente de 80% a 95%, por ejemplo 84% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta, y
- una cantidad de semillas desfibradas de 1% a 60%, preferentemente de 5% a 40% y más preferentemente de 5% a 20% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta y una cantidad de resina que oscila de 0,1% a 20% en peso, preferentemente de 0,3% a 5% y más preferentemente de 0,5% a 3%, por ejemplo de 0,9% a 1,6% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el paso de curado de la mezcla compuesta (S3) comprende los pasos de:

- secado (S31) de la mezcla fibrosa resinada hasta un contenido en humedad comprendido entre 0% y 20% y preferentemente entre 5% y 10%, formándose (S32) la mezcla fibrosa resinada desecada para dar una estera,
- prensado (S33) de la estera para obtener el material compuesto lignocelulósico a base de fibra.

6. Proceso para la fabricación de un tablero de fibras que comprende un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde este comprende además los pasos de refrigeración (S34) y corte (S35) del material compuesto lignocelulósico a base de fibra, formándose tableros de fibra de este modo.

7. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde este comprende un paso de adición de un compuesto de amina a la resina o la mezcla fibrosa, siendo el compuesto de amina preferentemente uno de urea, metilurea, poliurea, polivinilamina, melamina, polietilenimina (PEI), dietanoldiamina, etanoldiamina, etanolamina, dietanolamina, preferentemente urea, y hexamina, representando el compuesto de amina añadido de 0% a 25%, preferentemente de 0% a 10% y más preferentemente de 2% a 10% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde este comprende un paso de adición de un compuesto de amina a la resina o la mezcla fibrosa, siendo el aditivo uno de: una cera, una sal metálica, un aceite vegetal, un ácido graso, una silicona, un modificador de pH, un poliol, un tanino, una lignina, un aminoácido, un óxido metálico, almidón, un agente desecante, un agente ignífugo, representando 0% a 20%, preferentemente de 0% a 10% y más preferentemente de 0,1% a 3% en peso de la materia seca total de la mezcla compuesta.

9. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el material lignocelulósico es madera, rastrojo de maíz, cáscara de coco, tallo de algodón, lino, hierba, cáñamo, kenaf, paja de trigo, bagazo, troncos de palmera aceitera, bambú o una mezcla de dos o más de ellos.

10. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las semillas de plantas se proporcionan, antes de ser desfibradas, en forma de sémola de semillas y preferentemente en forma de gránulos de sémola de semillas.

11. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la mezcla fibrosa comprende al menos 40 %, preferentemente al menos 60 %, más preferentemente 80 % p/p sobre materia seca de fibras.

12. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las semillas de plantas son semillas pertenecientes a una o varias de las siguientes familias:

- *Arecaceae* como:

- *Attalea*,
- *Elaeis*, y
- *Carthamus*, como *Carthamus tinctorius*,

- *Asteraceae* como:

- *Helianthus*, como *Helianthus annuus*,

- *Brassicaceae* como:

- *Brassica*, como *Brassica napus*, *Brassica juncea*, *Brassica nigra*, *Brassica rapa*, *Brassica carinata*, y
- *Camelina* como *Camelia Sativa*,

- *Cannabaceae* como:

- *Cannabis*, como *Cannabis sativa*,

- *Fabaceae* como:

- *Glycine*, como *Glycine max*
- *Lupinus*, y
- *Pisum*, como *Pisum sativum*

- *Linaceae* como:

- *Linum* como *Linum usitatissimum*,

- *Malvaceae* como:

- *Gossypium*

y

- *Poaceae* como:

- *Zea mays*,
- *Oryza sativa*, *Oryza glaberrima*
- *Eleusine coracana*
- *Triticum aestivum*, *Triticum durum*
- *Hordeum vulgare*
- *Sorghum bicolor*,
- *Panicum miliaceum*
- *Avena sativa*.

13. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la resina se selecciona a partir de:

- una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina (PAE), una resina de polialquilenpoliamina-epiclorhidrina, una resina de poliamidoamina-epiclorhidrina basada en ácido itacónico y/o una resina de polímero de amina-epiclorhidrina,

- una resina epoxi como resina epoxi de diglicidiléter de bisfenol A,

- resina de isocianato,

- resina de urea-formaldehído, resina de melamina-formaldehído, resina de melamina-urea-formaldehído, resina de fenol-formaldehído, resina de resorcinol-formaldehído, otras resinas basadas en formaldehído o en otro aldehído como furfural, propanal, butiraldehído, succinaldehído, glutaraldehído, dimetoxietanal, ácido glioxílico, glicolaldehído, vainillina,

- una resina basada en poliuretano,

- una resina basada en poliácido como una basada en anhídrido maleico o ácido acético,

- una resina basada en acrilato o basada en metacrilato como poli(metacrilato de metilo),

- acetato de etilenvinilo (EVA), etileno-co-acetato de vinilo-co-ácido acrílico, etileno-co-acetato de vinilo-co-ácido metacrílico, etileno-co-acetato de vinilo-co-alcohol vinílico, copolímeros de acetato de vinilo-etileno carboxilados, alcohol etilenvinílico (EVOH), alcohol polivinílico, polivinilbutiral-co-alcohol vinílico, acetato de polivinilo-co-alcohol vinílico.

14. Una mezcla fibrosa que comprende fibras de material lignocelulósico y semillas de plantas desfibradas, en donde la relación ponderal de material lignocelulósico respecto a semillas de plantas está comprendida entre 40:60 y 99:1 y preferentemente entre 80:20 y 95:5.
- 5 15. Un material compuesto lignocelulósico a base de fibra que comprende una mezcla fibrosa según la reivindicación 14 y una resina, formando la mezcla fibrosa un refuerzo y adhesivo para dicho material compuesto lignocelulósico a base de fibra y la resina en una forma curada, que forma o es parte de una matriz de dicho material compuesto lignocelulósico a base de fibra.
- 10 16. Un panel de tablero de fibra hecho de material compuesto lignocelulósico a base de fibra según la reivindicación 15.

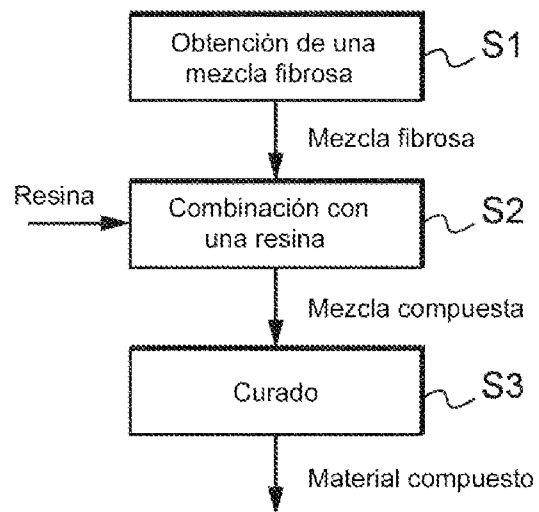


Fig. 1

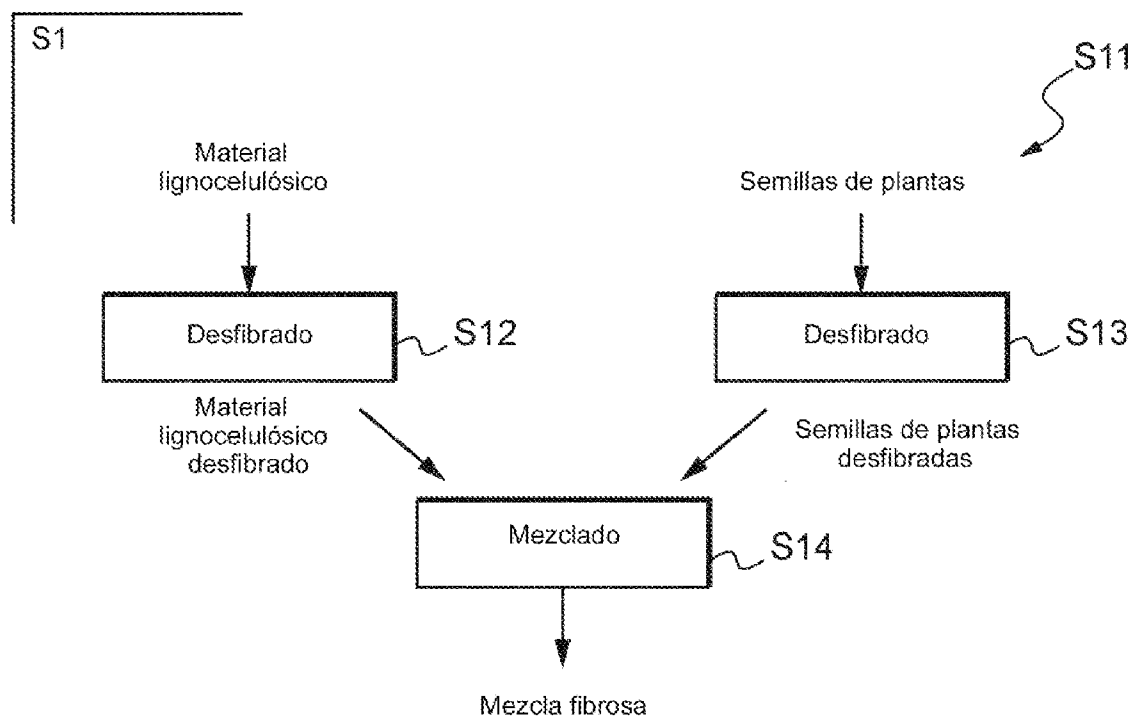


Fig. 2

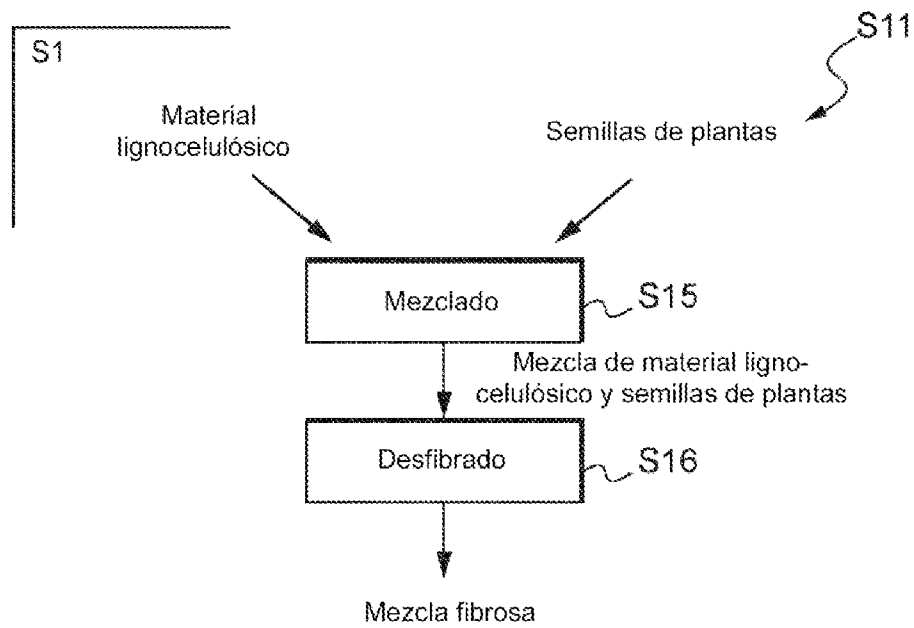


Fig. 3

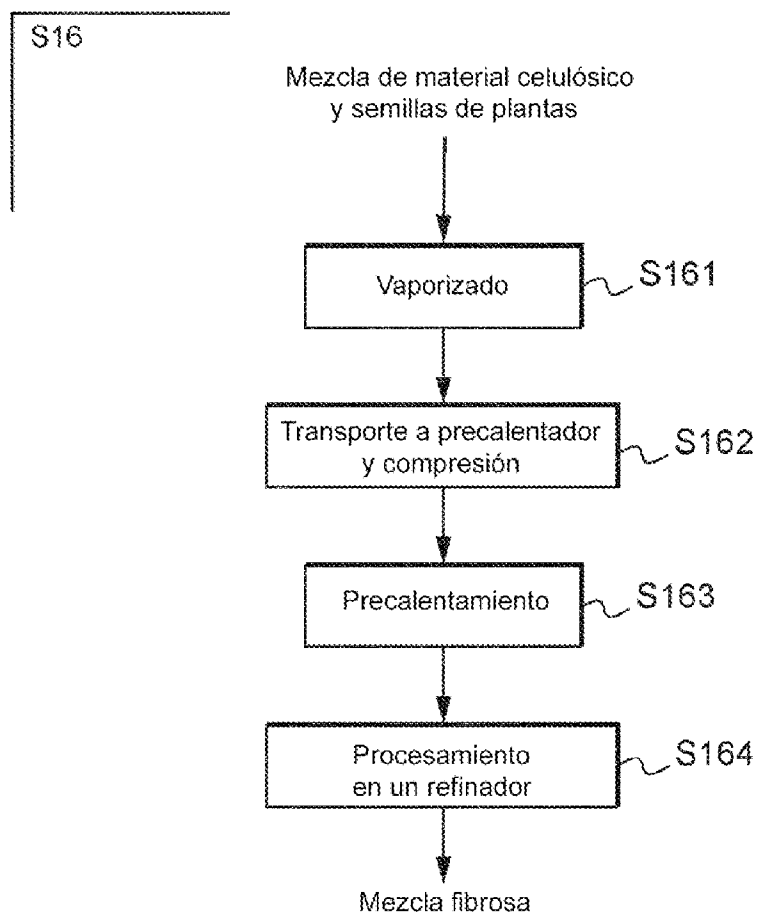


Fig. 4

S16

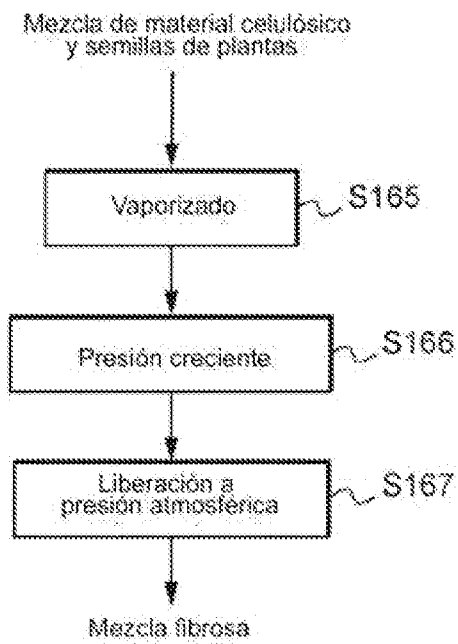


Fig. 5

S3

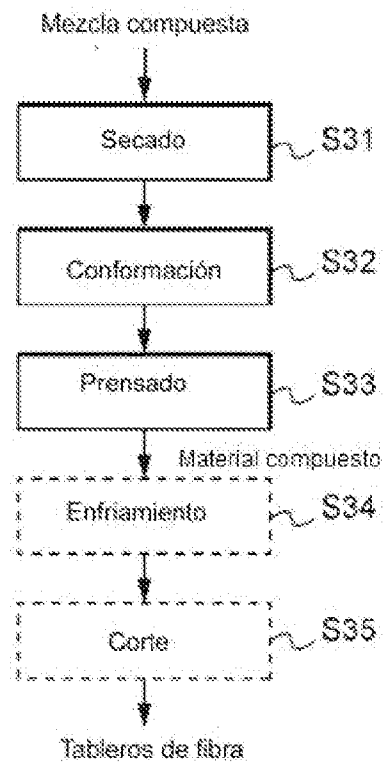


Fig. 6