



Aplicación do método Eurogem en Galicia para a obtención de resina de calidade (AC2021L-01)



I. DESCRIPCIÓN DOS ENSAIOS DESENVOLTOS

O Centro de Investigación Forestal de Lourizán como membro solicitante e encargado da coordinación da acción de cooperación levou a cabo a análise dos datos procedentes da parcela de investigación do Monte Veciñal en Man Común de Godos (Caldas de Reis, Pontevedra) cós seguintes ensaios:

- Ensaio 1.

O método utilizado foi o Método de Pica Circular Mecanizada (PCM), co fin de mellorar a competitividade das producións de resina dos piñeirais, iniciouse a comezos de ano co replanteo da parcela repartidos en 3 bloques aleatorizados e con 3 tratamentos. A parcela contou con 20 árbores por tratamento e por bloque, 60 árbores por bloque e 180 árbores en total, nunha parcela de aproximadamente unha hectárea.

As labores de resinación propiamente ditas duraron 120 días, de xuño a setembro, realizando 8 entalladuras circulares mecanizadas, coa colocación do correspondente implante, paralelas de dúas en dúas e en sentido ascendente, con 14 días entre pica.



- Ensaio 2.

Leváronse a cabo a utilización de tres tratamentos: Control, pasta ASACIF, ASBENCIF e ASBENCIF+. Buscouse un estimulante orgánico que aumentase a produción de oleoresina en envase pechado a curto prazo e que permitira poñerlle a etiqueta "ECO" ao non levar ningún ácido inorgánico, e así ter mercado na industria cosmética ou farmacéutica que puidera ser destinada a uso humano e animal.

- Ensaio 3.

As producións medíronse por diferenza do peso de cada bolsa en cada entalladura mediante pesadas da produción parcial e total coa axuda dun dinamómetro. Comparáronse as producións obtidas cos diferentes estimulantes neste método de extracción utilizado.



- Ensaio 4.

Levou a analizar a laboratorio a resina producida co método de PCM para determinar a súa composición. Pretendíase estudar as posibilidades que ten este bioproducto para a formulación de compostos de uso humano ou animal mediante a aplicación de estimulantes orgánicos eco compatibles conservando todos os compostos volátiles.

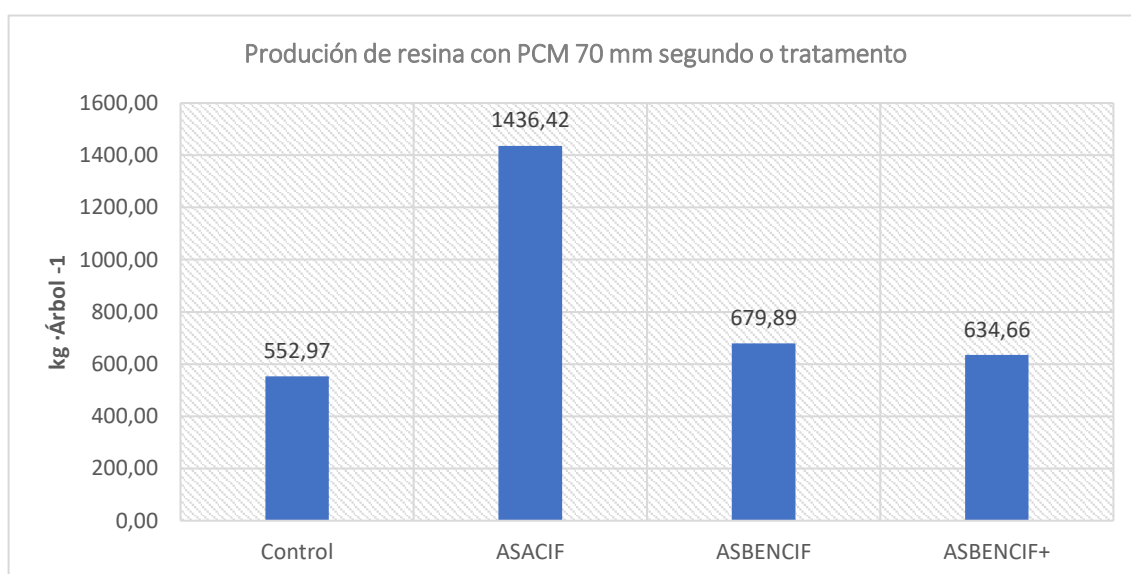
II. RESULTADOS OBTIDOS

Entre os moitos resultados obtidos dos ensaios levados a cabo polo socios cooperantes desta acción de cooperación podemos detallar como pautas a seguir para os futuros traballos resineros:

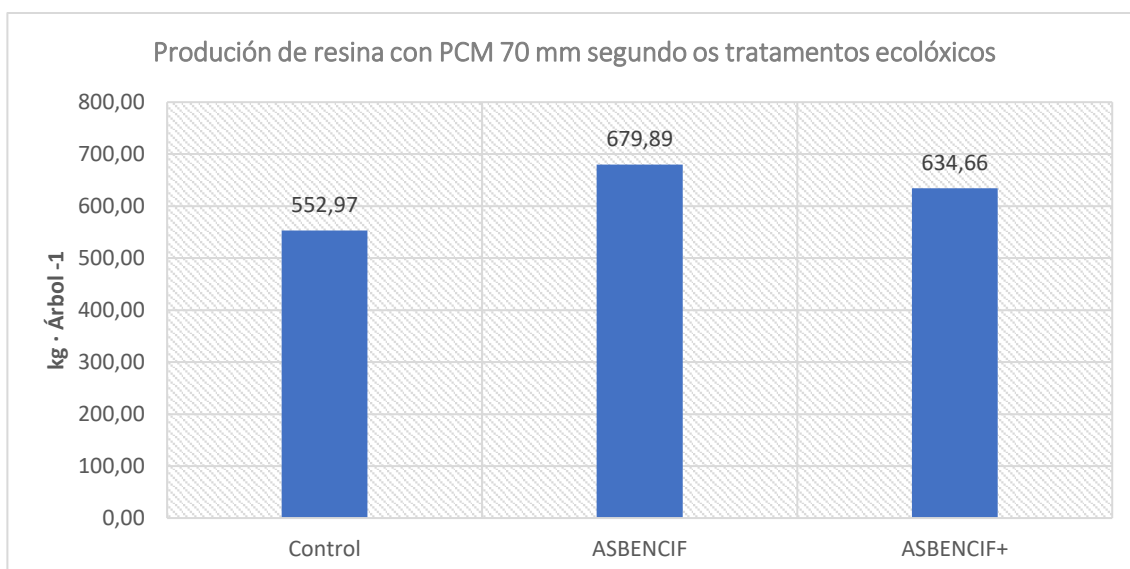
- Respecto as pastas estimulantes estudadas, a pasta ASACIF foi a de maiores producións.
- Respecto as pastas estimulantes ecolóxicas, a pasta ASBENCIF foi a máis produtiva.
- O período de picas debese establecer a 14 días, sendo o máis viable produtivamente. Coa broca forstner logrónse os mellores resultados no que se refire ao desempeño do traballo xa que se conseguen perfectamente os obxectivos de profundidade.

- A localización da parcela é un factor importante a ter en conta, xa que produce moita variabilidade na produción de resina das masas de pinos.
- Na análise da augarrás, algunhas mostras presentaron valores próximos ao 90% de Alpha-pinenos e Betapinenos, o que resulta interesante estudar a nivel industrial para o seu uso específico sen necesidade dunha segunda destilación. Nas mostras extraídas con pasta ASACIF, a augarrás presenta unha porcentaxe de Beta-pineno menor ao esperable, sendo o sumatorio co Alpha-pineno inferior ao 90%, o que implica un rendemento algo menor na rectificación industrial.
- A pasta ASBENCIF PLUS produce miera cun menor rendemento en canto á cantidade de augarrás e colofonia aproveitables industrialmente. Non obstante, presenta valores de cristalización baixos, sendo unha vantaxe para o seu emprego en múltiples aplicacións industriais. Sucede ao contrario coas mostras extraídas con ASACIF debido aos seus valores de cristalización anormalmente altos.

En termos de produción a pasta ASACIF foi superior, producindo máis do dobre que o resto de tratamentos.



Así mesmo, mostramos a produción obtida na PCM coas diferentes pastas ecolóxicas utilizadas, onde se mostra que non existe unha diferenza significativa coa pasta ASBENCIF e ASBENCIF+, sendo a ASBENCIF lixeiramente superior.



Aspectos a mellorar ou corrixir:

- Na PCM comprobouse que a árbore segue resinando tempo despois de extraer o aplique ao acabar a pica desa quenda, isto provoca un desperdicio de resina que se debe aproveitar para mellorar a produción. Isto non pasa cos eco-estimulantes xa que as árbores conseguen selar antes a ferida.
- Tamén viuse que cando as picas circulares están xuntas paralelamente, o estimulante corre cara á pica que xa foi resinada, provocando que esta continúe segregando resina. Tampouco pasa cós eco-estimulantes.

III. ANÁLISES NO LABORATORIO DAS MOSTRAS DE RESINA

• Análise no laboratorio da resina da AC21:

A análise da resina levouna a cabo a empresa Resinas Naturales S.L, en Segovia. Presentáronse as mostras etiquetadas nas bolsas de plástico.

METODOLOXÍA E LIMITACIÓNS DO MÉTODO

As mostras son homoxeneizadas de forma manual con tracción mecánica e baño térmico a 60 °C dentro da bolsa.

De cada bolsa tómase unha alícuota e sométese a un proceso de microdestilación por arrastre de vapor con temperatura controlada e arrastre a presión de 2 bar máximo. De aquí extráense valores robustos de porcentaxe de trementina, auga e colofonia. Deste punto estímase os rendementos máximos en aproveitables de cada produto a nivel industrial.

A colofonia analízase nas súas variables principais de interese industrial. Isto é análise de punto de rebrandecemento, acidez e cor.

O augarrás é sometido a unha análise de cromatografía con detector FID para determinar o seu perfil cromatográfico. Determínase a concentración de alfa pineno e beta pineno, que son os compoñentes de maior interese a escala industrial.

RECEPCIÓN DAS MOSTRAS E MICRODESTILACIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR

Os resultados das microdestilacións por arrastre de vapor veñen recollidas na seguinte táboa.

MOSTRA	COLOFONIA (%)	AUGARRÁS (%)	AUGA (%)	RELACIÓN COLOFONIA/AGARRÁS
GODOS 21 CITRIGEL 161	68,4	26,8	4,8	2,56
GODOS 21 REYJAP 144	51,8	21,5	26,7	2,41
GODOS 21 CONTROL 201	65,0	22,8	12,2	2,85
GODOS 21 ASADIF 139	65,1	20,3	14,6	3,20
GODOS-21-CITRIGEL-170	64,1	26,2	9,7	2,45

Como se comproba, a cantidade de auga móvese nun rango moi amplo. Practicamente tódalas mostras conteñen unha porcentaxe de auga superior ao habitual en miera recollida en pote.

Desde o departamento de Calidade de Sociedade de Resinas Naturais S.L. a tese máis probable é que as bolsas aceptasen auga extra que non é inherente da composición da miera. Auga de escorrentía do tronco do piñeiro ou choiva directamente.

ANÁLISE DAS VARIABLES MACROSCÓPICAS DA COLOFONIA

A colofonia analizada resultante da microdestilación foi sometida a unha batería de ensaios típicos de punto de rebrandecemento (de agora en adiante PR), acidez e cor de acordo ás normas habituais. Os resultados dos ensaios veñen recollidos na seguinte táboa:

MOSTRA	COR (ESCALA GARDNER)	PUNTO DE REBRANDECEMENTO (°C)	ACIDEZ (mgKOH/gmuestra)
GODOS 21 CITRIGEL 161	3,5	75°C	166
GODOS 21 REYJAP 144	6,7	76°C	167
GODOS 21 CONTROL 201	4,7	70°C	176
GODOS 21 ASADIF 139	4	78°C	169
GODOS-21-CITRIGEL-170	4,5	77°C	168

MOSTRA	ROTACIÓN (°C)
GODOS 21 CITRIGEL 161	0,15
GODOS 21 REYJAP 144	-33,17
GODOS 21 CONTROL 201	-42,31
GODOS 21 ASADIF 139	-42,94
GODOS-21-CITRIGEL-170	-39,24

ANÁLISE DO PERFIL DE COMPOSICIÓN DA AUGARRÁS

Nesta etapa tense especial interese en identificar o alfa pineno e beta pineno.

En paralelo, sométense as mostras de augarrás a unha batería de análise de CG-MS a fin de identificar os analitos maioritarios. O obxectivo desta proba é buscar analitos interferentes que poidan dar lugar a problemas no downstream por estar prohibidos nalgunha aplicación ou uso de acordo ás normativas aplicables nos principais campos nos que se usa a trementina ou derivados.

Resulta especialmente rechamante a presenza de tolueno nas mostras de GODOS 21 CITRIGEL 161, GODOS 21 REYJAP 144, GODOS 21 CONTROL 201, GODOS 21 ASADIF 139. O tolueno é un interferente que non pode ser subministrado ao cliente. A concentración varía desde un 0.05% a un 0.5%. É un analito que nunca se atopou no augarrás natural procedente do piñeiro.

Podería deberse á contaminación cruzada no laboratorio ou a algunha reacción química na bolsa. Desde Sociedade de Resinas Naturais S.L. non se puido determinar a orixe dese tolueno, xa que non había en moitos casos suficiente mostra como para repetir os ensaios en matraces que non fosen lavados con tolueno.

En calquera caso, as sumas de alfa e beta pineno teñen o seu mínimo en 88% e a moda está por encima de 90%.

- **Análise no laboratorio da resina da AC22:**

Os resultados das microdestilacións por arrastre de vapor veñen recollidas na seguinte táboa:

Nº MICRO	NOMBRE MUESTRA	% COLOFONIA	% AGUARRÁS	% AGUA	% COLOFONIA/ % AGUARRÁS
Lourizan_1_23	67-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	36,2	12,33	51,47	2,94
Lourizan_2_23	78-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	53,74	27,98	18,28	1,92
Lourizan_3_23	147-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	55,67	25,95	18,38	2,15
Lourizan_4_23	136-GODOS-2022-ASACIF	56,81	36,63	6,56	1,55
Lourizan_5_23	177-GODOS-2022-ASACIF	56,38	37,14	6,53	1,52
Lourizan_6_23	114-GODOS-2022-CONTROL	60,99	34,95	4,06	1,75
Lourizan_7_23	195-GODOS-2022-CONTROL	60,24	35,24	4,52	1,71
Lourizan_8_23	90-GODOS-2022-ASBENCIF	61,3	32,22	6,48	1,90
Lourizan_9_23	88-GODOS-2022-ASBENCIF	59,32	38,44	2,24	1,54
Lourizan_10_23	160-GODOS-2022-ASBENCIF	55,46	29,02	15,52	1,91
Lourizan_11_23	24-GODOS-2022-ASACIF	58,28	37,43	4,29	1,56

Tódalas mostras presentaban restos de pino. Durante o proceso de destilación tívose que aumentar a temperatura habitual para conseguir extraer toda a augarrás. No caso da mostra Lourizan_1_23 os resultados son anómalos debido á perda de líquido por fuga da bolsa.

ANÁLISES DAS VARIABLES MACROSCÓPICAS DA COLOFONIA

A colofonia analizada resultante da microdestilación foi sometida a unha batería de ensaios típicos de punto de rebrandecemento (de agora en adiante PR), acidez e cor de acordo ás normas habituais.

Os resultados dos ensaios veñen recollidos na seguinte táboa:

Nº MICRO	NOMBRE MUESTRA	PR (°C)	COLOR GADNER	ACIDEZ (mgKOH/gMuestra)
Lourizan_1_23	67-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	83,0	4,3	166,00
Lourizan_2_23	78-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	78,0	5,70	168,00
Lourizan_3_23	147-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	76,0	6,10	169,00
Lourizan_4_23	136-GODOS-2022-ASACIF	81,5	6,40	169,00
Lourizan_5_23	177-GODOS-2022-ASACIF	79,0	5,80	170,00
Lourizan_6_23	114-GODOS-2022-CONTROL	77,5	7,40	172,00
Lourizan_7_23	195-GODOS-2022-CONTROL	81,0	4,80	172,00
Lourizan_8_23	90-GODOS-2022-ASBENCIF	83,0	6,40	173,00
Lourizan_9_23	88-GODOS-2022-ASBENCIF	81,5	6,60	168,00
Lourizan_10_23	160-GODOS-2022-ASBENCIF	80,0	5,20	170,00
Lourizan_11_23	24-GODOS-2022-ASACIF	77	3,80	165,00

Os resultados das distintas trementinas derivadas das distintas mostras veñen recollidos na seguinte táboa xunto coas porcentaxes dos principais compoñentes de interese para segundas transformacións na industria:

Nº MICRO	NOMBRE MUESTRA	%ALPHA	%BETA	ROTACIÓN
Lourizan_1_23	67-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	88,35	3,51	-41,62
Lourizan_2_23	78-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	73,19	14,55	-36,24
Lourizan_3_23	147-GODOS-2022-ASBENCIF PLUS	71,79	19,43	-37,14
Lourizan_4_23	136-GODOS-2022-ASACIF	75,33	11,35	-39,71
Lourizan_5_23	177-GODOS-2022-ASACIF	76,32	8,08	-38,84
Lourizan_6_23	114-GODOS-2022-CONTROL	83,15	9,91	-40,81
Lourizan_7_23	195-GODOS-2022-CONTROL	86,85	3,22	-40,46
Lourizan_8_23	90-GODOS-2022-ASBENCIF	76,19	11,59	-36,65
Lourizan_9_23	88-GODOS-2022-ASBENCIF	68,24	22,42	-34,10
Lourizan_10_23	160-GODOS-2022-ASBENCIF	80,20	6,90	-27,86
Lourizan_11_23	24-GODOS-2022-ASACIF	72,51	12,00	-37,75

ANÁLISES DO PERFIL DE COMPOSICIÓN DA AUGARRÁS

A augarrás obtida por microdestilación de arrastre de vapor analízase por cromatografía CG-FID para cuantificar de forma pseudo cuantitativa os analitos maioritarios. Nesta etapa tense especial interese en identificar o alfa pineno e beta pineno.

CONCLUSIÓNS DAS ANÁLISES DAS MOSTRAS AC21 E AC22

Análise no laboratorio da resina da AC21:

- A tolerancia nas porcentaxes de auga é demasiado grande como para imputalo á variabilidade natural do piñeiro. Valores por encima do 12% de auga non son típicos.
- Tódalas colofonias teñen unha porcentaxe de acedos resínicos da familia do abiético aceptable. Isto tradúcese en baixas cores, PRs moderados e acidez aceptable.
- A mostra REYJAP 144 devolve valores de rotación que en ningún caso pode corresponderse cun piñeiro Pinaster. A rotación positiva exclúe a explotación extensiva desta variedade.
- Ningunha augarrás mostrou tolueno na súa composición ata a data. Catro das cinco mostras enviadas presentan tolueno. Podería deberse a un problema de contaminación cruzada no laboratorio de Sociedade de Resinas Naturais ou a algunha reacción lateral das pastas estimulantes ou das bolsas. A presenza de tolueno na augarrás é un problema potencial no downstream do proceso.
- As composicións das trementinas presentan concentracións razoables de alfa e beta pineno. Son interesantes desde o punto de vista industrial.

Análise no laboratorio da resina da AC22:

- Os resultados da mostra Lourizan_1_23 hai que tratalos con reservas ao existir unha fuga.
- Das proporcións obtidas nas microdestilacións podemos deducir unha boa porcentaxe de aproveitamento para colofonia e augarrás.
- As seguintes mostras presentan unha porcentaxe de auga na miera superior ao desexable (como xa expuxemos, a mostra Lourizan_1_23, non presenta valores fiables debido á fuga sufrida).
- As mostras presentadas conteñen na súa composición unha porcentaxe moi elevada de Alpha pineno e moi baixo en Beta pineno, o que podería ser interesante estudar para usos específicos sen necesidade dunha segunda destilación.
- O resto das mostras de trementinas presentan concentracións razoables de alfa e beta pineno, interesantes en relación á industria.

CONTRA ANÁLISE DOUTRO LABORATORIO

No estudo realizado nas mostras de 2021 detectouse tolueno na augarrás obtida nas microdestilacións procedentes das mostras enviadas polo CIF Lourizán. Pola súa conta, a Sociedad de Resinas Naturales fixo unha contra-análise para confirmar a inexistencia de tolueno nas mostras, e para comprobar que o método

de extracción da miera é seguro ante a contaminación non desexada, evitando a contaminación cruzada nos procesos de laboratorio. Esta contra-análise fíxose a través dos laboratorios da Universidade de Valladolid resultando negativa a presenza de tolueno nas citadas mostras.

Realizouse unha análise comparativo por cromatografía dos parámetros obtidos para cada grupo de mostras comparándoos cos obtidos para unha mostra de miera de pino pinaster "PATRÓN".

CONCLUSIÓNS

- A inexistencia de tolueno demostra que o proceso extractivo da miera é seguro, sen ningunha interferencia relevante na obtención do produto. Polo tanto, o uso dos materiais empregados para a extracción e almacenamento da miera é seguro ante o uso industrial da miera.
- Obsérvase unha maior proporción de auga nas mostras procedentes de Lourizán comparadas coa mostra "PATRÓN", inda que non resulta significativo xa que pode deberse a causas ambientais, excepto para as mostras de "ASBENCIF PLUS" (arredor do 18%). Nestas mostras, obteríase ademais unha miera con menor rendemento en canto á cantidade de augarrás e colofonia aproveitables industrialmente. Isto, na comercialización desta miera faina menos rendible para posibles compradores.
- A augarrás obtida nas mostras de miera presenta un perfil cromatográfico típico de augarrás pinaster, con certa variación nas porcentaxes dos analitos maioritarios, que se poden deber a diferentes variedades de *Pinus pinaster* ou condicións ambientais ou de extracción distintas. Na composición da augarrás, a maioría das mostras presenta unha suma de Alpha y Beta Pineno entorno ao 90%, o que fainas de gran interese industrial para o uso en rectificación da augarrás. Inda que para as mostras "ASACIF", a augarrás presenta unha porcentaxe de Beta Pineno menor ao esperable se temos en conta o baixo da porcentaxe de Alpha. O sumatorio está por baixo do 90%, o que implicaría un rendemento algo menor na rectificación industrial.
- A maioría dos parámetros de caracterización das colofonías analizadas no laboratorio nos reportan resultados aproximados aos da colofonia pinaster, con lixeiras variacións. A única diferenza significativa nos valores característicos se atopa na cristalización. As mostras "ASBENCIF PLUS" presentan cristalizacións baixas, o que representa unha vantaxe para a súa utilización en múltiples aplicacións industriais. Nas mostra "ASACIF" os valores de cristalización son anormalmente altos, o que limita seus usos para certas aplicacións industriais. Deberíase considerar este inconveniente xa que restrinxen os usos desta sustancia.

IV. DIVULGACIÓN da acción de cooperación nas xornadas técnicas na semana forestal da facultade de Enxeñería Forestal de Pontevedra

O mércores día 29 de marzo de 2023, con motivo da celebración da semana de divulgación de actividades forestais na facultade de Enxeñería forestal de Pontevedra, o Centro de Investigación Forestal de Lourizán levou a cabo a xornada técnica de transferencia do coñecemento sobre as experiencias obtidas de resinación para o programa de acción de cooperación das anualidades 2021-2022.

A facultade de Forestais de Pontevedra cedeu un espazo para a realización desta divulgación dos ensaios realizados e que contaron cunha duración de dúas horas e media. As charlas as levaron a cabo Alberto García e Enrique Pereira e dividíronse en conferencias teóricas máis unha realización práctica das experiencias.

Dende o CIF de Lourizán, aportouse material divulgativo sobre os ensaios realizados na acción de cooperación a todos os participantes presentes (carpetillas con follas para toma de notas, dípticos e bolígrafos).

LUGAR Facultade de Enxeñería Forestal de Pontevedra Campus Universitario da Xunqueira, 36005 Pontevedra INSCRIPCIÓN Inscripción previa e gratuita indicando nome e apelidos, e como asunto "Xornada AC2021L-01" mediante o e-mail: info@lourizan.mr@xunta.gal Aforo limitado: 35 persoas Reserva de prazas por orde de inscrición ORGANIZA Centro de Investigación Forestal de Lourizán AC2021L-01 "APLICACIÓN DO MÉTODO EUROGEM EN GALICIA PARA A OBTENCIÓN DE RESINA DE CALIDADE". COFINANCIADA NUN 75% CO FONDO EUROPEO AGRÍCOLA DE DESENVOLVEMENTO RURAL (FEADER), NO MARCO DO POR DE GALICIA 2014-2020. PROMOVE Consellería do Medio Rural Axencia Galega da Calidade Alimentaria (AGACAL) Departamento de Investigación e Transferencia.	XORNADA TÉCNICA Innovación na resinación en Galicia: Método de Pica Circular Mecanizada e aplicación de eco-estimulantes AC2021L-01  Mércores 29 de marzo de 2023 ás 16:00h CIF de Lourizán
--	--

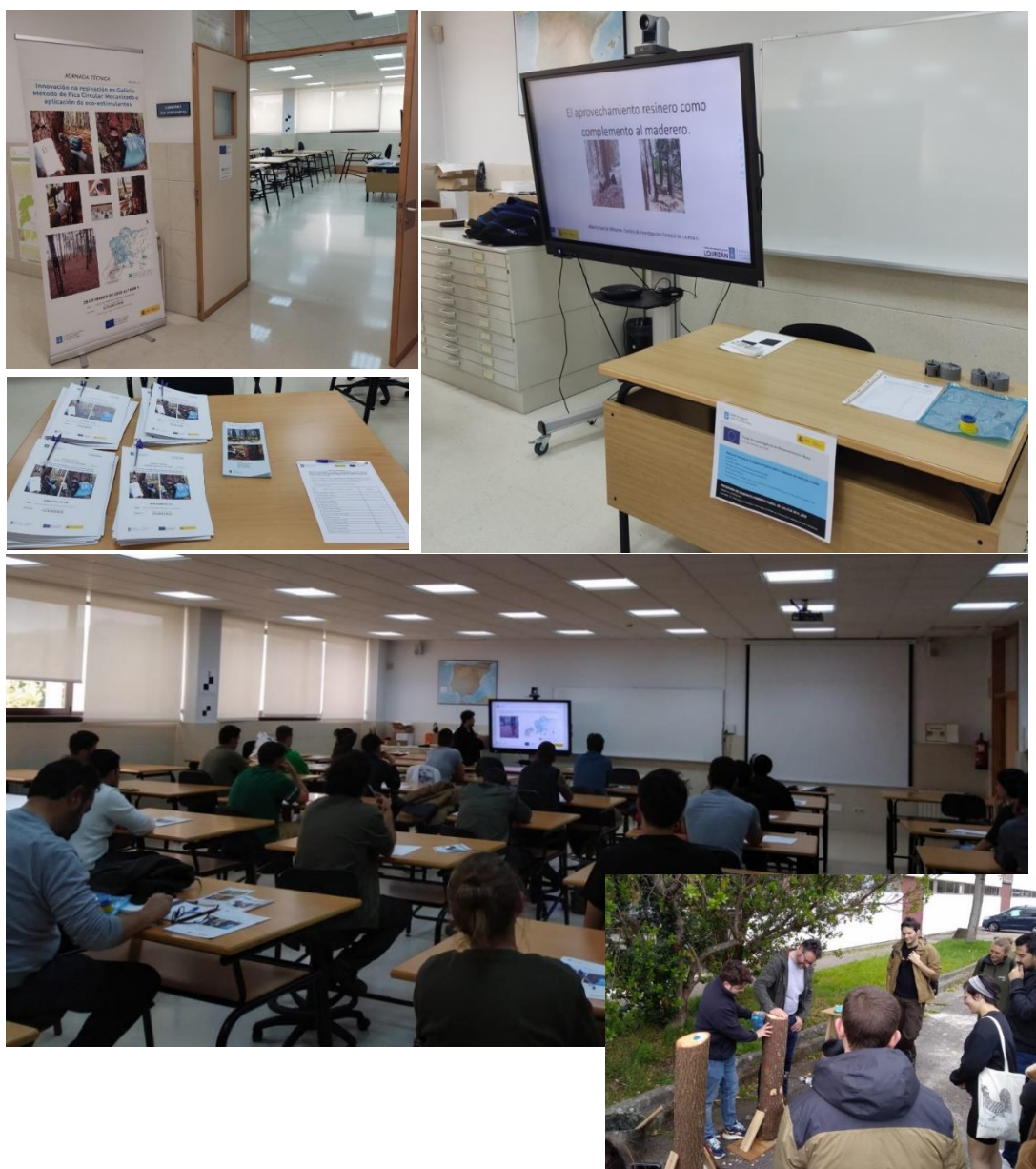





PROGRAMACIÓN DA XORNADA	
16:00 h - PRESENTACIÓN DA XORNADA: Resinación en Galicia. Investigacións do CIF de Lourizán Alberto García Méijome (Centro de Investigación Forestal de Lourizán) 16:30 h - O MÉTODO DE RESINACIÓN DE PICA CIRCULAR MECANIZADA E ECO-ESTIMULANTES UTILIZADOS Enrique Pereira Pedreira (Colaborador investigación) 17:00 h - PAUSA 17:30 h - DEMOSTRACIÓN PRÁCTICA DO MÉTODO DE PICA CIRCULAR MECANIZADA Enrique Pereira Pedreira, Alberto García Méijome	DESTINATARIOS Mulleres e mozos agricultores Membros de comunidades de montes veciñais en man común Propietarios/as forestais Representantes da industria forestal Traballadores/as en activo e desempregados dos sectores agrícola e forestal 

Na charla teórica expuxéronse os antecedentes históricos da resinación en Galicia xunto cos métodos de extracción de resina máis utilizados actualmente e comprenderon as experiencias dos ensaios realizados en Caldas de Reis, no monte comunal de Godos, expoñendo os resultados obtidos coa Pica Circular Mecanizada utilizando a pasta estimulante ASACIF e dúas pastas ecolóxicas, ASBENCIF e ASBENCIF+.

Na realización da demostración práctica, o CIF de Lourizán amosou ferramentas que se utilizan nos métodos de extracción expostos nas charlas previas e tamén dispúxose de dúas trozas de pino para unha demostración práctica no que puideron participar os asistentes á xornada.



ANEXO VII - B

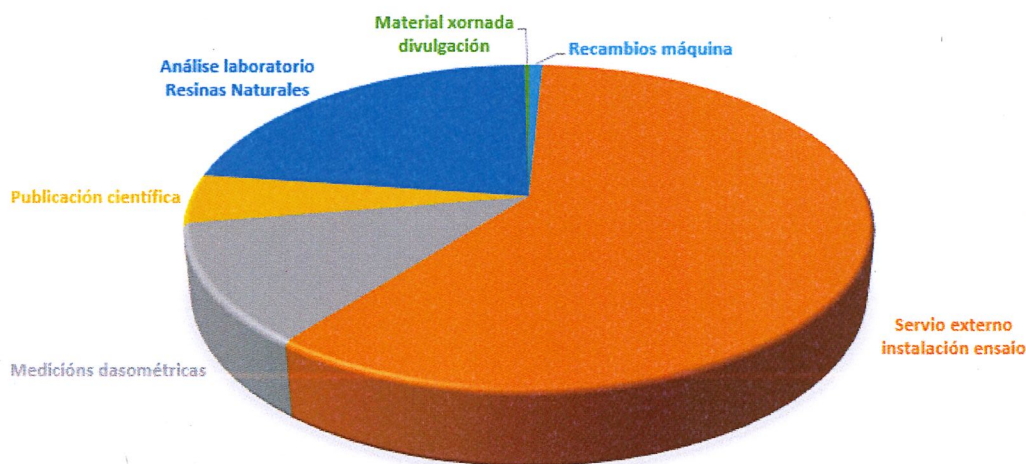
V. DIVULGACIÓN CIENTÍFICA

Realizouse a publicación do artigo "*Resin-tapping production in Pinus pinaster Ait. stands in Galicia (NW Spain): effects of location, number of faces, wound width and production year*" na revista MDPI. Autores: Alberto García-Méijome, Ma José Rozados Lorenzo, Edgar Fernandez Blanco, Enrique Martínez Chamorro, Esteban Gómez-García.

VI. RESUMO DE GASTOS E INVESTIMENTOS REALIZADOS

ORZAMENTO APROBADO: 66.804,00 EUROS

INVESTIMENTO REALIZADO: 41.946,88 EUROS

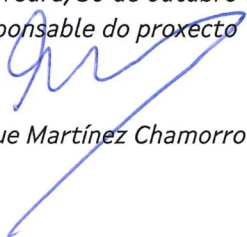


Neste proxecto foi necesaria a colaboración dun servizo externo ligado ao sector primario da produción de resina, Resinas Fernández, que xunto coa dirección e apoio do persoal do CIF Lourizán desenvolveu as tarefas relacionados coa montaxe do ensaio experimental, e especialmente os traballos de extracción de resina e de rexistro das producións obtidas. A súa participación axudou tamén a establecer o ensaio de investigación no Monte Veciñal en Man Común de Godos (Caldas de Reis, Pontevedra).

Sociedad de Resinas Naturales foi considerado AXENTE COOPERANTE xunto co CIF Lourizán, cuxas funcións estiveron relacionadas coa análise no laboratorio da resina extraída co método EUROGEM nos ensaios establecidos polo CIF Lourizán.

Pontevedra, 30 de outubro de 2023

O responsable do proxecto


Enrique Martínez Chamorro