

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 014**

51 Int. Cl.:

C03C 25/321 (2008.01)

D04H 1/4209 (2012.01)

D04H 1/587 (2012.01)

D04H 1/64 (2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA
TRAS OPOSICIÓN

T5

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.08.2014 E 14182162 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **26.03.2025 EP 2990494**

54 Título: **Bioaglutinante**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente modificada:
13.06.2025

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**HANSEN, ERLING LENNART;
HJELMGAARD, THOMAS;
NISSEN, POVL y
NAERUM, LARS**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 620 014 T5

DESCRIPCIÓN

Bioaglutinante

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un aglutinante acuoso para productos de fibra mineral, a un método para producir un producto de fibra mineral unido utilizando dicho aglutinante, y a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con el aglutinante curado.

10 Antecedentes de la invención

Los productos de fibra mineral comprenden generalmente fibras vítreas artificiales (FVA) tales como, por ejemplo, fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, lana de escoria, lana mineral y lana de piedra (lana de roca), 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 después 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 exentos de formaldehído tales como, por ejemplo, las composiciones de aglutinante basadas en polímeros de policarboxilo y polioles o poliaminas, según se expone en las patentes EP-A-583086, EP-A-990727, EP-A-1741726, US-A-5.318.990 y US-A-2007/0173588.

Otro grupo de aglutinantes distintos de fenol-formaldehído son los productos de reacción de adición/eliminación de anhídridos alifáticos y/o aromáticos con alcanolaminas, p. ej., según se expone en las patentes 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 completamente o al menos parcialmente a partir de materiales renovables y existe, por tanto, la necesidad de proporcionar aglutinantes para lana mineral que se produzcan al menos parcialmente a partir de materiales renovables.

50 Resumen de la invención

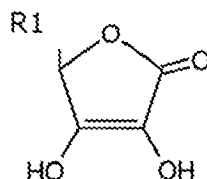
Por tanto, era un objeto de la presente invención proporcionar una composición acuosa de aglutinante que sea particularmente adecuada para unir fibras minerales, se produzca de forma económica y utilice materiales renovables como productos de partida para la preparación de la composición acuosa de aglutinante.

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

Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición acuosa de aglutinante para fibras minerales que comprende:

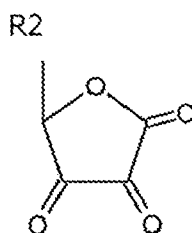
60 un componente (i) en forma de uno o más compuestos seleccionados de:

– compuestos de la fórmula, y cualquier sal de los mismos:



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina.

5 – compuestos de la fórmula, y cualquier sal de los mismos:



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina.

un componente (ii) en forma de uno o más compuestos seleccionados de amoníaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos;

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

en donde la proporción de los componentes (i), (ii) y (iii) está comprendida en el intervalo de 1 % a 50 % en peso de componente (i) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), de 50 % a 99 % en peso del componente (iii) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), y de 0,1 a 10,0 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a componente (i).

Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con la composición acuosa de aglutinante y curar la composición de aglutinante.

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

Los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que es posible preparar una composición de aglutinante para fibras minerales que utiliza en gran medida materiales de partida que son renovables y que permiten, al mismo tiempo, la producción económica del aglutinante. Puesto que una parte significativa de los materiales de partida utilizados para el aglutinante según la presente invención procede de biomasa y, al mismo tiempo, los materiales usados tienen un precio comparativamente bajo, el aglutinante según la presente invención es tanto económica como ecológicamente ventajoso. La combinación de estos dos aspectos es particularmente notable, ya que los “biomateriales” suelen ser más caros que los materiales convencionales.

Al mismo tiempo, los aglutinantes según la presente invención muestran excelentes propiedades cuando se utilizan para unir fibras minerales. La resistencia mecánica se mejora, y tiene también un elevado nivel inesperado cuando se somete a condiciones de envejecimiento.

Una ventaja adicional de los aglutinantes según la presente invención es que tienen una velocidad de curado comparativamente elevada a una baja temperatura de curado.

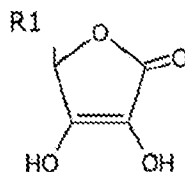
Además, los aglutinantes según una realización de la presente invención no son fuertemente ácidos y, por tanto, superan los problemas de corrosión asociados con los aglutinantes fuertemente ácidos conocidos del estado de la técnica.

Descripción de las realizaciones preferidas

La composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende:

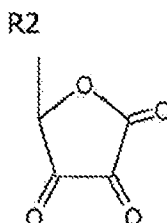
un componente (i) en forma de uno o más compuestos seleccionados de:

- compuestos de la fórmula, y cualquier sal de los mismos:



- 5 en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxi-alquilo, dihidroxi-alquilo, polihidroxi-alquilo, alquilenos, alcoxi, amina.

- compuestos de la fórmula, y cualquier sal de los mismos:



- 10 en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxi-alquilo, dihidroxi-alquilo, polihidroxi-alquilo, alquilenos, alcoxi, amina.

un componente (ii) en forma de uno o más compuestos seleccionados de amoníaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos;

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

Preferiblemente, los aglutinantes según la presente invención tienen un pH de 6-9.

- 20 Preferiblemente, alquilo es alquilo C₁-C₁₀.

Preferiblemente, monohidroxi-alquilo es monohidroxi-alquilo C₁-C₁₀.

- 25 Preferiblemente, dihidroxi-alquilo es dihidroxi-alquilo C₁-C₁₀.

Preferiblemente, polihidroxi-alquilo es polihidroxi-alquilo C₁-C₁₀.

Preferiblemente, alquilenos es alquilenalquilo C₁-C₁₀.

- 30 Preferiblemente, alcoxi es alcoxi-alquilo C₁-C₁₀.

Preferiblemente, los aglutinantes según la presente invención están exentos de formaldehído.

- 35 Para el fin de la presente solicitud, se define que la expresión “exento de formaldehído” caracteriza un producto de lana mineral donde la emisión está por debajo de 5 µg/m²/h de formaldehído procedente del producto de lana mineral, preferiblemente por debajo de 3 µg/m²/h. Preferiblemente, el ensayo se lleva a cabo de acuerdo con la norma ISO 16000 para analizar las emisiones de aldehído.

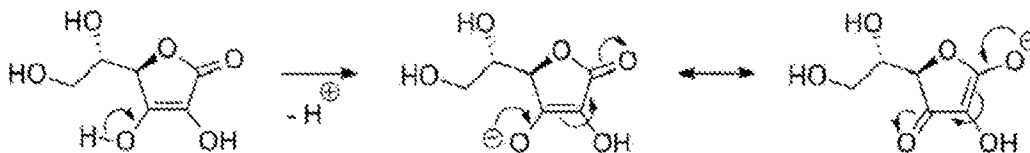
Componente (i) del aglutinante

- 40 Preferiblemente, el componente (i) está en forma de uno o más componentes seleccionados de ácido ascórbico o isómeros o sales o derivados, preferiblemente derivados oxidados, de los mismos.

- 45 Los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que el ácido ascórbico, que es un material comparativamente barato y que se puede producir a partir de biomasa, o sus derivados, se puede usar como base para una composición de aglutinante para fibras minerales.

El ácido ascórbico, o vitamina C, es un compuesto orgánico no tóxico, de origen natural, con propiedades antioxidantes. Desde el punto de vista industrial, el ácido ascórbico se puede obtener, por ejemplo, mediante la fermentación de glucosa. La estructura principal del ácido ascórbico contiene un único anillo de cinco miembros, una γ-lactona, que contiene un enodiol. Por lo tanto, el ácido ascórbico se puede clasificar como una 3,4-dihidroxi-furan-2-ona.

Incluso aunque el ácido ascórbico no contenga una funcionalidad ácido carboxílico, los 3 grupos hidroxilo son bastante ácidos ($pK_a = 4,04$) ya que el anión ascorbato resultante está estabilizado por deslocalización de la carga.



En una realización preferida, el componente (i) se selecciona de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico, ácido deshidroascórbico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro.

En una realización preferida adicional, el componente (i) se selecciona de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico y ácido deshidroascórbico.

Componente (ii) del aglutinante

El componente (ii) se selecciona de amoníaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos. En una realización preferida, el componente (ii) se selecciona de amoníaco, piperazina, hexadimetilendiamina, m-xililendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, monoetanolamina, dietanolamina y/o trietanolamina.

Componente (iii) del aglutinante

El componente (iii) está en forma de uno o más carbohidratos.

Se puede usar almidón como materia prima para varios carbohidratos tales como jarabes de glucosa y dextrosa. Dependiendo de las condiciones de reacción empleadas en la hidrólisis del almidón, se obtiene una variedad de mezclas de dextrosa y productos intermedios que se pueden caracterizar mediante su número ED. ED es la abreviatura de Equivalente de Dextrosa, y se define como el contenido de azúcares reductores, expresado como el número de gramos de D-glucosa anhidra por 100 g de materia seca en la muestra, cuando se determina por el método especificado en la Norma Internacional ISO 5377-1981 (E). Este método mide los grupos terminales reductores, y asigna un valor ED 100 a la dextrosa pura, y un valor ED 0 al almidón puro.

En una realización preferida, el carbohidrato se selecciona de 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 equivalente de dextrosa ED = 20-99, tal como ED = 50-85, tal como ED = 60-99. El término "dextrosa" tal como se usa en la presente solicitud se define para abarcar la glucosa y sus hidratos.

En una realización especialmente preferida, el componente (iii) se selecciona de dextrosa, jarabe de glucosa, xilosa, fructosa o sacarosa.

Relaciones en peso de los componentes de la composición acuosa de aglutinante

Componente (iv) del aglutinante

en donde la proporción de los componentes (i), (ii) y (iii) está comprendida en el intervalo de 1 % a 50 % en peso de componente (i) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), de 50 % a 99 % en peso del componente (iii) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), y de 0,1 a 10,0 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a componente (i).

En una realización preferida, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además un componente (iv) en forma de uno o más aditivos. Estos aditivos también pueden estar en forma de uno o más catalizadores.

En una realización especialmente preferida, el aditivo es un ácido mineral o sales del mismo, y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,05 a 10 % en peso, tal como de 1 al 7 % en peso, basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), donde el componente (ii) está preferiblemente presente en la cantidad de 0,1 a 10 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a los equivalentes molares combinados del componente (i), (iv) y el componente (v).

En una realización particularmente preferida, el aditivo se selecciona de la lista que consiste en sales de sulfato de amonio, sales de fosfato de amonio, sales de nitrato de amonio y sales de carbonato de amonio.

Las sales de sulfato de amonio pueden incluir $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $(\text{NH}_4)\text{HSO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Las sales de carbonato de amonio pueden incluir $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ y NH_4HCO_3 .

Las sales de fosfato de amonio pueden incluir $\text{H}(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4$, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y polifosfato de amonio.

En una realización particularmente preferida, el aditivo se selecciona del grupo que consiste en ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido hipofosforoso y ácido fosfórico, y sales de los mismos, preferiblemente la sal sódica del ácido hipofosforoso.

Se ha descubierto sorprendentemente que, mediante la adición de un ácido mineral como el ácido hipofosforoso a la composición acuosa de aglutinante, las propiedades de la composición acuosa de aglutinante según la presente invención se pueden mejorar considerablemente.

En particular, los presentes inventores han descubierto que, mediante la inclusión de un ácido mineral tal como el ácido hipofosforoso o ácido sulfúrico en la composición de aglutinante según la presente invención, la temperatura inicial y final de curado se puede reducir considerablemente. Además, la pérdida de reacción se puede reducir mediante la inclusión de un ácido mineral, como un ácido hipofosforoso o ácido sulfúrico, conservando al mismo tiempo las propiedades mecánicas del producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con las composiciones de aglutinante endurecidas.

Se puede conseguir una pérdida de reacción incluso inferior mediante la inclusión de una sal de sulfato de amonio, tal como la adición de ácido sulfúrico con amoníaco, como aditivo en la composición de aglutinante según la presente invención.

Como se puede observar a partir de los resultados experimentales documentados en los ejemplos siguientes, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención, incluso aunque no contiene el componente (iv) en forma de uno o más aditivos, tiene una pérdida de reacción considerablemente inferior a la del aglutinante A de referencia. La inclusión de un aditivo, por ejemplo, en forma de ácido hipofosforoso o sal de sulfato de amonio, reduce aún más esta pérdida de reacción ya disminuida. La pérdida de reacción conseguida mediante la inclusión de dichos aditivos en los aglutinantes según la presente invención está en el mismo nivel que la pérdida de reacción para los aglutinantes de referencia B, C y D (véanse los ejemplos siguientes). Sin embargo, a diferencia de los aglutinantes según la presente invención, estos aglutinantes de referencia B, C y D requieren una reacción previa para la preparación de los aglutinantes.

Por tanto, los aglutinantes según la presente invención son claramente ventajosos con respecto a los aglutinantes conocidos del estado de la técnica. Por una parte, la pérdida de reacción para los aglutinantes según la presente invención es claramente menor que la pérdida de reacción para un aglutinante de referencia (véanse los ejemplos siguientes). Por otra parte, los aglutinantes según la presente invención consiguen la misma baja pérdida de reacción que los aglutinantes de referencia B, C y D (véanse los ejemplos siguientes) y, al mismo tiempo, no necesitan una reacción previa. La combinación de una baja pérdida de reacción y la ausencia de la necesidad de hacer reaccionar previamente los componentes no se consigue por ninguno de los aglutinantes del estado de la técnica.

Componente (v) del aglutinante

De manera opcional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende un componente adicional (v), que está en forma de una o más siliconas reactivas o no reactivas.

En una realización preferida, 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 componentes de la composición de aglutinante y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,1 a 15 % en peso, preferiblemente de 0,1 a 10 % en peso, más preferiblemente de 0,3 a 8 % en peso, basándose en los sólidos aglutinantes.

Componente (vi) del aglutinante

De manera opcional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende además un componente (vi) en forma de urea, preferiblemente en una cantidad de 0 % a 40 % en peso de urea, preferiblemente de 0 % a 20 % en peso de urea, basándose en la masa de los componentes (i) y (iii).

Componentes adicionales de la composición de aglutinante

De manera opcional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención puede contener otros componentes, además de los componentes (i), (ii), (iii), (iv), (v) y (vi) anteriormente mencionados. Sin embargo, en una realización preferida, >95 % en peso del contenido en sólidos total de la composición está formado por componente (i), componente (ii), componente (iii), componente (iv), componente (v) y componente (vi), basándose en el contenido en sólidos de componente de aglutinante.

En otras palabras, cualesquiera componentes adicionales, si están presentes, están presentes preferiblemente en una cantidad <5 % en peso del contenido en sólidos total de la composición de aglutinante.

La presente invención también se refiere a un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con la composición de aglutinante según la presente invención, y curar la composición de aglutinante.

La presente invención se refiere también a un producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada anteriormente descrita.

Producto de fibra mineral

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, por ejemplo, como un producto de lana de roca.

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.

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.

Normalmente, el horno de curado se hace funcionar a una temperatura de desde aproximadamente 150 °C hasta aproximadamente 350 °C. Preferiblemente, la temperatura de curado oscila entre aproximadamente 200 y aproximadamente 300 °C. Generalmente, el tiempo de permanencia del horno de curado es de 30 segundos a 20 minutos, dependiendo, por ejemplo, de la densidad del producto.

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. Así, 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, como medio de cultivo hortícola y en otras aplicaciones.

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/m³, preferiblemente de 20 a 200 kg/m³. 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 %.

Aunque la composición acuosa de aglutinante según la presente invención es especialmente útil para unir fibras minerales, también se puede emplear en otras aplicaciones típicas para aglutinantes y agentes de dimensionado, por ejemplo, como aglutinante para arena de fundición, conglomerado, tejido de fibra de vidrio, fibras celulósicas, productos de papel no tejidos, materiales compuestos, artículos moldeados, recubrimientos, etc.

Los siguientes ejemplos están previstos para ilustrar de forma adicional la invención, sin limitar su alcance.

Ejemplos

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.

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

Contenido en sólidos de componente de aglutinante

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.

Salvo por el ascorbato de calcio dihidrato (Sigma Aldrich), una solución acuosa de amoníaco al 28 % (Sigma Aldrich), un jarabe acuoso de glucosa al 75 % con un valor ED de 95 a menos de 100 (C*sweet D 02767 de Cargill), y una solución acuosa al 50 % de ácido hipofosforoso (Sigma Aldrich), el resto de los componentes se suministraron en alta pureza por Sigma-Aldrich.

Sólidos aglutinantes

El contenido de aglutinante tras el curado se denomina «sólidos de aglutinante».

Muestras de lana de piedra en forma de disco (diámetro: 5 cm; altura 1 cm) se recortaron de lana de roca y se trataron térmicamente a 580 °C durante al menos 30 minutos para eliminar todos los compuestos orgánicos. Los sólidos aglutinantes de una solución aglutinante dada se midieron distribuyendo dos muestras de la solución aglutinante (cada una de aproximadamente 2,0 g) sobre dos de los discos de lana mineral tratada térmicamente que se pesaron antes y después de la aplicación de la solución aglutinante. Los discos de lana mineral cargados de aglutinante se calentaron posteriormente 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. A continuación se puede producir un aglutinante con el contenido en sólidos aglutinantes deseado mediante dilución con la cantidad necesaria de agua, o agua y solución acuosa de silano al 10 % (Momentive VS-142).

Pérdida de reacción

La pérdida por reacción se define como la diferencia entre los sólidos del componente de aglutinante y los sólidos de aglutinante.

Características del curado - Mediciones de DMA (análisis mecánico dinámico)

Una solución de sólidos aglutinantes al 15 % se obtuvo tal como se ha descrito anteriormente. Filtros de microfibras de vidrio cortados y pesados de vidrio Whatman™ (GF/B, 150 mm Ø, n.º cat. 1821 150) (2,5 x 1 cm) se sumergieron en la solución de aglutinante durante 10 segundos. A continuación se secó el filtro empapado con aglutinante resultante en una “estructura intercalada” que consistía en (1) una placa de metal de 8 x 8 x 1 cm de 0,60 kg, (2) cuatro capas de papeles de filtro convencionales, (3) el filtro de microfibras de vidrio empapado con aglutinante, (4) cuatro capas de papeles de filtro convencionales, (5) una placa de metal de 8 x 8 x 1 cm de 0,60 kg, durante aproximadamente 2 x 2 minutos aplicando un peso de 3,21 kg sobre la parte superior de la “estructura intercalada”. En un experimento típico, el filtro de microfibras de vidrio Whatman™ cortado pesaría 0,035 g antes de la aplicación del aglutinante y 0,125 g después de la aplicación y secado, lo que corresponde a una carga de la solución aglutinante del 72 %. Todas las mediciones de DMA se realizaron con cargas de solución de aglutinante del 72±1 %.

Las mediciones de DMA se tomaron en un equipo Mettler Toledo DMA 1 calibrado frente a un termómetro certificado a temperatura ambiente y los puntos de fusión de indio y estaño certificados. El aparato se hizo funcionar en un modo de flexión en voladizo simple; abrazaderas de titanio; distancia entre abrazaderas de 1,0 cm; temperatura de tipo de segmento; intervalo de temperatura 40-280 °C; velocidad de calentamiento 3 °C/min; desplazamiento 20 µm; frecuencia 1 Hz; modo de oscilación frecuencia única. El principio y el fin del curado se evaluaron con el programa informático STARE Versión 12.00.

Estudios de resistencia mecánica

Se analizó la resistencia mecánica de los aglutinantes en un ensayo de pastilla. Para cada aglutinante, se fabricaron cuatro tablillas a partir de una mezcla del aglutinante y trozos de lana mineral procedentes de la producción de lana mineral por hilado. Los residuos sólidos son partículas que tienen la misma composición de masa fundida que las fibras de lana de piedra, y los residuos sólidos se consideran normalmente un producto de desecho del proceso de hilatura. Los residuos sólidos usados para la composición de pastilla tienen un tamaño de 0,25-0,50 mm.

Se obtuvo una solución de aglutinante con 15 % de sólidos aglutinantes que contiene 0,5 % de silano (Momentive VS-142) de sólidos aglutinantes, tal como se ha descrito anteriormente. A continuación, cuatro muestras de la solución aglutinante (cada una de 4,0 g) se mezclaron bien con cuatro muestras de trozos (cada una de 20,0 g). Las cuatro mezclas resultantes se transfirieron a continuación a cuatro recipientes de papel de aluminio redondos (fondo Ø = 4,5 cm, superior Ø = 7,5 cm, altura = 1,5 cm). Una por una, las mezclas se presionaron fuertemente con un vaso de precipitados de vidrio de fondo plano adecuadamente dimensionado para conseguir una superficie uniforme de la

tablilla. Luego se curaron las pastillas resultantes a 250°C durante 1 h. Después de enfriamiento hasta temperatura ambiente, se extrajeron las pastillas cuidadosamente de los recipientes. Dos de las cuatro tablillas se sumergieron a continuación en un baño de agua a 80 °C durante 3 h para simular el envejecimiento. Después de secar durante 1-2 días, las tablillas se rompieron manualmente en dos mitades, por lo que se puede evaluar la capacidad de un

aglutinante dado para unir trozos entre sí. Los aglutinantes recibieron las notas fuerte (***), medio (**) o débil (*).

Para investigar las propiedades de los aglutinantes según la presente invención, se preparó un número elevado de composiciones de aglutinante según la presente invención, que se usaron para unir trozos de mineral y se compararon con los resultados correspondientes de aglutinantes según el estado de la técnica.

Los resultados de la evaluación de los aglutinantes según la presente invención y los aglutinantes según el estado de la técnica se resumen en la Tabla 1.

Aglutinantes de referencia del estado de la técnica preparados como ejemplos comparativos

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia A

Una mezcla de ácido cítrico anhidro (1,7 g, 8,84 mmol) y dextrosa monohidrato (9,55 g; así, eficazmente 8,68 g, 48,2 mmol de dextrosa) en agua (26,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución clara. Amoníaco ac. al 28 % (1,30 g; así eficazmente 0,36 g, 21,4 mmol de amoníaco) se añadió gota a gota a continuación (pH = 5,18. Después se midieron los sólidos de aglutinante (16,8 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,121 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,113 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,008 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 5,0.

Ejemplo de aglutinante, aglutinante de referencia B

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 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 enfría 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 después 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 acid tolerance (tolerancia a la acidez- AT) se calcula dividiendo la cantidad de ácido usada en la valoración (ml) entre la cantidad de muestra (ml):

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

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

A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente y la mezcla se diluyó con la cantidad de agua requerida para las mediciones de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), o agua y silano (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes) para mediciones de resistencia mecánica.

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia C

Este aglutinante se basa en los productos de reacción de alcanolamina-anhídrido de ácido policarboxílico.

Se coloca dietanolamina (DEA, 231,4 g) en un reactor de vidrio de 5 litros dotado de un agitador y una camisa de calentamiento/enfriamiento. Se eleva la temperatura de la dietanolamina hasta 60 °C, tras lo cual se añade anhídrido tetrahidroftálico (THPA, 128,9 g). Después de elevar la temperatura y mantenerla a 130 °C, se añade una segunda porción de anhídrido tetrahidroftálico (64,5 g) seguido por anhídrido trimelítico (TMA, 128,9 g). Después de reaccionar durante 1 hora a 130°C, se enfría la mezcla hasta 95°C. Se añade agua (190,8 g) y se continúa con la agitación durante 1 hora. Después de enfriar hasta temperatura ambiental, se vierte la mezcla en agua (3,40 kg) y se añaden ácido hipofosforoso ac. al 50 % (9,6 g) y amoniaco ac. al 25 % (107,9 g) con agitación. Se calienta jarabe de glucosa (1,11 kg) a 60 °C y después se añade con agitación seguido de silano ac. al 50 % (Momentive VS-142) (5,0 g).

A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente, y la mezcla se diluyó con la cantidad requerida de agua para las mediciones de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %).

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia D

Este aglutinante se basa en los productos de reacción de alcanolamina-anhídrido de ácido policarboxílico.

Se coloca dietanolamina (DEA, 120,5 g) en un reactor de vidrio de 5 litros dotado de un agitador y una camisa de calentamiento/enfriamiento. Se eleva la temperatura de la dietanolamina hasta 60 °C, tras lo cual se añade anhídrido tetrahidroftálico (THPA, 67,1 g). Después de elevar la temperatura y mantenerla a 130 °C, se añade una segunda porción de anhídrido tetrahidroftálico (33,6 g) seguido por anhídrido trimelítico (TMA, 67,1 g). Después de reaccionar durante 1 hora a 130°C, se enfría la mezcla hasta 95°C. Se añade agua (241,7 g) y se continúa con la agitación durante 1 hora. Entonces se añade urea (216,1 g), y se continúa con la agitación hasta que se disuelven todos los sólidos. Después de enfriar hasta temperatura ambiental, se vierte la mezcla en agua (3,32 kg) y se añaden ácido hipofosforoso ac. al 50 % (5,0 g) y amoniaco ac. al 25 % (56,3 g) con agitación.

Se calienta jarabe de glucosa (1,24 kg) a 60 °C y después se añade con agitación seguido de silano ac. al 50 % (Momentive VS-142) (5,0 g).

A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente, y la mezcla se diluyó con la cantidad requerida de agua para las mediciones de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %).

Composiciones de aglutinante según la presente invención

Ejemplo de aglutinante, entrada 2

En lo sucesivo, el número de entrada de los ejemplos de aglutinante corresponde al número de entrada usado en la Tabla 1. Los números de entrada 2, 8, 10 a 44 y 46 a 51 se refieren a ejemplos de aglutinantes según la invención. Los otros números de entrada se refieren a ejemplos de aglutinantes que no conforman con la invención.

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; por tanto, eficazmente 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente (pH 1,9). Amoniaco ac. al 28 % (1,64 g; por lo tanto eficientemente, 0,46 g, 27,0 mmol de amoniaco) se añadió después gota a gota hasta un pH = 6,1. Después se midieron los sólidos de aglutinante (18,6 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,240 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,231 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,1.

Ejemplo de aglutinante, entrada 12

Una mezcla de ácido L-ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; por tanto, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente (pH 1,8). Amoniaco ac. al 28 % (0,76 g; por lo tanto eficientemente, 0,21 g, 12,5 mmol de amoniaco) se añadió después gota a gota hasta un pH = 6,7. Después se midieron los sólidos de aglutinante (18,8 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,250 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,241 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,7.

Ejemplo de aglutinante, entrada 19

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; por tanto, eficazmente 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente (pH 2,0). A continuación se añadió trietanolamina (3,22 g, 21,6 mmol) gota a gota hasta pH = 6,1. Después se midieron los sólidos de aglutinante (18,6 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,238 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,229 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,1.

Ejemplo de aglutinante, entrada 23

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; por tanto, eficazmente 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente (pH 1,8). Amoniaco ac. al 28 % (1,89 g; por lo tanto eficientemente, 0,53 g, 31,1 mmol) se añadió después gota a gota hasta un pH = 8,5. Después se midieron los sólidos de aglutinante (19,1 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,272 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,262 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 8,5.

Ejemplo de aglutinante, entrada 25

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y xilosa (11,3 g, 62,5 mmol) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 2,0). Amoniaco ac. al 28 % (1,72 g; por lo tanto eficientemente, 0,48 g, 28,3 mmol de amoniaco) se añadió después gota a gota hasta un pH = 6,0. Después se midieron los sólidos de aglutinante (17,5 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,168 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,159 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,0.

Ejemplo de aglutinante, entrada 30

Una mezcla de ácido deshidroascórbico (3,75 g, 21,5 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; por tanto, eficazmente 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Amoniaco ac. al 28 % (5,11 g; por lo tanto eficientemente, 1,43 g, 84,0 mmol de amoniaco) se añadió después gota a gota hasta un pH = 6,4. Después se midieron los sólidos de aglutinante (18,8 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,253 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,244 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,4.

Ejemplo de aglutinante, entrada 38

Una mezcla de ácido L-ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; por tanto, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; así eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) se añadió a continuación (pH 1,3). Amoniaco ac. al 28 % (0,99 g; por lo tanto eficientemente, 0,28 g, 16,3 mmol de amoniaco) se añadió después gota a gota hasta un pH = 6,7. Después se midieron los sólidos de aglutinante (20,1 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,341 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,331 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,4.

ES 2 620 014 T5

El resto de aglutinantes mencionados en la Tabla 1 se prepararon de una forma análoga a la preparación anteriormente mostrada.

Tabla 1-1

5

	Aglutinantes de referencia				Ácido ascórbico o deriv., jarabe de glucosa, amoniacó							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amoniacó						
Entrada	A	B	C	D	1	2	3	4	5	6	7	8	9	2	10	11	12	13
Composición de aglutinante																		
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) ^[a]																		
Ácido L-ascórbico	-	-	-	-	100	25	-	-	100	25	-	50	75	25	20	15	10	5
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) ^[a]																		
Jarabe de glucosa	-	-	-	-	-	75	75	75	-	75	100	50	25	75	80	85	90	95
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]																		
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]																		
Amoniacó	-	-	-	-	1,4	1,3	-	-	-	-	-	1,1	1,1	1,3	1,4	1,3	1,5	1,5
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Aglutinantes de referencia				Ácido ascórbico o deriv., jarabe de glucosa, amoniacó							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amoniacó						
Entrada	A	B	C	D	1	2	3	4	5	6	7	8	9	2	10	11	12	13

Propiedades del aglutinante																			
Inicio del curado (° C)	144	159	178	196	167	171	181	185	193	212	221	160	167	171	184	193	202	208	
Fin del curado (° C)	166	172	210	220	183	194	212	207	208	239	247	184	183	194	202	209	218	228	
Pérdida por reacción (%)	39,3	28,5	28,9	30,6	40,4	37,8	41,8	44,2	30,4	28,6	-	40,4	41,0	37,8	37,9	38,0	37,4	39,3	
pH de sol. al 15 %	5,0	10,0	6,1	6,2	5,9	6,1	6,8	7,1	1,8	2,2	8,4	6,1	6,1	6,1	6,4	6,2	6,7	7,5	
Resistencia mecánica, no envejecido	***	***	***	**	*	***	*	*	*	*	***	*	-	***	***	***	***	***	
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	***	**	*	**	*	*	*	*	**	*	-	**	***	***	***	**	

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Tabla 1-2

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina, pH					
Entrada	14	15	16	2	17	18	19	20	21	22	23	2	24
Composición de aglutinante													
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) [a]													
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) [a]													
Jarabe de glucosa	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso)[a]													
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido sulfúrico	-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) [b]													
Amoniaco	-	-	-	1,3	-	-	-	-	-	-	1,5	1,3	1,0

Piperazina	1,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	1,0	-	-	-	-	-	1,0	1,0	0,9	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	1,4	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante													
	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina, pH					
Entrada	14	15	16	2	17	18	19	20	21	22	23	2	24
Inicio del curado (° C)	147	168	171	171	182	183	191	168	168	172	170	171	174
Fin del curado (° C)	174	194	195	194	201	208	212	194	194	196	194	194	196
Pérdida por reacción (%)	43,0	38,2	33,3	37,8	37,0	44,1	45,7	38,2	36,0	36,0	36,2	37,8	36,3
pH de sol. al 15 %	5,5	6,4	6,2	6,1	5,7	6,2	6,1	6,4	8,1	5,0	8,5	6,1	5,2
Resistencia mecánica, no envejecido	*	**	**	***	**	***	***	**	***	***	***	***	**
Resistencia mecánica, envejecido	*	**	**	**	*	***	***	**	**	**	**	**	**
[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.													

Tabla 1-3

	Ácido ascórbico + carbohidrato + amoníaco				Derivado de ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amoníaco					
Entrada	25	2	26	27	2	28	29	30	31	32
Composición de aglutinante										
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)										
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	-	18,8	-	18,8	-
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	6,2	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	6,2	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	25	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	25
Hidrato de carbono (% en peso)										
Jarabe de glucosa	-	75	-	-	75	75	75	75	75	75
Xilosa	75	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	75	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	75	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]										
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

ES 2 620 014 T5

Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]										
Amoníaco	1,3	1,3	1,3	1,4	1,3	1,3	1,1	3,9	1,1	1,7
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante										
Inicio del curado (° C)	166	171	184	197	171	173	176	181	181	185
Fin del curado (° C)	185	194	207	221	194	197	197	203	199	204
Pérdida por reacción (%)	41,5	37,8	40,8	36,9	37,8	37,9	37,6	36,9	38,3	40,2
pH de sol. al 15 %	6,0	6,1	6,4	6,4	6,1	6,3	6,1	6,4	6,2	6,1
Resistencia mecánica, no envejecido	**	***	**	***	***	***	***	**	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	**	**	**	**	**	**	**	***
^[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. ^[b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.										

Tabla 1-4

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral + amoníaco															
Entrada	33	34	35	36	2	37	38	39	40	41	42	43	12	44	13	45
Composición de aglutinante																
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) ^[a]																
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	10	10	10	10	10	10	10	10	5	5	-
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) ^[a]																
Jarabe de glucosa	75	75	75	75	75	90	90	90	90	90	90	90	90	95	95	100
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]																
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

ES 2 620 014 T5

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral + amoniaco															
Entrada	33	34	35	36	2	37	38	39	40	41	42	43	12	44	13	45
Composición de aglutinante																
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) ^[a]																
Ácido hipofosforoso	5	2	1	0,5	-	5	2	-	-	1	0,5	-	-	5	-	2
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]																
Amoniaco	1,1	1,2	1,2	1,2	1,3	1,2	1,2	1,5	1,4	1,4	1,2	1,1	1,5	1,2	1,5	1,7
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametildiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante																
Inicio del curado (° C)	139	144	159	166	171	148	172	175	185	187	196	200	202	155	208	205
Fin del curado (° C)	157	179	190	193	194	169	193	199	203	206	214	221	218	175	228	236
Pérdida por reacción (%)	33,8	35,6	36,2	36,8	37,8	33,8	33,4	30,8	34,7	33,5	34,8	30,8	37,4	34,0	39,3	28,0
	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral + amoniaco															
Entrada	33	34	35	36	2	37	38	39	40	41	42	43	12	44	13	45
pH de sol. al 15 %	6,1	6,0	6,3	6,1	6,1	6,4	6,4	6,2	6,1	6,5	6,5	6,2	6,7	6,3	7,5	8,4
Resistencia mecánica, no envejecido	**	***	**	***	***	***	***	**	**	***	***	***	***	**	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	**	**	**	*	***	**	*	**	***	***	***	*	**	*

^[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. ^[b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Tabla 1-5

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral y/o urea + amoniaco									
Entrada	46	34	47	48	2	49	38	50	51	12
Composición de aglutinante										
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) [a]										
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	10	10	10	10	10
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral y/o urea + amoniaco									
Carbohidrato (% en peso) ^[a]										
Jarabe de glucosa	75	75	75	75	75	90	90	90	90	90
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]										
Urea	10	-	10	20	-	10	-	10	20	-
Ácido hipofosforoso	2	2	-	-	-	2	2	-	-	-
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]										
Amoniaco	1,1	1,2	1,2	1,5	1,3	1,2	1,2	1,7	1,4	1,5
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametildiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante										
Inicio del curado (° C)	156	144	177	183	171	166	172	194	195	202
Fin del curado (° C)	195	179	204	209	194	195	193	217	215	218
Pérdida por reacción (%)	37,6	35,6	39,2	40,4	37,8	35,3	33,4	37,5	38,6	37,4
pH de sol. al 15 %	6,1	6,0	6,0	6,1	6,1	6,5	6,4	6,1	6,3	6,7
Resistencia mecánica, no envejecido	*	***	*	*	***	**	***	*	*	***
Resistencia mecánica, envejecido	*	**	*	*	**	*	***	*	*	***
^[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. ^[b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.										

Las siguientes observaciones y conclusiones se pueden obtener del trabajo experimental documentado en la Tabla de 1-1 a 1-5:

5

Combinaciones de ácido L-ascórbico, sales de ascorbato, jarabe de glucosa y amoniaco a pH 6

Los componentes aglutinantes ácido L-ascórbico, sales de ascorbato, amoniaco y jarabe de glucosa se mezclaron en varias combinaciones y cantidades.

10

Combinaciones de ácido L-ascórbico, jarabe de glucosa y varias aminas a pH 6

Se sometió a ensayo una amplia y variada selección de aminas.

15

- Observaciones: Las temperaturas de curado se pueden modular considerablemente cambiando el componente de amina. Se pueden conseguir coincidencias o incluso mejores resistencias mecánicas mediante el uso de hexametildiamina, m-Xililendiamina, dietanolamina o trietanolamina en lugar del amoniaco.

Combinaciones de ácido L-ascórbico, jarabe de glucosa y aminos a pH 5-8,5

Se investigó la influencia del pH de la composición de aglutinante.

5 Combinaciones de ácido L-ascórbico, varios carbohidratos y amoníaco a pH 6

Se investigó una variada selección de carbohidratos.

Observaciones:

- 10
- Las temperaturas de curado se pueden modular considerablemente cambiando el componente de carbohidratos. Las propiedades mecánicas se conservan ampliamente.

Combinaciones de ácido ascórbico, variantes y derivados, jarabe de glucosa y amoníaco a pH 6

15 Se sometió a ensayo una selección de variantes de ácido ascórbico, tales como sales, estereoisómeros y ácido ascórbico oxidado.

Observaciones:

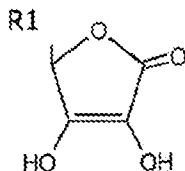
- 20
- Las propiedades aglutinantes no cambian considerablemente. Las propiedades mecánicas se conservan ampliamente.

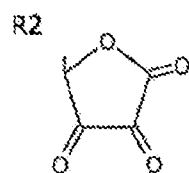
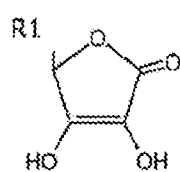
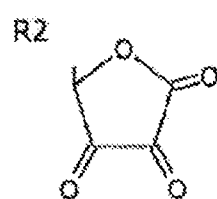
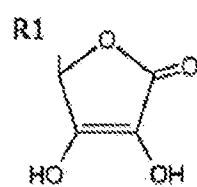
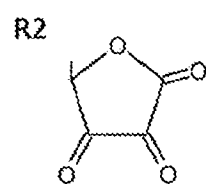
Combinaciones de ácido L-ascórbico, jarabe de glucosa, ácidos minerales y amoníaco a pH 6

25 Una selección de ácidos minerales se evaluó como aditivos.

Observaciones:

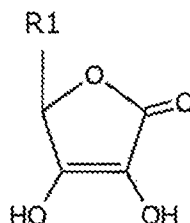
- 30
- La inclusión de ácidos minerales disminuye las temperaturas de inicio de curado y de finalización del curado y disminuye las pérdidas de reacción, y las propiedades mecánicas se conservan ampliamente.
 - La inclusión de ácido hipofosforoso o ácido sulfúrico mejora además las propiedades de la composición acuosa de aglutinante según la presente invención.
- 35



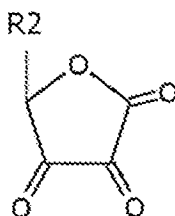


REIVINDICACIONES

1. Una composición acuosa de aglutinante para fibras minerales que comprende
un componente (i) en forma de uno o más compuestos seleccionados de:
-compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroخالquilo, dihidroxialquilo, polihidroخالquilo, alquileno, alcoxi, amina.
-compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroخالquilo, dihidroxialquilo, polihidroخالquilo, alquileno, alcoxi, amina.

- un componente (ii) en forma de uno o más compuestos seleccionados del grupo de amoniaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos;
un componente (iii) en forma de uno o más carbohidratos;
- en donde la proporción de los componentes (i), (ii) y (iii) está comprendida en el intervalo de 1 % a 50 % en peso de componente (i) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), de 50 % a 99 % en peso del componente (iii) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), y de 0,1 a 10,0 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a componente (i).
2. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 1, en donde el componente (i) se selecciona del grupo de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico, ácido deshidroascórbico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro.
3. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 1 o 2, en donde el componente (ii) se selecciona del grupo de amoniaco, piperazina, hexadimetilendiamina, m-xililendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, monoetanolamina, dietanolamina y/o trietanolamina.
4. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) se selecciona del grupo de dextrosa, jarabe de glucosa, xilosa, fructosa o sacarosa.
5. Una composición aglutinante acuosa de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende el componente (i) en forma de ácido ascórbico;
el componente (ii) en forma de amoniaco y/o dietanolamina y/o trietanolamina;
el componente (iii) en forma de dextrosa y/o un jarabe de glucosa con una ED de 60-99.
6. Una composición acuosa de aglutinante de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (iv) en forma de uno o más aditivos, preferiblemente de uso catalítico.

7. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 6, en donde el componente (iv) es un ácido mineral o sales del mismo, y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,05 % a 10 % en peso, tal como de 1 % a 7 % en peso, basándose en la masa de componentes (i) y (iii), por lo que el componente (ii) está preferiblemente presente en la cantidad de 0,1 a 10 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a los equivalentes molares combinados de componente (i) y componente (iv).
8. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 7, en donde el aditivo se selecciona del grupo de sales de sulfato de amonio, sales de fosfato de amonio, sales de nitrato de amonio y sales de carbonato de amonio.
9. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 7, en donde el aditivo se selecciona del grupo de ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido hipofosforoso y ácido fosfórico.
10. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (v) en forma de una o más siliconas reactivas o no reactivas.
11. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 10, en donde el componente (v) se selecciona del grupo que consiste en silicona constituida de una cadena principal compuesta de 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 de 0,1 % a 15 % en peso, preferiblemente de 0,1 % a 10 % en peso, más preferiblemente de 0,3 % a 8 % en peso, basándose en los sólidos aglutinantes.
12. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, por lo que la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (vi) en forma de urea, preferiblemente en una cantidad de 0 % a 40 % en peso, preferiblemente de 0 % a 20 % en peso de urea, basándose en la masa de componentes (i) y (iii).
13. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde >95 % en peso del contenido en sólidos total de la composición está formado por componente (i), componente (ii), componente (iii), componente (iv), componente (v) y componente (vi), basándose en el contenido en sólidos de componente de aglutinante.
14. Un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con una composición de aglutinante según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, y curar la composición de aglutinante.
15. Producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.