



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **3 004 580**

(51) Int. Cl.:  
**C08H 7/00**  
(2011.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.12.2020 PCT/EP2020/088062**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **07.10.2021 WO21197662**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.12.2020 E 20841962 (2)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.10.2024 EP 4127028**

---

(54) Título: **Composición de aglutinante acuoso**

(30) Prioridad:

**03.04.2020 WO PCT/EP2020/059651**

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

**12.03.2025**

(73) Titular/es:

**ROCKWOOL A/S (100.00%)  
Hovedgaden 584  
2640 Hedehusene, DK**

(72) Inventor/es:

**BARTNIK JOHANSSON, DORTE y  
NIKOLIC, MIROSLAV**

(74) Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

**ES 3 004 580 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**

Composición de aglutinante acuoso

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una composición de aglutinante acuoso para fibras minerales, a un método para producir un producto de fibra mineral unida usando dicho aglutinante, a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con un aglutinante curado y al uso de un componente de lignina para la preparación de una composición de aglutinante.

**Antecedentes de la invención**

Los productos de fibra mineral comprenden generalmente fibras vítreas artificiales (FVA) tales como, p. ej., fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, lana de escoria, lana mineral y lana de piedra, que se unen entre sí mediante un material aglutinante polimérico termoestable curado. Para su uso como productos de aislamiento térmico o acústico, se producen generalmente esteras de fibras minerales unidas convirtiendo una masa fundida compuesta por materias primas adecuadas en fibras de manera convencional, por ejemplo, mediante proceso con copa de hilatura o mediante proceso con rotor en cascada. Las fibras se insuflan al interior de una cámara de conformación y, mientras se transportan por el aire y mientras están calientes, se pulverizan con una disolución de aglutinante y se depositan al azar como una estera o una banda sobre un transportador en desplazamiento. La estera de fibra se transfiere entonces a un horno de curado donde se insufla aire calentado a través de la estera para curar el aglutinante y unir de manera rígida las fibras minerales entre sí.

En el pasado, las resinas aglutinantes de elección eran resinas de fenol-formaldehído que pueden producirse económicamente y pueden extenderse con urea antes de su uso como aglutinante. Sin embargo, la legislación existente y propuesta dirigida a la reducción o eliminación de las emisiones de formaldehído han llevado al desarrollo de aglutinantes extensos de formaldehído tales como, por ejemplo, las composiciones de aglutinante basadas en polímeros de policarboxilo y polioles o poliaminas, tal como se describe en los documentos EP-A-583086, EP-A-990727, EP-A-1741726, US-A-5,318,990 y US-A-2007/0173588.

Otro grupo de aglutinantes sin fenol-formaldehído son los productos de reacción de adición/eliminación de anhídridos alifáticos y/o aromáticos con alcanolaminas, por ejemplo, tal como se describe en los documentos WO 99/36368, WO 01/05725, WO 01/96460, WO 02/06178, WO 2004/007615 y WO 2006/061249. Estas composiciones de aglutinante son solubles en agua y presentan excelentes propiedades de unión en términos de velocidad de curado y densidad de curado. La patente WO 2008/023032 expone aglutinantes modificados con urea del tipo que proporcionan productos de lana mineral que tienen una absorción de humedad reducida.

Puesto que algunos de los materiales de partida usados en la producción de estos aglutinantes son productos químicos bastante caros, existe la necesidad continuada de proporcionar aglutinantes exentos de formaldehído que se produzcan de manera económica.

Un efecto adicional vinculado a las composiciones de aglutinante acuoso conocidas previamente para las fibras minerales es que al menos la mayoría de los materiales de partida usados para las producciones de estos aglutinantes proceden de combustibles fósiles. Existe una tendencia continuada de los consumidores a preferir productos que se producen totalmente o al menos parcialmente a partir de materiales renovables y existe, por lo tanto, la necesidad de proporcionar aglutinantes para lana mineral que se produzcan, al menos parcialmente, a partir de materiales renovables.

Un efecto adicional vinculado a las composiciones de aglutinante acuoso conocidas previamente para las fibras minerales es que implican componentes que son corrosivos y/o perniciosos. Esto requiere medidas protectoras para la maquinaria implicada en la producción de productos de lana mineral para impedir la corrosión y también requiere medidas de seguridad para las personas que manejan esta maquinaria. Esto conduce a costes aumentados y problemas de salud y, por tanto, existe la necesidad de proporcionar composiciones de aglutinante para fibras minerales con un contenido reducido de materiales corrosivos y/o perniciosos.

Recientemente, se ha proporcionado un número de aglutinantes para fibras minerales, que en gran medida se basan en materiales de partida renovables. En muchos casos, estos aglutinantes basados en gran medida en recursos renovables también están exentos de formaldehído.

Sin embargo, muchos de estos aglutinantes siguen siendo comparativamente caros porque se basan en materiales básicos comparativamente caros.

Mientras tanto, se han proporcionado aglutinantes para fibras minerales, que se basan en componentes de lignina que se han oxidado para hacerlos adecuados como componentes de una composición de aglutinante para lana mineral. Si bien estos aglutinantes para lana mineral basados en ligninas preoxidadas logran muy buenas propiedades de unión, la preparación de dichos aglutinantes aún requiere la etapa adicional de oxidar los componentes de lignina

antes de que se puedan usar como componentes para las composiciones de aglutinante. Esta etapa de preoxidación necesaria para utilizar los componentes de lignina complica el proceso de producción de dichos aglutinantes hasta cierto punto al aumentar el tiempo de reacción, reducir la producción y aumentar los costes de dichos aglutinantes debido al coste adicional de las materias primas, el equipo de proceso y la dotación de personal.

5 La patente EP 3632866 A1 se refiere a una composición de aglutinante acuoso para fibras minerales que comprende ligninas oxidadas, reticulantes y plastificantes, y a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con el aglutinante curado. La patente WO 2016/120575 A1 se refiere a un aglutinante acuoso para fibras minerales, comprendiendo dicho aglutinante lignosulfonato de amonio o una sal de metal alcalino o una sal de metal alcalinotérreo de ácido lignosulfónico; y al menos un compuesto carbonílico particular, y esteras de fibra mineral basadas en el mismo. La patente US 2018/009708 A1 se refiere a una composición de encolado para productos aislantes, que comprende lignosulfonato de amonio o una sal de metal alcalino o una sal de metal alcalinotérreo de ácido lignosulfónico; y al menos un compuesto carbonílico particular y productos aislantes a base de lana mineral y la composición de encolado. La patente WO 2012/172262 A1 se refiere a una composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral, que comprende una sal de ácido lignosulfónico, un oligosacárido, un catalizador de reticulación y los productos aislantes correspondientes.

10 La patente US 2018/009708 A1 se refiere a una composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral, que incluye lignosulfonato de amonio o una sal de metal alcalino o una sal de metal alcalinotérreo de ácido lignosulfónico, y al menos un compuesto carbonílico particular. La patente WO 2012/172252 A1 se refiere a un aglutinante acuoso para fibras minerales, que comprende una sal de ácido lignosulfónico; un oligosacárido; y un catalizador de reticulación seleccionado de entre compuestos que contienen fósforo y sulfatos. La patente WO 2012/172262 A1 se refiere a una composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral, que comprende una sal de ácido lignosulfónico; un oligosacárido; y un catalizador de reticulación seleccionado de entre compuestos que contienen fósforo y sulfatos.

### **Resumen de la invención**

20 Por tanto, un objeto de la presente invención era proporcionar una composición de aglutinante que sea particularmente adecuada para unir fibras minerales, use materiales renovables como materiales de partida, reduzca o elimine materiales corrosivos y/o perniciosos y sea económica y rápida de producir.

25 Un objeto adicional de la presente invención era proporcionar un producto de lana mineral unido con una composición aglutinante de este tipo.

30 Otro objeto de la presente invención era proporcionar un método para fabricar dicho producto de lana mineral.

35 Además, la presente invención proporciona el uso de un componente de lignina para la preparación de una composición de aglutinante para lana mineral.

40 Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de aglutinante acuoso exenta de fenol y formaldehído que tiene un pH de  $\geq 8$  para fibras minerales y que comprende:

- 45 - un componente (i) en forma de una o más ligninas kraft y que tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 0,9 mmol/g, tal como de 0,15 a 0,9 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft;
- un componente (ii) en forma de uno o más reticulantes;
- un componente (iii) en forma de uno o más plastificantes,

50 en donde el componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,4 grupos por macromolécula considerando el promedio en peso  $M_n$  del componente (i),

55 con la condición de que la composición no comprenda un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tengan un peso molecular  $P_m$  de 500 o menos.

Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende la etapa de poner en contacto las fibras minerales con la composición de aglutinante acuoso descrita arriba.

60 Según un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un producto de lana mineral que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada según la presente invención.

65 Según un cuarto aspecto de la presente invención, se proporciona un uso de un componente de lignina en forma de una o más ligninas kraft y que tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 0,9 mmol/g, tal como de 0,15 a 0,9 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft, en donde el componente (i) está en forma de una o más

5 ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,4 grupos por macromolécula teniendo en cuenta el promedio en peso  $M_n$  del componente (i) para la preparación de una  
10 composición de aglutinante exenta de fenol y formaldehído para lana mineral, en donde la composición de aglutinante comprende además un componente (ii) en forma de uno o más reticulantes, y un componente (iii) en forma de uno o más plastificantes, con la condición de que la composición no comprenda un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tengan un peso molecular  $P_m$  de 500 o menos.

10 Los presentes inventores han descubierto, de forma sorprendente, que es posible obtener un producto de lana mineral que comprenda fibras minerales unidas por un aglutinante resultante del curado de una composición de aglutinante, en donde la composición de aglutinante se pueda producir a partir de materiales renovables económicos, en forma de un componente de lignina, que no requiera una etapa de oxidación previa al uso en la composición de aglutinante, en gran medida, no contenga, o contenga únicamente en escasa medida, algún agente corrosivo y/o pernicioso.

#### 15 Descripción de las realizaciones preferidas

15 Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de aglutinante acuoso exenta de fenol y formaldehído que tiene un pH de  $\geq 8$  para fibras minerales y que comprende:

20 - un componente (i) en forma de una o más ligninas kraft y que tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 0,9 mmol/g, tal como de 0,15 a 0,9 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft;

25 - un componente (ii) en forma de uno o más reticulantes;

30 - un componente (iii) en forma de uno o más plastificantes,

35 en donde el componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,4 grupos por macromolécula considerando el promedio en peso  $M_n$  del componente (i),

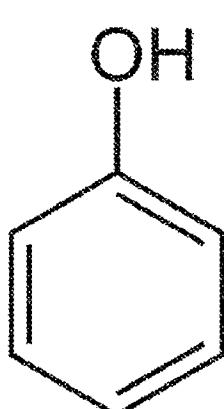
40 con la condición de que la composición no comprenda un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tengan un peso molecular  $P_m$  de 500 o menos.

Los aglutinantes según la presente invención están exentos de formaldehído.

45 Para la finalidad de la presente solicitud, la expresión «exento de formaldehído» se define para caracterizar un producto de lana mineral donde la emisión está por debajo de 5  $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$  de formaldehído procedente del producto de lana mineral, preferiblemente por debajo de 3  $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$ . Preferiblemente, el ensayo se lleva a cabo según la norma ISO 16000 para someter a ensayo las emisiones de aldehído.

50 Los aglutinantes según la presente invención están exentos de fenol.

55 Para la finalidad de la presente solicitud, el término «exento de fenol» se define de tal manera que la composición de aglutinante acuoso sí contiene fenol



60 en una cantidad de  $\leq 0,25\%$  en peso, tal como de  $\leq 0,1\%$  en peso, tal como de  $\leq 0,05\%$  en peso, basado en el peso total de una composición acuosa que tiene un contenido en aglutinante de sólidos secos del 15 % en peso.

En una realización, la composición de aglutinante no contiene formaldehído añadido.

65 En una realización, la composición de aglutinante no contiene fenol añadido.

## Componente (i)

El componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 0,9 mmol/g, tal como de 0,15 a 2,0 mmol/g, tal como de 0,15 a 0,9 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.

La lignina, celulosa y hemicelulosa son los tres compuestos orgánicos principales en la pared celular de una planta. La lignina puede considerarse como el pegamento, que mantiene unidas las fibras de celulosa. La lignina contiene grupos tanto hidrófilos como hidrófobos. Es el segundo polímero natural más abundante en el mundo, solo superado por la celulosa, y se estima que representa hasta el 20-30 % del carbono total contenido en la biomasa, que es más de 1 billón de toneladas globalmente.

La Figura 1 muestra una sección de una posible estructura de lignina.

El proceso kraft introduce grupos tiol, estileno, mientras que permanece algo de carbohidrato. El sulfato de sodio también está presente como una impureza debido a la precipitación de lignina del licor con ácido sulfúrico, pero puede evitarse potencialmente alterando la forma en que se aísla la lignina. El proceso kraft conduce a una alta cantidad de grupos hidroxilo fenólicos, y esta lignina es soluble en agua cuando estos grupos están ionizados (por encima de pH~10).

Las ligninas kraft comerciales tienen generalmente mayor pureza que los lignosulfonatos. El peso molecular promedio en número es de 800-6000 g/mol.

En una realización, el componente (i) tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,15 a 0,6 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.

El componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,4 grupos por macromolécula considerando el promedio en peso  $M_n$  del componente (i), tal como 1,1, tal como menos de 0,7.

En una realización, el componente (i) tiene un contenido de nitrógeno de ≤ 1,2 % en peso, tal como de ≤ 0,5 % en peso, tal como de ≤ 0,3 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).

En una realización, el componente (i) tiene un contenido de grupos OH fenólicos de 2,0 a 5,0 mmol/g, tal como de 2,0 a 4,0 mmol/g, tal como de 2,5 a 3,5 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.

En una realización, el componente (i) tiene un contenido de grupos OH alifáticos de 0,7 a 3,0 mmol/g, tal como de 0,7 a 2,5 mmol/g, tal como de 1,0 a 2,0 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.

En una realización, la composición de aglutinante acuoso comprende el componente (i) en una cantidad del 50 al 98 % en peso, tal como del 65 al 98 % en peso, tal como del 80 al 98 % en peso, basado en el peso seco de los componentes (i), (ii) y (iii).

Para la finalidad de la presente invención, el contenido de los grupos funcionales de lignina se determina usando la RMN  $^{31}\text{P}$  como método de caracterización.

La preparación de la muestra para la RMN  $^{31}\text{P}$  se hizo utilizando 2-cloro-4,4,5,5-tetrametil-1,3,2-dioxafosfolano (TMDP) como reactivo de fosfitilación y colesterol como patrón interno. La integración es de acuerdo con el trabajo de Granata y Argyropoulos (J. Agric. Food Chem. 43:1538-1544.).

Para la finalidad de la presente invención, el peso molecular promedio en número se determina utilizando un detector UV a una longitud de onda de 280 nm con NaOH 0,1 M como eluyente y un conjunto de estándares de sulfonato de poliestireno.

## Componente (ii)

El componente (ii) es en forma de uno o más reticulantes.

En una realización, el componente (ii) comprende, en una realización, uno o más reticulantes seleccionados de reticulantes de  $\beta$ -hidroxialquilamida y/o reticulantes de oxazolina.

Los reticulantes de  $\beta$ -hidroxialquilamida son un agente de curado para las macromoléculas con funcionalidad ácida. Proporciona una red polimérica reticulada dura, duradera, resistente a la corrosión y resistente a disolventes. Se cree que los reticulantes de  $\beta$ -hidroxialquilamida se curan mediante una reacción de esterificación, para formar múltiples enlaces éster. La funcionalidad hidroxilo de los reticulantes de  $\beta$ -hidroxialquilamida debe ser un promedio de al menos 2, preferiblemente mayor que 2, y más preferiblemente 2-4, para obtener una respuesta de curado óptima.

Los reticulantes que contienen grupos oxazolina son polímeros que contienen uno o más grupos oxazolina en cada molécula, y de forma general, los reticulantes que contienen oxazolina pueden obtenerse fácilmente polimerizando un derivado de oxazolina. La patente US 6 818 699 B2 proporciona una descripción para un proceso de este tipo.

5 En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en aminas orgánicas multifuncionales, tales como una alcanolamina, diaminas, tales como hexametildiamina.

En una realización, el componente (ii) es uno o más compuestos epoxídicos que tienen un peso molecular de más de 10 500, tal como un aceite epoxidado basado en triglicéridos de ácidos grasos o en uno o más oligómeros o polímeros flexibles, tal como un polímero basado en acrílico de baja Tg, tal como un polímero basado en vinilo de baja Tg, tal como un poliéster de baja Tg, que contiene grupos funcionales reactivos, tales como grupos carbodiimida, tales como grupos anhídrido, tales como grupos oxazolina, tales como grupos amino, tales como grupos epóxido, tales como grupos  $\beta$ -hidroxialquilamida.

15 En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en polietilenimina, polivinilamina, aminas grasas.

En una realización, el componente (ii) es uno más reticulantes en forma de amidas grasas.

20 En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en dimetoxietanal, glicolaldehído, ácido glioxálico.

En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes seleccionados de entre poliéster polioles, tales como 25 policaprolactona.

25 En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en almidón, almidón modificado, CMC.

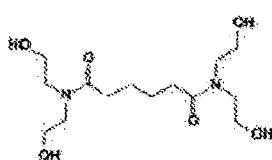
30 En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes en forma de carbodiimidas multifuncionales, tales como carbodiimidas multifuncionales alifáticas.

En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes en forma de aziridinas, tales como CX100, NeoAdd-Pax 521/523.

35 En una realización, el componente (ii) es uno o más reticulantes seleccionados de entre reticulantes basados en melamina, tales como reticulantes basados en hexaquis(metilmethoxy)melamina (HMMM).

Ejemplos de tales compuestos son Picassian XL 701, 702, 725 (Stahl Polymers), tal como ZOLDINE® XL-29SE (Angus Chemical Company), tal como CX300 (DSM), tal como Carbodilite V-02-L2 (Nissinbo Chemical Inc.).

40 En una realización, el componente (ii) es Primid XL552, que tiene la siguiente estructura:



45 El componente (ii) también puede ser cualquier mezcla de los compuestos mencionados anteriormente.

50 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende el componente (ii) en una cantidad del 1 al 50 % en peso, tal como del 4 al 20 % en peso, tal como del 6 al 12 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).

Componente (iii) de la composición de aglutinante

55 Opcional y preferiblemente, la composición de aglutinante puede comprender un componente (iii). El componente (iii) está en forma de uno o más plastificantes.

60 En una realización, el componente (iii) está en forma de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en polioles, tales como carbohidratos, azúcares hidrogenados, tales como sorbitol, eritriol, glicerol, monoetilenglicol, polietilenglicoles, éteres de polietilenglicol, poliéteres, ftalatos y/o ácidos, tales como ácido adípico, ácido vanílico, ácido láctico y/o ácido ferúlico, polímeros acrílicos, alcohol polivinílico, dispersiones de poliuretano, carbonato de

etileno, carbonato de propileno, lactonas, lactamas, lactidas, polímeros basados en acrílico con grupos carboxilo libres y/o dispersiones de poliuretano con grupos carboxilo libres, poliamidas, amidas, tales como carbamida/urea, o cualquier mezcla de los mismos.

- 5 En una realización, el componente (iii) está en forma de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en carbonatos, tales como carbonato de etileno, carbonato de propileno, lactonas, lactamas, lactidas, compuestos con una estructura similar a la lignina, como vanilina, acetosiringona, disolventes utilizados como agentes coalescentes, como éteres de alcohol, alcohol polivinílico.
- 10 En una realización, el componente (iii) es en forma de uno o más plastificantes no reactivos seleccionados del grupo que consiste en polietilenglicoles, éteres de polietilenglicol, poliéteres, azúcares hidrogenados, ftalatos y/u otros ésteres, disolventes utilizados como agentes de coalescencia, como éteres de alcohol, polímeros acrílicos, alcohol polivinílico.
- 15 En una realización, el componente (iii) es uno o más plastificantes reactivos seleccionados del grupo que consiste en carbonatos, tales como carbonato de etileno, carbonato de propileno, lactonas, lactamas, lactidas, ácidos di- o tricarboxílicos, tales como ácido adípico, o ácido láctico, y/o ácido vanílico y/o ácido ferúlico, dispersiones de poliuretano, polímeros basados en acrílico con grupos carboxilo libres, compuestos de una estructura similar a lignina, como vanilina, acetosiringona.
- 20 En una realización, el componente (iii) está en forma de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en alcoholes grasos, monohidroxialcoholes tales como pentanol, alcohol estearílico.
- En una realización, el componente (iii) comprende uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en polietilenglicoles, éteres de polietilenglicol y/o trietanolamina.
- 25 Otro aspecto sorprendente particular de la presente invención es que el uso de plastificantes que tienen un punto de ebullición superior a 100 °C, en particular, de 140 a 320 °C, mejora considerablemente las propiedades mecánicas de los productos de fibra mineral según la presente invención aunque, considerando su punto de ebullición, es probable que estos plastificantes se evaporen, al menos en parte, durante el curado de los aglutinantes en contacto con las fibras minerales.
- 30 En una realización, el componente (iii) comprende uno o más plastificantes que tienen un punto de ebullición superior a 100 °C, tal como de 100 a 380 °C, tal como de 110 a 350 °C, más preferido de 120 a 300 °C, más preferido de 140 a 250 °C.
- 35 Se cree que la eficacia de estos plastificantes en la composición de aglutinante según la presente invención se asocia con el efecto de aumentar la movilidad de las ligninas durante el proceso de curado. Se cree que la mayor movilidad de las ligninas durante el proceso de curado facilita la reticulación eficaz. También se cree que la presencia de plastificante evita la pérdida de adhesión a las fibras en las etapas iniciales del curado al mantener la lignina en estado gomoso (por encima de su  $T_g$ ).
- 40 En una realización, el componente (iii) comprende uno o más polietilenglicoles que tienen un peso molecular promedio de 150 a 50 000 g/mol, en particular de 150 a 4 000 g/mol, más en particular de 150 a 1 000 g/mol, preferiblemente de 150 a 500 g/mol, más preferiblemente de 200 a 400 g/mol.
- 45 En una realización, el componente (iii) comprende uno o más polietilenglicoles que tienen un peso molecular promedio de 4 000 a 25 000 g/mol, en particular, de 4 000 a 15 000 g/mol, más en particular, de 8 000 a 12 000 g/mol.
- En una realización, el componente (iii) es capaz de formar enlaces covalentes con el componente (i) y/o el componente (ii) durante el proceso de curado. Dicho componente no se evaporaría, y permanecería formando parte de la composición, pero se alterará eficazmente para no introducir efectos secundarios no deseados, p. ej., absorción de agua en el producto curado. Ejemplos no limitativos de dicho componente son los polímeros basados en caprolactona y acrílicos con grupos carboxilo libres.
- 55 En una realización, el componente (iii) se selecciona del grupo que consiste en alcoholes grasos, monohidroxialcoholes, tales como pentanol, alcohol estearílico.
- En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en alcoxilatos, tales como etoxilatos, tales como etoxilatos de butanol, tales como butoxitriglicol.
- 60 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más propilenglicoles.
- En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más ésteres de glicol.
- En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en adipatos, acetatos, benzoatos, ciclobenzoatos, citratos, estearatos, sorbatos, sebacatos, azelatos, butiratos, valeratos.

- En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en derivados de fenol, tales como fenoles sustituidos con alquilo o arilo.
- 5 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en silanoles, siloxanos.
- 10 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en sulfatos, tales como alquilsulfatos, sulfonatos, tales como alquilarilsulfonatos, tales como alquilsulfonatos, fosfatos, tales como tripolifosfatos; tales como tributilfosfatos.
- 15 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más hidroxiácidos.
- 20 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más amidas monoméricas, tales como acetamidas, benzamida, amidas de ácido graso, tales como amidas de aceite de resina.
- 25 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más compuestos de amonio cuaternario, tales como trimetilglicina, cloruro de diestearildimetilamonio.
- 30 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más aceites vegetales, tales como aceite de ricino, aceite de palma, aceite de linaza, aceite de resina, aceite de soja.
- 35 En una realización, el componente (iii) está en forma de aceite de resina.
- 40 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más aceites hidrogenados, aceites acetilados.
- 45 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más ésteres metílicos de ácidos grasos.
- 50 En una realización, el componente (iii) se selecciona de uno o más alquilpoliglucósidos, gluconamidas, aminoglucosamidas, ésteres de sacarosa, ésteres de sorbitán.
- 55 En una realización, el componente (iii) se selecciona de entre uno o más polioles, tales como glicerol, tales como 1,1,1-tris(hidroximetil)propano.
- 60 En una realización, el componente (iii) es trietanolamina.
- 65 Se ha descubierto de forma sorprendente que la inclusión de plastificantes en las composiciones de aglutinante según la presente invención mejora considerablemente las propiedades mecánicas de los productos de fibra mineral según la presente invención.
- 70 El término plastificante se refiere a una sustancia que se añade a un material para hacerlo más blando, más flexible (al disminuir la temperatura de transición vítrea T<sub>g</sub>) y más fácil de procesar.
- 75 En una realización, el componente (iii) también puede ser cualquier mezcla de los compuestos mencionados anteriormente.
- 80 En una realización, el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 60, preferiblemente del 2,5 al 25, más preferiblemente del 3 al 15 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).
- 85 En una realización, el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 60, preferiblemente del 2,5 al 25, más preferiblemente del 3 al 15 % en peso, basado en el peso seco de los componentes (i), (ii) y (iii).
- 90 Preferiblemente con la condición de que la composición no comprenda un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tengan un peso molecular P<sub>m</sub> de 500 o menos.
- 95 Los presentes inventores han descubierto que las excelentes propiedades aglutinantes también se pueden lograr mediante un sistema de dos componentes que comprende el componente (i) en forma de una o más ligninas kraft y que tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 2,0 mmol/g, tal como de 0,03 a 0,9 mmol/g, tal como de 0,15 a 2,0 mmol/g, tal como de 0,15 a 0,9 mmol/g en función del peso seco de las ligninas kraft y un componente (ii) en forma de uno o más modificadores y, opcionalmente, cualquiera de los otros componentes mencionados anteriormente y a continuación.

- En una realización, el componente (iia) es un modificador en forma de uno o más compuestos seleccionados del grupo que consiste en compuestos epoxídicos que tienen un peso molecular de más de 500, tal como un aceite epoxidado basado en triglicéridos de ácidos grasos o en uno o más oligómeros o polímeros flexibles, tal como un polímero basado en acrílico de baja Tg, tal como un polímero basado en vinilo de baja Tg, tal como un poliéster de baja Tg, que contiene grupos funcionales reactivos, tales como grupos carbodiimida, tales como grupos anhídrido, tales como grupos oxazolina, tales como grupos amino, tales como grupos epóxido, tales como grupos  $\beta$ -hidroxialquilamida.
- En una realización, el componente (iia) es uno o más modificadores seleccionados del grupo que consiste en polietilenimina, polivinilamina, aminas grasas.
- En una realización, el componente (iia) es uno o más modificadores seleccionados de carbodiimidas multifuncionales alifáticas.
- El componente (iia) también puede ser cualquier mezcla de los compuestos mencionados anteriormente.
- Sin pretender imponer ninguna teoría particular, los presentes inventores creen que las excelentes propiedades aglutinantes logradas por la composición de aglutinante para fibras minerales que comprenden los componentes (i) y (iia), y otros componentes opcionales, se deben al menos parcialmente al efecto de que los modificadores utilizados como componentes (iia) cumplen al menos parcialmente la función de un plastificante y un reticulante.
- Otros componentes
- En algunas realizaciones, la composición de aglutinante según la presente invención comprende otros componentes.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado de entre ácidos inorgánicos, tales como ácido sulfúrico, ácido sulfámico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido hipofosforoso y/o ácido fosfórico, y/o cualquier sal de los mismos tales como hipofosfito de sodio, y/o sales de amonio, tales como sales de amonio de ácido sulfúrico, ácido sulfámico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido hipofosforoso y/o ácido fosfórico, y/o polifosfato de sodio (STPP), y/o metafosfato de sodio (STMP), y/o oxichloruro de fósforo. La presencia de dicho catalizador puede mejorar las propiedades de curado de las composiciones de aglutinante según la presente invención.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado de entre ácidos de Lewis, que puede aceptar un par de electrones de un compuesto donador que forme un aducto de Lewis, tal como  $ZnCl_2$ ,  $Mg(ClO_4)_2$ ,  $Sn[N(SO_2-n-C_8F_{17})_2]_4$ .
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado de entre cloruros metálicos, tales como  $KCl$ ,  $MgCl_2$ ,  $ZnCl_2$ ,  $FeCl_3$  y  $SnCl_2$ , o sus aductos, tales como los aductos de  $AlCl_3$ , tales como los aductos de  $BF_3$ , tales como el complejo de etilamina  $BF_3$ .
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado de entre compuestos organometálicos, tales como catalizadores basados en titanato y catalizadores basados en estaño.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado de entre agentes quelantes, tales como metales de transición, tales como iones de hierro, iones de cromo, iones de manganeso, iones de cobre y/o de peróxidos tales como peróxidos orgánicos, tales como peróxido de dicumilo.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado de entre fosfitos tales como fosfitos de alquilo, tales como fosfitos de arilo, tales como fosfito de trifenilo.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende un catalizador seleccionado del grupo de aminas ternarias tales como tris-2,4,6-dimetilaminometilfenol.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además otro componente (iv) en forma de uno o más silanos.
- En una realización, el componente (iv) está en forma de uno o más agentes de acoplamiento, tales como silanos organofuncionales.
- En una realización, el componente (iv) se selecciona del grupo que consiste en silanos organofuncionales, tales como silanos funcionalizados con amino primarios o secundarios, silanos funcionalizados con epoxi, tales como silanos funcionalizados con epoxi poliméricos u oligoméricos, silanos funcionalizados con metacrilato, silanos funcionalizados con alquilo y arilo, silanos funcionalizados con urea o silanos funcionalizados con vinilo.
- En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además un componente (v) en forma de uno o más componentes seleccionados del grupo de bases, tales como amoniaco, tales como hidróxidos

de metales alcalinos, tales como KOH, tales como hidróxidos de metales alcalinotérreos, tales como Ca(OH)<sub>2</sub>, tales como Mg(OH)<sub>2</sub>, tales como aminas o cualquier sal de los mismos.

5 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además otro componente en forma de urea, en particular en una cantidad del 5 al 40 % en peso, tal como del 10 al 30 % en peso, del 15 al 25 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).

10 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende otro componente (vi) en forma de una o más siliconas reactivas o no reactivas.

15 En una realización, el componente (vi) se selecciona del grupo que consiste en silicona constituida por una cadena principal compuesta por restos organosiloxano, especialmente restos difenilsiloxano, restos alquilsiloxano, preferiblemente restos dimetilsiloxano, que portan al menos un grupo funcional hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinilo que puede reaccionar con al menos uno de los constituyentes de la composición de aglutinante y está preferiblemente presente en una cantidad del 0,025-15 % en peso, preferiblemente del 0,1-10 % en peso, más preferiblemente del 0,3-8 % en peso, basado en los sólidos aglutinantes.

20 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención no contiene una lignina oxidada con amoniaco (AOL).

25 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además otro componente en forma de uno o más aceites hidrocarbonados.

30 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además otro componente en forma de uno o más carbohidratos seleccionados del grupo que consiste en sacarosa, azúcares reductores, en particular dextrosa, polícarbohidratos y mezclas de los mismos, preferiblemente dextrinas y maltodextrinas, más preferiblemente jarabes de glucosa, y más preferiblemente jarabes de glucosa con un valor de equivalente de dextrosa de ED = 30 a menos de 100, tal como de ED = 60 a menos de 100, tal como de ED = 60-99, tal como de ED = 85-99, tal como de ED = 95-99.

35 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además otro componente en forma de uno o más carbohidratos seleccionados del grupo que consiste en sacarosa y azúcares reductores en una cantidad del 5 al 50 % en peso, tal como del 5 a menos del 50 % en peso, tal como del 10 al 40 % en peso, tal como del 15 al 30 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).

40 En el contexto de la presente invención, una composición aglutinante que tiene un contenido de azúcar de 50 % en peso o más, con respecto al peso seco total de los componentes aglutinantes, se considera un aglutinante basado en azúcar. En el contexto de la presente invención, una composición aglutinante que tiene un contenido de azúcar inferior a 50 % en peso respecto al peso seco total de los componentes aglutinantes, se considera un aglutinante no basado en azúcar.

45 En una realización, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además otro componente en forma de uno o más agentes tensioactivos que están en forma de emulsionantes no iónicos y/o iónicos tales como polioxietilenos (4) lauril éter, tal como lecitina de soja, tal como dodecilsulfato de sodio.

50 En una realización, la composición de aglutinante acuoso según la presente invención consiste esencialmente en

- un componente (i) en forma de una o más ligninas seleccionadas del grupo de:

55 - ligninas kraft que tienen un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 0,9 mmol/g, tal como de 0,15 a 2,0 mmol/g, tal como de 0,15 a 0,9 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft,

en donde el componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,4 grupos por macromolécula considerando el promedio en peso M<sub>n</sub> del componente (i),

60 - un componente (ii) en forma de uno o más reticulantes;

- un componente (iii) en forma de uno o más plastificantes;

- un componente (iv) en forma de uno o más agentes de acoplamiento, tales como silanos organofuncionales;

65 - opcionalmente, un componente en forma de uno o más compuestos seleccionados del grupo de bases, tales como amoniaco, tales como hidróxidos de metales alcalinos, tales como KOH, tales como hidróxidos de metales alcalinotérreos, tales como Ca(OH)<sub>2</sub>, tales como Mg(OH)<sub>2</sub>, tales como aminas o cualquier sal de los mismos;

- opcionalmente, un componente en forma de urea;

- opcionalmente, un componente en forma de una o más siliconas reactivas o no reactivas;
- opcionalmente, uno o más aceites hidrocarbonados;
- 5 - opcionalmente, uno o más agentes tensioactivos;
- agua.

Un método para producir un producto de fibra mineral

10 La presente invención también proporciona un método para producir un producto de fibra mineral uniendo fibras minerales con la composición de aglutinante.

Curado

15 Se cura la banda mediante una reacción química y/o física de los componentes del aglutinante.

En una realización, el curado tiene lugar en un dispositivo de curado.

20 En una realización, el curado se lleva a cabo a temperaturas de 100 a 300 °C, tal como 170 a 270 °C, tal como 180 a 250 °C, tal como 190 a 230 °C.

25 En una realización, el curado tiene lugar en un horno de curado convencional para la producción de lana mineral que funciona a una temperatura desde 150 hasta 300 °C, tal como de 170 a 270 °C, tal como de 180 a 250 °C, tal como de 190 a 230 °C.

En una realización, el curado tiene lugar durante un tiempo de 30 segundos a 20 minutos, tal como de 1 a 15 minutos, tal como de 2 a 10 minutos.

30 En una realización típica, el curado tiene lugar a una temperatura de 150 a 250 °C durante un tiempo de 30 segundos a 20 minutos.

35 El proceso de curado puede comenzar inmediatamente después de la aplicación del aglutinante a las fibras. El curado se define como un proceso donde la composición de aglutinante experimenta una reacción física y/o química que, en caso de una reacción química, aumenta usualmente el peso molecular de los compuestos en la composición de aglutinante, y aumenta de este modo la viscosidad de la composición de aglutinante, usualmente hasta que la composición de aglutinante alcanza un estado sólido.

40 En una realización, el curado del aglutinante en contacto con las fibras minerales tiene lugar en una prensa térmica.

45 El curado de un aglutinante en contacto con las fibras minerales en una prensa de calor tiene la ventaja particular de que permite la producción de productos de alta densidad.

45 En una realización, el proceso de curado comprende el secado por presión. La presión puede aplicarse insuflando aire o gas a través/sobre la mezcla de fibras minerales y aglutinante.

Producto de fibra mineral según la presente invención

50 La presente invención también se refiere a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con una composición de aglutinante curado como se ha descrito anteriormente, es decir, en contacto con un aglutinante curado resultante del curado de la composición de aglutinante acusado descrita anteriormente.

55 Las fibras minerales utilizadas pueden ser cualesquiera fibras vítreas artificiales (FVA), fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, fibras de escoria, fibras de roca, fibras de piedra y otras. Estas fibras pueden estar presentes como un producto de lana, p. ej., como un producto de lana de piedra.

Composición de fibra/masa fundida

60 Las fibras vítreas artificiales (FVA) pueden tener cualquier composición de óxido adecuada. Las fibras pueden ser fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, fibras de escoria o fibras de roca o piedra. Las fibras son preferiblemente de los tipos generalmente conocidos como fibras de roca, piedra o escoria, con máxima preferencia, fibras de piedra.

65 Las fibras de piedra comúnmente comprenden los siguientes óxidos, en porcentaje en peso:

SiO<sub>2</sub>: 30 a 51

CaO: 8 a 30

5 MgO: 2 a 25

FeO (incluido Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): 2 a 15

Na<sub>2</sub>O + K<sub>2</sub>O: no más de 10

10 CaO + MgO: 10 a 30

En realizaciones preferidas, las FVA tienen los siguientes niveles de elementos, calculados como óxidos en % en peso:

15 SiO<sub>2</sub>: al menos 30, 32, 35 o 37; no más de 51, 48, 45 o 43

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: al menos 12, 16 o 17; no más de 30, 27 o 25

20 CaO: al menos 8 o 10; no más de 30, 25 o 20

MgO: al menos 2 o 5; no más de 25, 20 o 15

FeO (que incluye Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>): al menos 4 o 5; no más de 15, 12 o 10

25 FeO + MgO: al menos 10, 12 o 15; no más de 30, 25 o 20

Na<sub>2</sub>O + K<sub>2</sub>O: cero o al menos 1; no más de 10

30 CaO + MgO: al menos 10 o 15; no más de 30 o 25

TiO<sub>2</sub>: cero o al menos 1; no más de 6, 4 o 2

TiO<sub>2</sub>+FeO: al menos 4 o 6; no más de 18 o 12

35 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: cero o al menos 1; no más de 5 o 3

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>: cero o al menos 1; no más de 8 o 5

40 Otros: cero o al menos 1; no más de 8 o 5

40 Las FVA fabricadas mediante el método de la invención tienen preferiblemente la composición en % en peso:

	SiO <sub>2</sub>	35 a 50
45	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12 a 30
	TiO <sub>2</sub>	hasta 2
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3 a 12
50	CaO	5 a 30
	MgO	hasta 15
	Na <sub>2</sub> O	0 a 15
	K <sub>2</sub> O	0 a 15
55	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	hasta 3
	MnO	hasta 3
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	hasta 3

60 Otra composición preferida para las FVA es la siguiente en % en peso:

SiO<sub>2</sub> 39-55 %, preferiblemente 39-52 %

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 16-27 %, preferiblemente 16-26 %

65 CaO 6-20 %, preferiblemente 8-18 %

- MgO 1-5 %, preferiblemente 1-4,9 %
- 5 NazO 0-15 % preferiblemente 2-12 %
- K<sub>2</sub>O 0-15 %, preferiblemente 2-12 %
- R<sub>2</sub>O (NazO + K<sub>2</sub>O) 10-14,7 % preferiblemente 10-13,5 %
- 10 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0-3 %, preferiblemente 0-2 %
- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hierro total) 3-15 %, preferiblemente 3,2-8 %
- B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0-2 %, preferiblemente 0-1 %
- 15 TiO<sub>2</sub> 0-2 %, preferiblemente 0,4-1 %
- Otros 0-2,0 %
- 20 Las fibras de vidrio comprenden comúnmente los siguientes óxidos, en porcentaje en peso:
- SiO<sub>2</sub>: 50 a 70
- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 10 a 30
- 25 CaO: no más de 27
- MgO: no más de 12
- 30 Las fibras de vidrio también pueden contener los siguientes óxidos, en porcentaje en peso: Na<sub>2</sub>O + K<sub>2</sub>O: 8 a 18, en particular, Na<sub>2</sub>O+K<sub>2</sub>O mayor que CaO+MgO B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 3 a 12
- Algunas composiciones de fibra de vidrio pueden contener Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: menos del 2 %.
- 35 Los métodos de formación de fibras adecuados y las etapas de producción posteriores para fabricar el producto de fibra mineral son los convencionales en la técnica. Generalmente, el aglutinante se pulveriza inmediatamente después de la fibrilación del mineral fundido sobre las fibras minerales suspendidas en el aire. La composición de aglutinante acuoso se aplica normalmente en una cantidad del 0,1 al 18 %, preferiblemente del 0,2 al 8 % en peso, del producto de fibra mineral unida con respecto a la sustancia seca.
- 40 La banda de fibras minerales revestidas por pulverizado se cura generalmente en un horno de curado mediante una corriente de aire caliente. La corriente de aire caliente se puede introducir a la banda de fibras minerales con aglutinante desde abajo, o desde arriba, o desde direcciones alternantes en zonas diferentes en la dirección de la longitud del horno de curado.
- 45 Típicamente, el horno de curado funciona a una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 300 °C, tal como de 170 a 270 °C, tal como de 180 a 250 °C, tal como de 190 a 230 °C. Generalmente, el tiempo de permanencia del horno de curado es de 30 segundos a 20 minutos, tal como de 1 a 15 minutos, tal como de 2 a 10 minutos, dependiendo, por ejemplo, de la densidad del producto.
- 50 En una realización típica, el producto de fibra mineral según la presente invención se cura a una temperatura de 150 °C a 250 °C durante un tiempo de 30 segundos a 20 minutos.
- 55 Si se desea, la banda de lana mineral se puede someter a un proceso de conformación antes del curado. El producto de fibra mineral unida saliente del horno de curado se puede cortar al formato deseado, p. ej., en forma de una guata. Por lo tanto, los productos de fibra mineral producidos, por ejemplo, tienen la forma de telas tejidas y no tejidas, esteras, guatas, lanas, láminas, placas, tiras, rodillos, granulados y otros artículos conformados que son de utilidad, por ejemplo, como materiales de aislamiento térmico o acústico, amortiguación de vibraciones, materiales de construcción, aislamiento de fachadas, materiales de refuerzo o aplicaciones para techos o suelos, como bolsa de filtro y en otras aplicaciones.
- 60 Según la presente invención, es también posible producir materiales compuestos combinando el producto de fibra mineral unida con capas de material compuesto o capas estratificadas adecuadas tales como, p. ej., metal, esteras de superficie brillante y otros materiales tejidos o no tejidos.

Los productos de fibra mineral según la presente invención tienen generalmente una densidad dentro del intervalo de 6 a 250 kg/m<sup>3</sup>, preferiblemente de 20 a 200 kg/m<sup>3</sup>. Los productos de fibra mineral tienen generalmente una pérdida por calcinación (LOI) en el intervalo del 0,3 % al 18,0 %, preferiblemente del 0,5 % al 8,0 %.

5 Aunque la composición de aglutinante acuoso según la presente invención es especialmente útil para unir fibras minerales, puede emplearse igualmente en otras aplicaciones típicas para aglutinantes y agentes de encolado, p. ej., como aglutinante para arena de fundición, conglomerado, tejido de fibra de vidrio, materiales compuestos, artículos moldeados, recubrimientos, tales como adhesivos metálicos.

10 En una realización alternativa, los aglutinantes descritos anteriormente también pueden ser aglutinantes para productos distintos de los productos de lana mineral. En una realización, las composiciones de aglutinante descritas anteriormente son composiciones de aglutinante para unir productos de madera.

15 Por tanto, la presente invención también se refiere a una composición de aglutinante, en particular para productos de madera, que comprende los componentes (i), (ii) y (iii), preferiblemente con la condición definida anteriormente.

#### Uso de un componente de lignina para la preparación de una composición de aglutinante

20 En una realización, la presente invención se refiere al uso de un componente de lignina en forma de una o más ligninas kraft que tienen las características del componente (i) descrito anteriormente para la preparación de una composición de aglutinante exenta de fenol y formaldehído, para lana mineral, donde esta composición de aglutinante comprende además los componentes (ii) y (iii) tal como se definieron anteriormente, con la condición de que la composición no comprenda un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tengan un peso molecular Mw de 500 o menos.

25 La composición de aglutinante está exenta de fenol y formaldehído.

#### Ejemplos

30 Ejemplos A - Ensayos de laboratorio

En los ejemplos siguientes, se prepararon varios aglutinantes que están comprendidos en la definición de la presente invención y se compararon con aglutinantes según la técnica anterior.

35 Se determinaron las siguientes propiedades para los aglutinantes según la presente invención y los aglutinantes de acuerdo con el estado de la técnica, respectivamente:

#### Contenido en sólidos de componente de aglutinante

40 El contenido de cada uno de los componentes en una disolución de aglutinante dada antes del curado se basa en la masa anhidra de los componentes.

45 La lignina kraft fue suministrada por UPM como BioPiva100™ en forma de polvo seco con un 67 % de materia sólida. El Primid XL552 fue suministrado por EMS-CHEMIE AG, el silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad) fue suministrado por Momentive y se calculó como del 100 % por simplicidad. El NH4OH al 24,7 % fue suministrado por Univar y se utilizó en la forma suministrada. El PEG 200, la urea, los gránulos de KOH y el 1,1,1 tris(hidroximetil)propano fueron suministrados por Sigma-Aldrich y se supuso que eran anhidros por simplicidad.

#### Sólidos aglutinantes

50 El contenido de aglutinante tras el curado se denomina "sólidos de aglutinante".

55 Muestras de lana de piedra en forma de disco (diámetro: 5 cm; altura 1 cm) se recortaron de lana de piedra y se trajeron térmicamente a 580 °C durante al menos 30 minutos para eliminar todos los compuestos orgánicos. Se midieron los sólidos de la mezcla de aglutinante distribuyendo una muestra de la mezcla de aglutinante (aproximadamente 2 g) sobre un disco de lana de piedra tratado con calor en un recipiente de lámina de estaño. El peso del recipiente de lámina de estaño que contiene el disco de lana de piedra se pesó antes y directamente después de la adición de la mezcla de aglutinante. Se produjeron dos discos de lana de piedra cargados con mezcla de aglutinante de este tipo en recipientes de lámina de estaño y después se calentaron a 200 °C durante 1 hora. Tras enfriar y almacenar a temperatura ambiente durante 10 minutos, se pesaron las muestras y se calcularon los sólidos de aglutinante como promedio de los dos resultados.

60 Entonces, pudo producirse un aglutinante con los sólidos de aglutinante deseados mediante dilución con la cantidad requerida de agua y silano ac. al 10 % (Momentive VS-142).

65 Estudios de resistencia mecánica

## Ensayos de barra

La resistencia mecánica de los aglutinantes se analizó en un ensayo de barra. Para cada aglutinante, se fabricaron 16 barras a partir de una mezcla del aglutinante y trozos de lana de piedra procedentes de la producción de lana de piedra por hilado.

Se mezcló bien una muestra de esta solución de aglutinante que tiene un 15 % de materia sólida seca (16,0 g) con residuos sólidos (80,0 g). La mezcla resultante se introdujo a continuación en cuatro ranuras en una forma de silicona resistente al calor para hacer pequeñas barras (4 x 5 ranuras por forma; dimensión superior de la ranura: longitud = 5,6 cm, ancho = 2,5 cm; dimensión del fondo de la ranura: longitud = 5,3 cm, ancho = 2,2 cm; altura de ranura = 1,1 cm). Las mezclas puestas en las ranuras se presionaron a continuación con fuerza con una barra de metal plana de tamaño adecuado para generar superficies de barra uniformes. Se prepararon 16 barras de cada aglutinante de esta manera. Las barras resultantes se curaron después de forma típica a 225 °C. El tiempo de curado fue de 1 h. Después de enfriar a temperatura ambiente, las barras se sacaron cuidadosamente de los recipientes. Cinco de las barras se envejecieron en un baño de agua a 80 °C durante 3 h.

Después del secado durante 3 días, se rompieron las barras envejecidas, así como cinco barras no envejecidas en un ensayo de flexión de 3 puntos (velocidad del ensayo: 10,0 mm/min; nivel de ruptura: 50 %; resistencia mecánica nominal: 30 N/mm<sup>2</sup>; distancia de soporte: 40 mm; deflexión máx. 20 mm; módulo de elasticidad nominal 10000 N/mm<sup>2</sup>) en una máquina Bent Tram para investigar sus resistencias mecánicas. Las barras se colocaron con la "cara superior" hacia arriba (es decir, la cara con las dimensiones de longitud = 5,6 cm, ancho = 2,5 cm) en la máquina.

Ejemplo de aglutinante, aglutinante de referencia A (resina de fenol-formaldehído modificado con urea, PUF-resol)

Este aglutinante de referencia es una resina de fenol-formaldehído modificado con urea, una PUF-resol.

Se prepara una resina de fenol-formaldehído haciendo reaccionar formaldehído ac. al 37 % (606 g) y fenol (189 g) en presencia de hidróxido de potasio ac. al 46 % (25,5 g) a una temperatura de reacción de 84 °C precedida por una velocidad de calentamiento de aproximadamente 1 °C por minuto. Se continúa con la reacción a 84 °C hasta que la tolerancia a la acidez de la resina sea de 4, y se haya convertido la mayoría del fenol. Luego se añade urea (241 g) y se enfria la mezcla.

La tolerancia al ácido (TA) expresa el número de veces que puede diluirse un volumen dado de un aglutinante con ácido sin que la mezcla se enturbie (se precipite el aglutinante). Se usa ácido sulfúrico para determinar el criterio de parada en una producción de aglutinante, y una tolerancia a la acidez menor de 4 indica el final de la reacción aglutinante.

Para medir la TA, se prepara un valorante diluyendo 2,5 ml de ácido sulfúrico conc. (>99 %) con 1 l de agua de intercambio iónico. Se valoran entonces 5 ml del aglutinante que va a investigarse a temperatura ambiente con este valorante manteniendo el aglutinante en movimiento con agitación manual del mismo; si se prefiere, se usa un agitador magnético y una varilla magnética. Se continúa con la valoración hasta que aparece una ligera turbidez en el aglutinante, que no desaparece cuando se agita el aglutinante.

La tolerancia al ácido (TA) se calcula dividiendo la cantidad de ácido usada en la valoración (ml) entre la cantidad de muestra (ml):

$$AT = (\text{Volumen usado en la valoración (ml)}) / (\text{volumen de muestra (ml)})$$

Usando la resina de fenol-formaldehído modificada con urea obtenida, se prepara un aglutinante mediante la adición de amoniaco ac. al 25 % (90 ml) y sulfato de amonio (13,2 g) seguido por agua (1,30 kg).

A continuación se midieron los sólidos de aglutinante tal como se ha descrito anteriormente, y se diluyó la mezcla con la cantidad requerida de agua y silano para mediciones mecánicas (solución al 15 % de sólidos de aglutinante, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante).

Ejemplo de aglutinante, aglutinante de referencia (aglutinante a base de lignina oxidada con álcali)

Se cargan 3267 kg de agua en un reactor de 6000 l, seguido de 287 kg de agua con amoniaco (24,7 %). Después, se añaden lentamente 1531 kg de lignina UPM BioPiva 100 durante un período de 30 min a 45 min. La mezcla se calienta a 40 °C y se mantiene a esa temperatura durante 1 hora. Después de 1 hora se realiza una comprobación de la lignina insolabilizada. Esto puede hacerse comprobando la solución en una placa de vidrio o un calibre de Hegman. La lignina insolabilizada se observa como partículas pequeñas en el aglutinante marrón. Durante la etapa de disolución, la solución de lignina cambiará de color marrón a negro brillante. Después de que la lignina se haya disuelto completamente, se añade 1 litro de un agente de amortiguación de espuma (Skumdaemper 11-10 de NCA-Verodan). La temperatura del lote se mantiene a 40 °C. Después se inicia la adición de 307,5 kg de peróxido de hidrógeno al 35 %. El peróxido de hidrógeno se dosifica a una tasa de 200-300 l/h. La primera mitad del peróxido de hidrógeno se añade a una tasa de 200 l/h, tras lo cual la tasa de dosificación se aumenta a 300 l/h.

Durante la adición de peróxido de hidrógeno, la temperatura en la mezcla de reacción se controla mediante calentamiento o enfriamiento, de tal manera que se alcance una temperatura de reacción final de 65 °C.

5 Se analizó el producto final para determinar el contenido de grupos COOH, la materia sólida seca, el pH, la viscosidad y el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> restantes.

10 Se mezclaron 60 g de esta lignina oxidada (18,2 % de sólidos) con 1,4 g de Primid XL552 (100 % de sólidos) y 2,8 g de PEG200 (100 % de sólidos). Se añadieron 0,6 g de silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad, al 10 % en agua) y 17,4 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

#### Composiciones de aglutinante según la presente invención

15 En lo sucesivo, los números de entrada de los ejemplos de aglutinante corresponden a los números de entrada utilizados en la Tabla 1-1 a 1-4.

20 Se disolvió lignina kraft en un recipiente de 2 l con el procedimiento siguiente. Se mezclaron 645 ml de agua y 100 ml de NH4OH (al 24,7 %), tras lo cual se añadieron 255 g de lignina (BioPiva100™) lentamente durante 5 minutos con agitación. Se agitó esta mezcla durante dos horas a 60 °C. La lignina kraft preparada de esta manera se usó para los ejemplos siguientes.

25 Parte de la solución también se liofilizó y se caracterizó con el uso de RMN 31P. La distribución de los grupos funcionales se muestra en la Tabla 1 y la Figura 2. La Figura 2 muestra espectros de RMN 31P de la lignina kraft disuelta en amoniaco y liofilizada.

Tabla 1

	Concentración (mmol/g)		
Muestra	OH alifático	OH fenólico	OH ácido
Lignina kraft disuelta en amoniaco y liofilizada	1,65	3,07	0,31

#### Ejemplo 6

35 A 60,0 g de solución de lignina kraft, (15,9 % de sólidos), se le añadieron 2,9 g de Primid XL552 (100 % sólidos) y se mezcló con 0,6 g de silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad, al 10 % en agua) y 19 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

#### Ejemplo 12

40 A 60,0 g de solución de lignina kraft, (15,9 % de sólidos), se le añadieron 0,7 g de Primid XL552 (100 % de sólidos) y 2,5 g de PEG200 (100 % de sólidos) y se mezcló con 0,5 g de silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad, al 10 % en agua) y 4,5 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

#### Ejemplo 18

45 A 60,0 g de solución de lignina kraft, (15,9 % de sólidos), se le añadieron 2,1 g de Primid XL552 (100 % de sólidos) y 2,5 g de PEG200 (100 % de sólidos) y se mezcló con 0,6 g de silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad, al 10 % en agua) y 12,3 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

#### Ejemplo 24

50 A 60,0 g de solución de lignina kraft, (15,9 % de sólidos), se le añadieron 2,9 g de 1,1,1 tris(hidroximetil)propano (100 % sólidos) y se mezcló con 0,8 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

#### Ejemplo 28

55 A 60,0 g de solución de lignina kraft, (15,9 % de sólidos), se le añadieron 1,7 g de Primid XL552 (100 % de sólidos) y 2,9 g de 1,1,1 tris(hidroximetil)propano (100 % de sólidos) y se mezcló con 0,6 g de silano (Momentive VS-142 con un

40 % de actividad, al 10 % en agua) y 9,3 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

#### Ejemplo 30

A 60,0 g de solución de lignina kraft, (15,9 % de sólidos), se le añadieron 1,7 g de Primid XL552 (100 % de sólidos) y 1,3 g de PEG200 (100 % de sólidos) y 1,3 g de urea (100 % de sólidos) y se mezcló con 0,6 g de silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad, al 10 % en agua) y 10,1 g de agua y se mezcló para producir un 15 % de sólidos y, a continuación, se usaron para ensayar las propiedades mecánicas en los ensayos de barra.

Las propiedades mecánicas se presentan en las tablas 1.1-1.4. Por simplicidad, las cantidades de todos los demás componentes se recalcularon en base a 100 g de polvo de lignina seca.

Como puede verse en la Tabla 1.1, se requiere una combinación de reticulante (Primid XL 552) y plastificante (PEG 200) para lograr altas propiedades mecánicas (resistencia sin envejecer y envejecida en el ensayo de barra) que sean tan buenas o mejores en comparación con el aglutinante de referencia (13,15,18 contra 4 y 9 contra el aglutinante de referencia).

La Tabla 1.2 muestra que se pueden usar diferentes plastificantes (15 contra 28) o una combinación de plastificantes (28 contra 30) y que el PEG 200 es un plastificante preferido.

La Tabla 1.3 muestra que, cuando es necesario, la adición de silano puede ayudar a lograr una resistencia envejecida al mismo nivel que los aglutinantes de referencia.

La Tabla 1.4 muestra que se puede usar una sola base (31) o una combinación de bases en diferentes proporciones (32 y 33) para lograr propiedades mecánicas igual de buenas.

Tabla 1.1

	Aglutinante de referencia (resina de fenol-formaldehído modificado con urea, una PUF-resol)	Aglutinante de referencia (aglutinante a base de lignina oxidada con álcali)														
30																
35	Composición de aglutinante		1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	15	18	
40	Ligninas kraft, g de polvo seco de lignina		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
45	PEG 200 (g)		0	0	0	0	0	0	26	40	26	26	26	26	26	
50	1,1,1 tris(hidroximetil)propano (g)															
55	Urea (g)															
60	Primid XL552 (g)		0	12,4	17,4	22,3	30	45	0	0	5	7,4	12,4	17,4	22,3	
65	NH4OH (g)		15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	
	KOH (g)															
	Momentive VS 142 (% de sólidos aglutinantes), basado en 40 % de actividad		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
	Propiedades del aglutinante															
	Resistencia mecánica, sin envejecimiento (N), ensayos de barra	350	270	20	10	20	50	70	90	40	100	50	140	210	280	
	Resistencia mecánica, con envejecimiento (N), ensayos de barra	150	130	0	0	10	30	40	50	20	20	30	120	150	190	

	Aglutinante de referencia (resina de fenol-formaldehído modificado con urea, una PUF-resol)	Aglutinante de referencia (aglutinante a base de lignina oxidadada con álcali)															
5	Composición de aglutinante		1	2	4	5	6	7	9	10	11	12	13	15	18		
10	Temp. del curado, °C	200	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225

Tabla 1.2

	Composición de aglutinante	15	16	17	24	25	26	27	28	29	30						
15	Ligninas kraft, g de polvo seco de lignina	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100						
20	PEG 200 (g)	26	26	26								13	13				
25	1,1,1 tris(hidroximetil)propano (g)				30	30	40	30	30								
30	Urea (g)											13	13				
35	Primid XL552 (g)	17,4	23	23	0	0	0	17,4	17,4	17,4	17,4						
40	NH4OH (g)	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15						
45	KOH (g)																
50	Momentive VS 142 (% de sólidos aglutinantes), basado en 40 % de actividad	0,5	0	0,5	0	0,5	0,5	0	0,5	0	0,5						
55	Propiedades del aglutinante																
60	Resistencia mecánica, sin envejecimiento (N), ensayos de barra	280	250	280	30	60	80	150	190	150	220						
65	Resistencia mecánica, con envejecimiento (N), ensayos de barra	190	130	190	20	20	30	70	120	70	140						
70	Temp. del curado, °C	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225						

Tabla 1.3

	Aglutinante de referencia (resina de fenol-formaldehído modificado con urea, una PUF-resol)	Aglutinante de referencia (aglutinante a base de lignina oxidadada con álcali)															
45	Composición de aglutinante		3	4	8	9	16	17	27	28	29	30					
50	Ligninas kraft, g de polvo seco de lignina		100	100	100	100	100	100	100	100	100	1000					
55	PEG 200 (g)		0	0	26	26	26	26				30	30			13	13
60	1,1,1 tris(hidroximetil)propano (g)																
65	Urea (g)														13	13	
70	Primid XL552 (g)		17,4	17,4	0	0	23	23	17,4	17,4	17,4	17,4					
75	NH4OH (g)		15	15	15	15	15	15	15	15	15	15					
80	KOH (g)																
85	Momentive VS 142 (% de sólidos aglutinantes),		0	0,5	0	0,5	0	0,5	0	0,5	0	0,5					

	Aglutinante de referencia (resina de fenol-formaldehído modificado con urea, una PUF-resol)	Aglutinante de referencia (aglutinante a base de lignina oxidada con álcali)	3	4	8	9	16	17	27	28	29	30
5	Composición de aglutinante basado en 40 % de actividad											
10	Propiedades del aglutinante											
15	Resistencia mecánica, sin envejecimiento (N), ensayos de barra	350	270	20	20	40	40	250	280	150	190	150
20	Resistencia mecánica, con envejecimiento (N), ensayos de barra	150	130	10	10	10	20	130	190	70	120	70
25	Temp. del curado, °C	200	225	225	225	225	225	225	225	225	225	225

Tabla 1.4

Composición de aglutinante	31	32	33
Ligninas kraft, g de polvo seco de lignina	100	100	100
PEG 200 (g)	26	26	26
1,1,1 tris(hidroximetil)propano (g)			
Urea (g)			
Primid XL552 (g)	20	20	20
NH4OH (g)	20	10	10
KOH (g)		3,5	1,7
Momentive VS 142 (% de sólidos aglutinantes), basado en 40 % de actividad	0,5	0,5	0,5
Propiedades del aglutinante			
Resistencia mecánica, sin envejecimiento (N), ensayos de barra	320	290	310
Resistencia mecánica, con envejecimiento (N), ensayos de barra	220	170	180
Temp. del curado, °C	225	225	225

En general, esto significa que podemos producir una composición de aglutinante exenta de fenol y formaldehído con un alto contenido de material renovable a base de lignina, que tiene propiedades mecánicas comparables a las de los sistemas de referencia y se puede producir de una manera más simple y menos costosa.

#### Producciones-Ejemplos

##### Ejemplo comparativo 1:

Este aglutinante de referencia es una resina de fenol-formaldehído modificada con urea, una PUF-resol.

Se prepara una resina de fenol-formaldehído haciendo reaccionar formaldehído ac. al 37 % (606 kg) y fenol (189 kg) en presencia de hidróxido de potasio ac. al 46 % (25,5 kg) a una temperatura de reacción de 84 °C precedida por una velocidad de calentamiento de aproximadamente 1 °C por minuto. Se continúa con la reacción a 84 °C hasta que la

tolerancia a la acidez de la resina sea de 4, y se haya convertido la mayoría del fenol. Después, se añade urea (241 kg) y se enfria la mezcla.

5 La tolerancia al ácido (TA) expresa el número de veces que puede diluirse un volumen dado de un aglutinante con ácido sin que la mezcla se enturbie (se precipite el aglutinante). Se usa ácido sulfúrico para determinar el criterio de parada en una producción de aglutinante, y una tolerancia a la acidez menor de 4 indica el final de la reacción aglutinante.

10 Para medir la TA, se prepara un valorante diluyendo 2,5 ml de ácido sulfúrico conc. (>99 %) con 1 l de agua de intercambio iónico. Se valoran a continuación 5 ml del aglutinante que va a investigarse a temperatura ambiente con este valorante manteniendo el aglutinante en movimiento con agitación manual del mismo; si se prefiere, se usa un agitador magnético y una varilla magnética. Se continúa con la valoración hasta que aparece una ligera turbidez en el aglutinante, que no desaparece cuando se agita el aglutinante.

15 La tolerancia al ácido (TA) se calcula dividiendo la cantidad de ácido usada en la valoración (ml) entre la cantidad de muestra (ml):

$$AT = (\text{Volumen usado en la valoración (ml)}) / (\text{volumen de muestra (ml)})$$

20 Usando la resina de fenol-formaldehído modificada con urea obtenida, se prepara un aglutinante mediante la adición de amoniaco ac. al 25 % (90 ml) y sulfato de amonio (13,2 g) seguido por agua (1300 kg).

25 A continuación se midieron los sólidos de aglutinante tal como se ha descrito anteriormente, y se diluyó la mezcla con la cantidad requerida de agua y silano para mediciones mecánicas (solución al 15 % de sólidos de aglutinante, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante).

30 El aglutinante de este ejemplo comparativo se usa para producir un producto de lana de piedra de alta densidad, 100 mm, 145 kg/m<sup>3</sup>. Se ajustó la temperatura del horno de curado a 275 °C.

#### Ejemplo comparativo 2:

35 Se cargan 3267 kg de agua en un reactor de 6000 l, seguido de 287 kg de agua con amoniaco (24,7 %). Después, se añaden lentamente 1531 kg de lignina UPM BioPiva 100 durante un período de 30 min a 45 min. La mezcla se calienta a 40 °C y se mantiene a esa temperatura durante 1 hora. Después de 1 hora se realiza una comprobación de la lignina insolabilizada. Esto puede hacerse comprobando la solución en una placa de vidrio o un calibre de Hegman. La lignina insolabilizada se observa como partículas pequeñas en el aglutinante marrón. Durante la etapa de disolución, la solución de lignina cambiará de color marrón a negro brillante.

40 Despues de que la lignina se haya disuelto completamente, se añade 1 litro de un agente de amortiguación de espuma (Skumdaemper 11-10 de NCA-Verodan). La temperatura del lote se mantiene a 40 °C.

45 Despues se inicia la adición de 307,5 kg de peróxido de hidrógeno al 35 %. El peróxido de hidrógeno se dosifica a una tasa de 200-300 l/h. La primera mitad del peróxido de hidrógeno se añade a una tasa de 200 l/h, tras lo cual la tasa de dosificación se aumenta a 300 l/h.

50 Durante la adición de peróxido de hidrógeno, la temperatura en la mezcla de reacción se controla mediante calentamiento o enfriamiento, de tal manera que se alcance una temperatura de reacción final de 65 °C.

55 Se analizó el producto final para determinar el contenido de grupos COOH, la materia sólida seca, el pH, la viscosidad y el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> restantes.

50 Se mezclaron 1500 kg de esta lignina oxidada (18,2 % de sólidos) con 36 kg de Primid XL552 (100 % de sólidos) y 71 kg de PEG200 (100 % de sólidos). Se añadieron 1,5 kg de silano (Momentive VS-142 con un 40 % de actividad) al final y se mezcló. El aglutinante preparado de esta manera se usó para los ensayos de producción de lana mineral.

55 El aglutinante de este ejemplo comparativo se usa para producir un producto de lana de piedra de alta densidad, 100 mm, 145 kg/m<sup>3</sup>. Se ajustó la temperatura del horno de curado a 275 °C.

#### Ejemplo comparativo 3:

60 El ejemplo comparativo 3 se realizó como el ejemplo comparativo 1; sin embargo, la temperatura del horno de curado se estableció en 240 °C.

#### Ejemplo comparativo 4:

65 El ejemplo comparativo 4 se realizó como el ejemplo comparativo 2; sin embargo, la temperatura del horno de curado se estableció en 240 °C.

Ejemplo 1: El producto de lana de piedra se ha producido mediante el uso de aglutinante en el ejemplo 1, a una temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C.

5 Se mezclaron 1182 l de agua y 96 l de NH<sub>4</sub>OH (24,7 %), donde después, se añadieron lentamente 512,0 kg de lignina (UPM Biopiva 100) durante 30 minutos con alta agitación. Se usó el calentamiento de la mezcla a 60 °C para facilitar la solubilización. Las muestras se tomaron para análisis de lignina sin disolver, mediante el uso de una escala de Hegman y mediciones de pH. Tras la solubilización, se añadieron y mezclaron 208 kg de solución Primid XL552 (solución prefabricada al 31 % en peso en agua) y 90 kg de PEG 200 (100 % de sólidos).

10 El aglutinante de este ejemplo se usa para producir un producto de lana de piedra de alta densidad, 100 mm, 145 kg/m<sup>3</sup>. Se ajustó la temperatura del horno de curado a 275 °C.

15 El ejemplo 2 se realizó como el ejemplo 1; sin embargo, la temperatura del horno de curado se estableció en 240 °C.

#### Ensayo de productos de lana de piedra:

20 Las propiedades de los productos de alta densidad se han examinado de acuerdo con la norma de producto para productos de lana mineral (MW) fabricados en fábrica, DS/EN 13162:2012 + A 1:2015, lo que significa propiedades mecánicas relevantes, además de otras características básicas, para los productos de lana de piedra.

25 El ensayo se ha realizado en placas, donde se han cortado las muestras de ensayo de acuerdo con las especificaciones dimensionales y con el número de muestras de ensayo requerido para obtener un resultado de ensayo, tal como se indica en la norma EN13162 para cada uno de los diferentes métodos de ensayo. Cada uno de los valores indicados para las propiedades mecánicas obtenidas es un promedio de más resultados de acuerdo con la norma EN13162.

#### Tensión de compresión

30 La tensión de compresión a una deformación del 10 %, σ10 %, se determinó de acuerdo con la norma DS/EN 826:2013 Determinación del comportamiento de compresión. Se han medido al menos 3 probetas de 300 × 300 mm de espesor total del producto (para obtener un solo resultado) tras el rectificado de la superficie.

#### Delaminación (resistencia a la tracción perpendicular a las caras)

35 La resistencia a la tracción perpendicular a las caras, omt, se ha determinado de acuerdo con la norma DS/EN 1607: 2013. Se han medido al menos 3 probetas de 300 × 300 mm de espesor total del producto (para obtener un solo resultado).

40 También se ha determinado además la resistencia a la tracción perpendicular a las caras de las muestras de ensayo después de su exposición a un envejecimiento acelerado para evaluar la persistencia del envejecimiento, cuando se han aplicado dos métodos diferentes:

#### Ensayos de envejecimiento (cámara climática y autoclave):

##### Método 1 (cámara climática):

45 Muestras de ensayo expuestas a la acción del calor y la humedad durante 7, 14 y 28 días a (70 ± 2) °C y una humedad relativa del (95 ± 5) % en cámara climática (método Nordtest NT Build 434: 1995.05).

##### Método 2 (autoclave):

50 Muestras de ensayo expuestas a la acción del calor y la humedad durante 15 minutos a (121 ± 2) °C y una humedad relativa del (95 ± 5) % en una caldera de presión.

55 Para el ensayo, se cortan de la misma placa 5 muestras de ensayo similares de 300 × 300 mm con el espesor total del producto y, para una muestra de ensayo, se mide la resistencia a la tracción sin pretratamiento.

60 Se exponen las demás muestras de ensayo a un envejecimiento acelerado, de acuerdo con el método 1, en total 3 muestras de ensayo: una durante 7 días, una durante 14 días, una durante 28 días de tratamiento, y de acuerdo con el método 2: una sola muestra de ensayo, después del pretratamiento final, se han realizado las mediciones y se ha determinado la resistencia al envejecimiento.

#### Absorción de agua

65

La absorción de agua a corto plazo se determinó de acuerdo con el método A de la norma DS EN 1609:2013, utilizando 4 muestras de ensayo individuales de 200 × 200 mm de espesor total del producto para obtener un solo resultado.

- 5 La estabilidad dimensional se determinó de acuerdo con la norma DS/EN 1604:2013. Determinación de la estabilidad dimensional bajo condiciones específicas; sin embargo, en lugar de las condiciones prescritas en la norma EN 1604 (48 horas, 70 °C, 90 % de humedad relativa), se utilizaron las condiciones de (70 ± 2) °C y (95 ± 5) % de humedad relativa en cámara climática durante 28 días para evaluar el espesor después del acondicionamiento, p. ej., para determinar el cambio de espesor,  $\Delta\epsilon$ .
- 10 Las dimensiones de los productos y las muestras de ensayo se realizaron de acuerdo con los métodos de ensayo pertinentes, DS/EN 822:2013, Determinación de la longitud y de la anchura, y DS/EN 823:2013, Determinación del espesor.
- 15 La determinación del contenido de aglutinante se realiza de acuerdo con la norma DS/EN 13820:2003 Determinación del contenido orgánico, donde el contenido de aglutinante se define como la cantidad de material orgánico quemado a una temperatura determinada, en este caso utilizando (590 ± 20 °C) durante al menos 10 minutos o más hasta obtener una masa constante. La determinación de la pérdida por ignición consiste en al menos 10 g de lana, correspondientes a entre 8 y 20 recortes (mínimo 8 recortes) realizados distribuidos de forma uniforme sobre la muestra de ensayo utilizando un taladro de corcho para garantizar que se abarque todo el espesor del producto.
- 20 El contenido de aglutinante se toma como la LOI. El aglutinante incluye aceite y otros aditivos de aglutinante.

Tabla 2

	Delaminación, envejecido en % de sin envejecer	sin envejecer	Cámara climática a 70 °C/ 95 %				Autoclave 15 min	Pérd.calcin.
			0 días	7 días	14 días	28 días		
25	Comp ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	100	59	63	62	58	3,60	
30	Comp ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	100	75	65	51	67	3,38	
35	Ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	100	78	68	60	62	3,60	
40	Comp ej. 3 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	100	76	73	67	65	3,92	
	Comp ej. 4 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	100	78	75	51	67	3,73	
45	Ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	100	71	68	53	65	3,61	
Delaminación, valores reales, kPa		sin envejecer	Cámara climática a 70 °C/ 95 %				Autoclave 15 min	Pérd.calcin.
		0 días	7 días	14 días	28 días			
50	Comp ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	26	15	16	16	15	3,60	
55	Comp ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	23	17	15	12	16	3,38	
60	Ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	30	23	20	18	18	3,60	
	Comp ej. 3 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	29	23	22	20	19	3,92	
	Comp ej. 4 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	25	20	19	13	17	3,73	
	Ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	26	18	20	14	17	3,61	

	Resistencia a la humedad	Cámara climática a 70 °C/ 95 %			Autoclave 15 min
		7 días	14 días	28 días	
		%	%	%	
5	Comp ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	0,1	0,2	0,0	0,5
10	Comp ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	0,0	0,3	0,4	0,5
15	Ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	0,0	0,1	0,0	0,2
20	Comp ej. 3 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	0,0	0,0	0,0	0,7
25	Comp ej. 4 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	0,0	0,1	0,3	0,7
30	Ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	0,0	0,1	0,1	0,8

	Absorción de agua	Aceite		24 horas
		%	kg/m2	
20	Comp ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	0,2	0,2	
25	Comp ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	0,2	0,2	
30	Ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	0,2	0,2	
35	Comp ej. 3 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	0,2	0,2	
40	Comp ej. 4 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	0,2	1,4	
45	Ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	0,2	2,3	

	24 horas		Autoclave est.
	Parte superior	Parte inferior	
		kg/m2	
30	0,2	0,2	
35	0,3	0,1	
40	0,2	0,1	
45	0,1	0,2	
50	2,8	0,1	
55	4,6	0,1	

	Compresión, sigma 10 %	Sin envejecer 0	Cámara climática a 70 °C/ 95 %			Autoclave est.
			7	14	28	
45	Comp ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	76	65	65	59	55
50	Comp ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	71	64	62	52	58
55	Ej. 1 (temperatura del horno de curado ajustada a 275 °C)	79	73	72	59	65
60	Comp ej. 3 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	80	67	67	59	65
	Comp ej. 4 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	78	70	68	58	62
	Ej. 2 (temperatura del horno de curado ajustada a 240 °C)	75	69	65	54	59

## REIVINDICACIONES

1. Una composición de aglutinante acuoso exenta de fenol y formaldehído que tiene un pH ≥ 8 para fibras minerales que comprende:
- un componente (i) en forma de una o más ligninas kraft y que tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,03 a 0,9 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft;
- un componente (ii) en forma de uno o más reticulantes;
- un componente (iii) en forma de uno o más plastificantes,
- en donde el componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,4 grupos por macromolécula considerando el promedio en peso  $M_n$  del componente (i),
- con la condición de que la composición no comprenda un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tengan un peso molecular  $P_m$  de 500 o menos.
2. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el componente (i) tiene un contenido de grupos ácido carboxílico de 0,15 a 0,6 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.
3. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (i) está en forma de una o más ligninas kraft que tienen un contenido promedio de grupos ácido carboxílico de menos de 1,1 grupos por macromolécula considerando el promedio en peso  $M_n$  del componente (i), tal como menos de 0,7.
4. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (i) tiene un contenido de nitrógeno de ≤ 1,2 % en peso, tal como de ≤ 0,5 % en peso, tal como de ≤ 0,3 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).
5. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (i) tiene un contenido de grupos OH fenólicos de 2,0 a 5,0 mmol/g, tal como de 2,0 a 4,0 mmol/g, tal como de 2,5 a 3,5 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.
6. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (i) tiene un contenido de grupos OH alifáticos de 0,7 a 3,0 mmol/g, tal como de 0,7 a 2,5 mmol/g, tal como de 1,0 a 2,0 mmol/g, basado en el peso seco de las ligninas kraft.
7. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (ii) está en forma de uno o más reticulantes seleccionados de entre
- reticulantes de β-hidroxialquilamida y/o reticulantes de oxazolina; y/o
  - el grupo que consiste en aminas orgánicas multifuncionales, tales como una alcanolamina, diaminas, tales como hexametildiamina; y/o
  - compuestos epoxídicos que tienen un peso molecular de más de 500, tal como un aceite epoxidado basado en triglicéridos de ácidos grasos o en uno o más oligómeros o polímeros flexibles, tal como un polímero basado en acrílico de baja Tg, tal como un polímero basado en vinilo de baja Tg, tal como un poliéster de baja Tg, que contiene grupos funcionales reactivos, tales como grupos carbodiimida, tales como grupos anhídrido, tales como grupos oxazolina, tales como grupos amino, tales como grupos epóxido; y/o
  - uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en polietilenimina, polivinilamina, aminas grasas; y/o
  - uno más reticulantes en forma de amidas grasas; y/o
  - uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en dimetoxietanal, glicolaldehído, ácido glioálico; y/o
  - uno o más reticulantes seleccionados de entre poliéster polioles, tales como policaprolactona; y/o
  - uno o más reticulantes seleccionados del grupo que consiste en almidón, almidón modificado, CMC; y/o
  - uno o más reticulantes en forma de carbodiimidas multifuncionales, tales como carbodiimidas multifuncionales alifáticas; y/o
  - uno o más reticulantes seleccionados de entre reticulantes basados en melamina, tales como reticulantes basados en hexaquis(metilmetoxy)melamina (HMMM).
8. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (ii) comprende uno o varios reticulantes seleccionados de entre reticulantes de β-hidroxialquilamida y/o reticulantes de oxazolina.

9. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende el componente (ii) en una cantidad del 1 al 50 % en peso, tal como del 4 al 20 % en peso, tal como del 6 al 12 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).
- 5 10. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) está en forma de
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en alcoholes grasos, monohidroxialcoholes, tales como pentanol, alcohol estearílico; y/o
- 10 -uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en alcoxilatos, tales como etoxilatos, tales como etoxilatos de butanol, tales como butoxitriglicol; y/o
- uno o más plastificantes en forma de propilenglicoles; y/o
- uno o más plastificantes en forma de ésteres de glicol; y/o
- 15 -uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en adipatos, acetatos, benzoatos, ciclobenzoatos, citratos, estearatos, sorbatos, sebacatos, azelatos, butiratos, valeratos; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en derivados de fenol, tales como fenoles sustituidos con alquilo o arilo; y/o
- 20 -uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en silanoles, siloxanos; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en sulfatos, tales como alquilsulfatos, sulfonatos tales como alquilarilsulfonatos tales como sulfonatos de alquilo, fosfatos tales como tripolifosfatos; y/o
- uno o más plastificantes en forma de hidroxiácidos; y/o
- 25 -uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en amidas monoméricas, tales como acetamidas, benzamida, amidas de ácido graso, tales como amidas de aceite de resina; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en compuestos de amonio cuaternario, tales como trimetilglicina, cloruro de diestearildimetilamonio; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en aceites vegetales, tales como aceite de ricino, aceite de palma, aceite de linaza, aceite de soja; y/o
- 30 -aceite de resina; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en aceites hidrogenados, aceites acetilados; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados de ésteres metílicos ácidos; y/o
- 35 -uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en alquilpoliglucósidos, gluconamidas, aminoglucosamidas, ésteres de sacarosa, ésteres de sorbitán; y/o
- uno o más plastificantes seleccionados del grupo que consiste en polietilenglicoles, éteres de polietilenglicol; y/o
- uno o más plastificantes en forma de polioles, tales como glicerol, tales como 1,1,1-tris(hidroximetil)propano; y/o
- trietanolamina.
- 40 11. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) está en forma de propilenglicoles, derivados de fenol, silanoles, siloxanos, hidroxiácidos, aceites vegetales, polietilenglicoles, éteres de polietilenglicol, trietanolamina o cualquier mezcla de los mismos.
- 45 12. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) comprende uno o más plastificantes que tienen un punto de ebullición de 100 a 380 °C, más preferido de 120 a 300 °C, más preferido de 140 a 250 °C.
- 50 13. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) comprende uno o más polietilenglicoles que tienen un peso molecular promedio de 150 a 50 000 g/mol, en particular de 150 a 4000 g/mol, más particular de 150 a 1000 g/mol, preferiblemente de 150 a 500 g/mol, más preferiblemente de 200 a 400 g/mol.
- 55 14. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 60, preferiblemente del 2,5 al 25, más preferiblemente del 3 al 15 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).
- 60 15. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende un componente adicional (iv) en forma de uno o más agentes de acoplamiento, tales como silanos organofuncionales.
- 65 16. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además un componente (v) en forma de uno o más componentes seleccionados del grupo de bases, tales como amoniaco, tales como hidróxidos de metales alcalinos, tales como KOH, tales como hidróxidos de metales alcalinotérreos, tales como Ca(OH)<sub>2</sub>, tales como Mg(OH)<sub>2</sub>, tales como aminas o cualquier sal de los mismos.

17. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende un componente adicional en forma de urea, en particular en una cantidad del 5 al 40 % en peso, tal como del 10 al 30 % en peso, tal como del 15 al 25 % en peso, basado en el peso seco del componente (i).
- 5 18. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende un componente adicional en forma de una o más resinas de silicona.
- 10 19. Una composición de aglutinante acuoso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición de aglutinante acuoso no contiene una lignina oxidada con amoniaco (AOL).
- 15 20. Un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende la etapa de poner en contacto las fibras minerales con la composición de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones 1-19 y curar la composición de aglutinante.
- 20 21. Un producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con un aglutinante resultante del curado de una composición de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones 1-20.
- 25 22. Uso de un componente de lignina en forma de una o más ligninas kraft que tienen las características del componente (i) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, para la preparación de una composición de aglutinante exenta de fenol y formaldehído para lana mineral, donde la composición de aglutinante comprende además un componente (ii) en forma de uno o más reticulantes, y un componente (iii) en forma de uno o más plastificantes, con la condición de que la composición no comprende un reticulante seleccionado de entre compuestos epoxídicos que tienen un peso molecular Pm de 500 o menos.

25

30

35

40

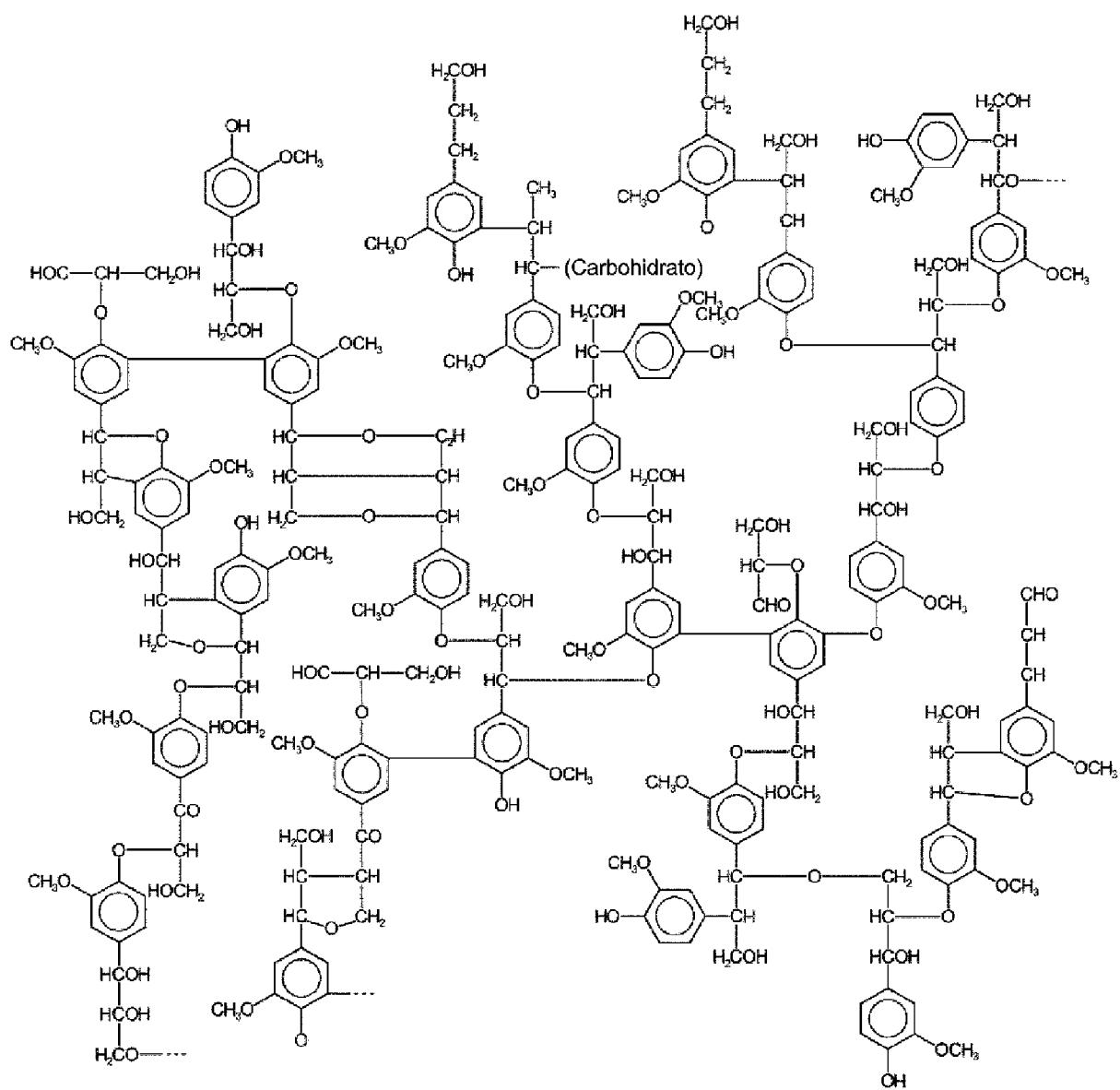
45

50

55

60

65

**Figura 1**

**Figura 2**

Espectros de RMN 31P de ligninas kraft disueltas en amoníaco y liofilizadas

