

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 924 073**

51 Int. Cl.:

C03C 13/06 (2006.01)

C03C 25/34 (2006.01)

C09D 103/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.12.2016 PCT/EP2016/081954**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.06.2017 WO17108811**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.12.2016 E 16812769 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.06.2022 EP 3393990**

54 Título: **Aglutinante de PEG**

30 Prioridad:

23.12.2015 EP 15202581

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

04.10.2022

73 Titular/es:

**ROCKWOOL INTERNATIONAL A/S (100.0%)
Hovedgaden 584
2640 Hedehusene, DK**

72 Inventor/es:

HJELMGAARD, THOMAS

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 924 073 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

Aglutinante de PEG

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 usando dicho aglutinante, y a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con un 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 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 disminución o eliminación de las emisiones de formaldehído han conducido al desarrollo de aglutinantes exentos de formaldehído tales como, por ejemplo, las composiciones de aglutinante basadas en polímeros de policarboxilo y polioles o poliaminas, tal como se da a conocer 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 distintos de fenol-formaldehído son los productos de reacción de adición/eliminación de anhídridos alifáticos y/o aromáticos con alcanolaminas, p. ej., 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. El documento WO 2008/023032 da a conocer aglutinantes modificados con urea del tipo que proporcionan productos de lana mineral que tienen una captación de humedad reducida.

El documento US 2014/364029 A1 describe una composición acuosa de aglutinante exento de formaldehído para fibras minerales que comprende un componente en forma de uno o más hidratos de carbono, un componente adicional en forma de uno o más compuestos seleccionados del grupo de amoníaco, aminas o sales de los mismos y un componente adicional en forma de Surfynol 465.

Mientras tanto, se han propuesto varios 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. Los componentes típicos de estos aglutinantes son componentes de hidratos de carbono, en particular componentes de azúcar.

Sin embargo, todavía puede ser difícil encontrar un buen equilibrio de alta resistencia de aglutinante, bajas temperaturas de curado y baja pérdida de reacción para estas composiciones de aglutinante existentes basadas en componentes de hidratos de carbono. Además, con el fin de lograr buenas propiedades mecánicas de tales composiciones de aglutinante basadas en componentes de hidratos de carbono, todavía se necesitan cantidades comparativamente altas de los componentes distintos de los componentes de hidratos de carbono. La necesidad de incluir cantidades comparativamente altas de los componentes distintos de los componentes de hidratos de carbono en estos aglutinantes conduce a mayores costes y disminuye el carácter de que los aglutinantes se basen en recursos renovables. La necesidad de incluir cantidades relativamente altas de los componentes distintos de los componentes de hidratos de carbono en estos aglutinantes también puede conducir a desventajas adicionales. Como ejemplo, en el caso de componentes ácidos, la necesidad de incluir estos componentes en altas cantidades conduce a un carácter corrosivo de las composiciones acuosas de aglutinante.

60 Resumen de la invención

Por consiguiente, un objetivo de la presente invención era proporcionar una composición acuosa de aglutinante que sea particularmente adecuada para unir fibras minerales, se produzca de forma económica y use en gran medida materiales renovables en forma de un componente de hidrato de carbono como productos de partida para la preparación de la composición acuosa de aglutinante. En particular, un objetivo de la presente invención era

proporcionar una composición acuosa de aglutinante basada en un componente de hidrato de carbono como material renovable, que permita una mayor proporción del componente de hidrato de carbono con respecto a aglutinantes basados en hidratos de carbono anteriormente conocidos y que todavía tenga buenas propiedades en forma de un buen equilibrio de alta resistencia de aglutinante, bajas temperaturas de curado y baja pérdida de reacción.

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, preferiblemente exento de formaldehído, para fibras minerales que comprende

un componente (i) en forma de uno o más hidratos de carbono en una cantidad del 50 % en peso o más, preferiblemente del 70 al 97 % en peso basándose en los sólidos totales del componente aglutinante,

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 polialquilenglicoles y/o copolímeros de los mismos, en donde el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 25 % en peso, basándose en la masa del 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 una composición 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 una composición de aglutinante curada definida anteriormente.

Los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que, incluyendo polialquilenglicoles y/o copolímeros de los mismos, se aumenta la resistencia de aglutinante de diferentes tipos de aglutinantes, que se basan en componentes de hidratos de carbono. Los presentes inventores también han descubierto que este aumento de la resistencia de los aglutinantes basados en hidratos de carbono se produce junto con buenas propiedades referentes a una baja temperatura de curado y una baja pérdida de reacción. Esto permite la producción de productos de fibra mineral mejorados. Al mismo tiempo, la resistencia aumentada de las composiciones de aglutinante exento de formaldehído basadas en hidratos de carbono permite el uso de cantidades más pequeñas de las composiciones acuosas de aglutinante para la preparación de productos de fibra mineral. Esto conduce a ventajas económicas y ecológicas. Además, la cantidad de polialquilenglicoles y/o copolímeros de los mismos necesarios en composiciones de aglutinante exento de formaldehído según la presente invención es comparativamente baja. Dado que los polialquilenglicoles y los copolímeros de los mismos son compuestos no tóxicos, fáciles de manipular, las propiedades de manipulación de las composiciones acuosas de aglutinante según la presente invención también son muy buenas.

Descripción de las realizaciones preferidas

La composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende:

un componente (i) en forma de uno o más hidratos de carbono en una cantidad del 50 % en peso o más, preferiblemente del 70 al 97 % en peso basándose en los sólidos totales del componente aglutinante,

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

Los polialquilenglicoles y copolímeros de los mismos son una clase de compuestos muy bien conocidos por el experto en la técnica. Los compuestos son comparativamente económicos, no tóxicos y fáciles de manipular. En una realización preferida, el polialquilenglicol se selecciona del grupo que consiste en polietilenglicoles y/o polipropilenglicoles y/o copolímeros de los mismos.

Los aglutinantes según la presente invención están preferiblemente exentos de formaldehído.

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 $5 \mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$ 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.

Componente (i) del aglutinante

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

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 de ED. ED es una abreviatura de equivalente de dextrosa y se define como el contenido de azúcares reductores, determinado mediante 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 hidrato de carbono 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 de equivalente de dextrosa de ED = 5 a menos de 100, tal como ED = 60 a menos de 100, tal como ED = 60-99, tal como ED = 85-99, tal como ED = 95-99.

En una realización preferida adicional, el hidrato de carbono es dextrosa y/o uno o más componentes de hidratos de carbono que tienen un valor de ED $\geq$ 60, en particular de 60 a 100, más particularmente de 85 a 100.

El término "dextrosa" tal como se usa en la presente solicitud se define para abarcar la glucosa y sus hidratos.

En una realización preferida adicional, el carbohidrato se selecciona de hexosas, en particular alosa, altrosa, glucosa, manosa, gulosa, idosa, galactosa, talosa, psicosa, fructosa, sorbosa y/o tagatosa; y/o pentosas, en particular arabinosa, lixosa, ribosa, xilosa, ribulosa y/o xilulosa; y/o tetrasas, en particular eritrosa, treosa y/o eritrolulosa.

En una realización preferida adicional, el hidrato de carbono es uno o más componentes de hidratos de carbono seleccionados del grupo que consiste en hexosa, tal como dextrosa, fructosa, pentosa tal como xilosa, y/o sacarosa, jarabe de glucosa, dextrina o maltodextrina.

Dado que los hidratos de carbono del componente (i) son compuestos comparativamente económicos y se producen a partir de recursos renovables, la inclusión de altas cantidades del componente (i) en el aglutinante según la presente invención permite la producción de un aglutinante para lana mineral que es ventajoso en aspectos económicos y, al mismo tiempo, permite producir un aglutinante no tóxico y ecológico.

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) está en forma de amoníaco.

En otra realización preferida, el componente (ii) está en forma de una o más aminas tales como piperazina, poliamina tal como hexametilendiamina, m-xililendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina y sales de las mismas.

Componente (iii) del aglutinante

El componente (iii) está en forma de uno o más polialquilenglicoles y/o copolímeros de los mismos.

Los polialquilenglicoles y copolímeros de los mismos son relativamente económicos, no tóxicos y fáciles de manipular. En una realización preferida, el componente (iii) está en forma de polietilenglicoles y/o polipropilenglicoles y/o copolímeros de los mismos. Un polialquilenglicol particularmente preferido es polietilenglicol.

Aunque la presente invención no se limita a un determinado peso molecular del polialquilenglicol, se ha encontrado que se obtienen resultados particularmente buenos cuando se emplea un polialquilenglicol, en particular un polietilenglicol, que tiene un M_{promedio} de 150 a 50000.

Se ha encontrado además que se pueden obtener resultados particularmente buenos cuando se usa un polialquilenglicol, en particular un polietilenglicol, con un bajo peso molecular. Por consiguiente, en una realización preferida de la composición acuosa de aglutinante según la presente invención, el componente (iii) comprende un polialquilenglicol, en particular un polietilenglicol, que tiene un M_{promedio} de 150 a 4000, en particular de 150 a 1000, más particularmente de 150 a 250. Se han logrado resultados particularmente buenos con polietilenglicol que tiene un M_{promedio} de aproximadamente 200.

Los presentes inventores también han descubierto que pueden lograrse buenos resultados con polialquilenglicoles, en particular polietilenglicoles, que tienen un peso molecular comparativamente alto. Por consiguiente, en una realización preferida alternativa de las composiciones acuosas de aglutinante según la presente invención, el componente (iii) comprende polialquilenglicol, en particular polietilenglicol, que tiene un M_{promedio} de 4000 a 25000, en particular de 4000 a 15000, más particularmente de 8000 a 12000. Se han logrado resultados particularmente buenos usando un polietilenglicol que tiene un M_{promedio} de aproximadamente 10000.

Aunque los aglutinantes según la presente invención no se limitan a una determinada cantidad del polialquilenglicol y/o copolímeros del mismo usados como componente (iii), es notable que cantidades relativamente pequeñas de los polialquilenglicoles y/o copolímeros de los mismos son suficientes para lograr las propiedades mejoradas del aglutinante. En las composiciones acuosas de aglutinante según la presente invención, el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 25, preferiblemente del 2,5 al 15, más preferiblemente del 3 al 8 % en peso, basándose en la masa del componente (i).

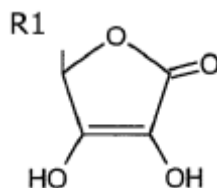
Componente (iv) del aglutinante

Una de las características notables de la presente invención es que los inventores han descubierto que la inclusión del polialquilenglicol y/o copolímeros permite la mejora de las propiedades de diferentes aglutinantes a base de hidratos de carbono, preferiblemente exentos de formaldehído.

En una realización preferida, la composición comprende además un componente (iv) en forma de

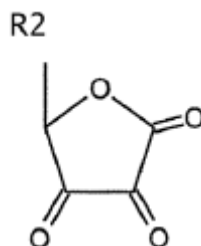
uno o más compuestos seleccionados de

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



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxicualquilo, dihidroxicualquilo, polihidroxicualquilo, alquilenos, alcoxi, amina;

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



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxicualquilo, dihidroxicualquilo, polihidroxicualquilo, alquilenos, alcoxi, amina.

Preferiblemente, alquilo es alquilo C_1 - C_{10} .

Preferiblemente, monohidroxicualquilo es monohidroxicualquilo C_1 - C_{10} .

Preferiblemente, dihidroxicualquilo es dihidroxicualquilo C_1 - C_{10} .

Preferiblemente, polihidroxicualquilo es polihidroxicualquilo C_1 - C_{10} .

Preferiblemente, alquilenos es alquilenalquilo C_1 - C_{10} .

Preferiblemente, alcoxi es alcocualquilo C_1 - C_{10} .

En una realización preferida, el componente (v) comprende uno o más compuestos seleccionados 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.

5 En una realización particularmente preferida, el componente (iv) es ácido L-ascórbico.

El ácido ascórbico, o vitamina C, es un compuesto orgánico no tóxico de origen natural con propiedades antioxidantes que se puede producir a partir de la biomasa. Por tanto, el ácido ascórbico y sus derivados son un producto que se produce a partir de recursos renovables y puede obtenerse al mismo tiempo a un precio comparativamente bajo.

Componente (v) del aglutinante

15 En una realización preferida alternativa, la composición comprende además el componente (v) en forma de uno o más oxocarbonos cíclicos.

El experto en la técnica conoce los oxocarbonos cíclicos. En relación con el término "oxocarbono", se hace referencia a "Oxocarbons, West, R., Ed.; Academic Press, Inc., Nueva York, 1980": un "compuesto en el que todos o casi todos los átomos de carbono están unidos a oxígenos de carbonilo o enólicos o sus equivalentes hidratados o desprotonados".

20 En el contexto de la presente invención, se entenderá que el término "oxocarbono cíclico" es una molécula cíclica en donde *todos* los átomos de carbono están unidos a oxígenos de carbonilo o enólicos o sus equivalentes hidratados o desprotonados.

25 Preferiblemente, el componente (v) está en forma de un oxocarbono cíclico no heterocíclico.

En el contexto de la presente invención, se entenderá que el término "oxocarbono cíclico no heterocíclico" es un oxocarbono cíclico, en donde el sistema de anillo consiste únicamente en átomos de carbono.

30 En una realización preferida adicional, el componente (v) se selecciona del grupo de ácido escuárico, ácido crocónico, ácido rodizónico, ácido déltico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de amonio y/o sales de amina y/o sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro, y cualquier combinación de los mismos.

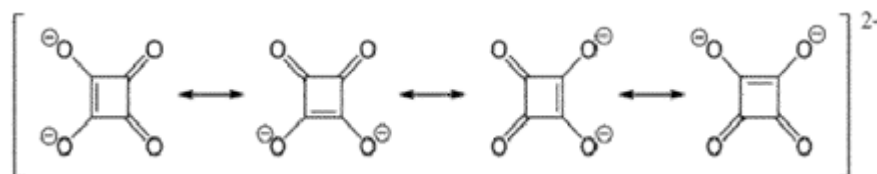
A continuación se muestran las estructuras de ácido déltico, ácido escuárico, ácido crocónico y ácido rodizónico:

35



40 Ambos protones en estas moléculas son ácidos: Ácido déltico: $pK_{a,1} = 2,6$ y $pK_{a,2} = 6,0$; Ácido escuárico: $pK_{a,1} = 1,5$ y $pK_{a,2} = 3,4$; Ácido crocónico: $pK_{a,1} = 0,8$ y $pK_{a,2} = 2,2$; Ácido rodizónico: $pK_{a,1} = 4,4$ y $pK_{a,2} = 4,7$.

45 En los intervalos de pH preferidos de los aglutinantes según la presente invención, los oxocarbonos cíclicos no heterocíclicos estarán en forma de dianión. Los dianiones de ácido déltico, ácido escuárico y ácido crocónico y ácido rodizónico tienen todos ellos la fórmula $(CO)_n^{2-}$. Estos dianiones son simétricos, ya que el doble enlace y las cargas negativas están deslocalizados y distribuidos uniformemente a lo largo de las 3-6 unidades de CO. Esto se ilustra a continuación para el ácido escuárico;



50 Los dianiones poseen un alto grado de carácter aromático y están caracterizados por una estabilidad comparativamente alta. Por tanto, aunque sin limitarse a ninguna teoría, se cree que los oxocarbonos cíclicos no heterocíclicos no pueden participar en reacciones de Maillard como reductona.

55 En una realización particularmente preferida, el componente (v) es ácido escuárico y/o ácido crocónico, y/o cualquier sal de ácido escuárico y/o ácido crocónico, preferiblemente sales de amonio y/o sales de amina y/o sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro, y cualquier combinación de los mismos.

Componente (vi) del aglutinante

En una realización preferida alternativa, la composición comprende además un componente (vi) en forma de uno o más ácidos carboxílicos, tal como un ácido mono, di, tri y policarboxílico monomérico, y/o cualquier sal de los mismos.

En una realización preferida, el componente (iv) se selecciona de ácidos policarboxílicos monoméricos, ácidos policarboxílicos poliméricos, ácidos monocarboxílicos monoméricos y/o ácido monocarboxílico polimérico, tal como poli(ácido acrílico).

En una realización especialmente preferida, el componente (iv) es ácido cítrico.

El ácido cítrico puede añadirse ventajosamente como sal de amonio de ácido cítrico, tal como citrato de triamonio.

Componente (vii) del aglutinante

En una realización preferida, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende un componente (vii) en forma de 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.

En una realización preferida particular, el componente (vii) se selecciona de ácido sulfámico y/o ácido hipofosforoso y/o sales de amonio de ácido sulfámico y/o ácido hipofosforoso.

Componente (viii) del aglutinante

En una realización adicional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende un componente (viii) en forma de urea, preferiblemente en una cantidad del 0 al 40 % en peso, preferiblemente del 0 al 20 % en peso, más preferiblemente del 0 al 15 % en peso de urea, basándose en la masa del componente (i).

La inclusión de urea en el aglutinante según los aspectos de la presente invención mejora las propiedades de resistencia al fuego.

Componentes adicionales

En una realización preferida, se pueden añadir otros componentes tales como una o más siliconas reactivas o no reactivas a la composición de aglutinante de la presente invención. Preferiblemente, la una o más siliconas reactivas o no reactivas se seleccionan del grupo que consiste en silicona constituida por una cadena principal compuesta por residuos de organosiloxano, especialmente residuos de difenilsiloxano, residuos de alquilsiloxano, preferiblemente residuos de 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 presente preferiblemente en una cantidad del 0,1-15 % en peso, preferiblemente desde el 0,1-10 % en peso, más preferiblemente del 0,3-8 % en peso, basándose en la masa total de aglutinante.

En una realización, se puede añadir un silano a la composición de aglutinante de la presente invención.

Opcionalmente, se puede añadir un aceite de hidrocarburo emulsionado a la composición de aglutinante según la presente invención.

Método según la presente invención

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 la fibra mineral con una composición de aglutinante tal como se describió anteriormente y curar la composición de aglutinante.

La presente invención también se refiere a un producto de fibra mineral preparado mediante este método.

Producto de fibra mineral según la presente invención

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

Las fibras minerales utilizadas pueden ser cualquier man-made vitreous fibres (fibra vítrea artificial - MMVF), 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 fibra adecuados, y las posteriores etapas de producción para fabricar el producto de fibra mineral son los convencionales en la técnica. En general, el aglutinante se pulveriza inmediatamente después de la fabricación de fibras de material fundido mineral sobre las fibras minerales transportadas por aire. La composición acuosa de aglutinante se aplica normalmente en una cantidad de 0,1 % a 18 %, preferiblemente de 0,2 % a 8 % en peso, del producto de fibra mineral unido sobre una base seca.

La banda de fibra mineral recubierta con la pulverización generalmente se cura en un horno de curado por medio de una corriente de aire caliente. La corriente de aire caliente se puede introducir en la banda de fibra mineral 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 que sale del horno de curado se puede cortar al formato deseado, por ejemplo, en forma de una guata. Por tanto, los productos de fibra mineral producidos, por ejemplo, tienen la forma de materiales textiles tejidos y no tejidos, estereras, guatas, lanas, láminas, placas, tiras, rollos, granulados y otros artículos conformados que encuentran utilidad, por ejemplo, como materiales de aislamiento térmico o acústico, amortiguación de vibraciones, materiales de construcción, aislamiento de fachadas, materiales de refuerzo para aplicaciones para techos o suelos, como relleno de filtro 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, por ejemplo, metal, estereras de superficie brillante y otros materiales tejidos o no tejidos.

Los productos de fibra mineral según la presente invención tienen por lo general 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) dentro del 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 de los aglutinantes según la presente invención y de 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.

El ácido hipofosforoso ac. al 50 % y el amoniaco ac. al 28 % los suministró Sigma Aldrich. La D-(+)-glucosa monohidratada la suministró Merck. El jarabe de glucosa ac. al 75,1 % con un valor de ED de 95 a menos de 100 (C*sweet D 02767 de Cargill) lo suministró Cargill. Todos los demás componentes se suministraron con alta pureza por Sigma Aldrich y se supuso que eran anhidros para simplificar. El silano (Momentive VS-142) lo suministró Momentive y se calculó como el 100 % para simplificar. El número indicado después de polietilenglicol designa el peso molecular promedio del reactivo. Por tanto, por ejemplo, "polietilenglicol, 1000" tiene un peso molecular promedio $M_{promedio}$ de 1000.

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 mineral y se trataron 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 enfriarse y almacenarse a temperatura ambiente durante 10 minutos, se pesaron las muestras, y se calcularon los sólidos de aglutinante como promedio de los dos resultados.

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).

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. Se sumergieron filtros de microfibras de vidrio cortados y pesados de vidrio Whatman™ (GF/B, 150 mm Ø, n.º de cat. 1821 150) (2,5 x 1 cm) en la disolución de aglutinante al 15 % 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, y (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 seis pastillas a partir de una mezcla del aglutinante y residuos sólidos («shots») de lana de piedra procedentes de la producción por hilatura de lana de piedra. 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. Se mezcló bien una muestra de esta disolución de aglutinante (4,0 g) con residuos sólidos (20,0 g). Entonces se transfirió la mezcla resultante a un recipiente de lámina de aluminio redondo (fondo con Ø = 4,5 cm, parte superior con Ø = 7,5 cm, altura = 1,5 cm). Luego se prensó la mezcla fuertemente con un vaso de precipitados de plástico o de vidrio de fondo plano dimensionado adecuadamente para generar una superficie uniforme de la pastilla. Se produjeron seis pastillas de cada aglutinante de esta manera. 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. Se envejecieron tres de las pastillas en un baño de agua a 80 °C durante 3 h.

Después de secado durante 1-2 días, se rompieron todas las pastillas en un ensayo de flexión de 3 puntos (velocidad de ensayo: 10,0 mm/min; nivel de ruptura: 50 %; resistencia mecánica nominal: 30 N/mm²; distancia de soporte: 40 mm; deflexión máx. 20 mm; módulo de elasticidad nominal 10000 N/mm²) en una máquina Bent Tram para investigar sus resistencias mecánicas. Se colocaron las pastillas con la "cara inferior" hacia arriba (es decir, la cara con Ø = 4,5 cm) en la máquina.

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

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia A

- 5 Una mezcla de ácido cítrico anhidro (10,2 g, 53,1 mmol) y monohidrato de D-(+)-glucosa (57,3 g; por tanto, eficazmente 52,1 g de dextrosa) en agua (157,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (7,80 g; por tanto, eficazmente 2,16 g, 128,4 mmol de amoníaco). A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (17,4 %).
- 10 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,149 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,009 g/g de mezcla de aglutinante, Momentive VS-142). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 5,1.

15 Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia B

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

- 20 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.
- 25 La acid tolerance (tolerancia a la acidez- AT) expresa el número de veces que puede diluirse un volumen dado de un aglutinante con ácido sin que la mezcla se enturbie (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.
- 30 Para medir la AT, se prepare un valorante diluyendo 2,5 ml de ácido sulfúrico conc. (>99 %) con 1 l de agua sometida a 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.
- 35 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):

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

- 40 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).
- 45 Luego se midieron los sólidos de aglutinante tal como se describió anteriormente, y se diluyó la mezcla con la cantidad requerida de agua y silano (Momentive VS-142) para las mediciones de mecánicas y de DMA (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante).

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia C

- 50 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; por tanto, eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) y urea (0,75 g) se añadió a continuación. Una solución acuosa de amoníaco al 28 % (0,99 g; por tanto, eficazmente 0,28 g, 16,3 mmol de amoníaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,9. A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (21,5 %).
- 55 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,423 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,011 g/g de mezcla de aglutinante, Momentive VS 142). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 7,0.
- 60

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia D

- 65 Una mezcla de disolución acuosa de jarabe de glucosa ac. al 75,1 % (60,0 g; por tanto, eficazmente 45,0 g de jarabe de glucosa), sulfamato de amonio (2,25 g, 19,7 mmol) y urea (2,25 g) en agua (105,1 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una disolución transparente. Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (0,12 g; por tanto,

eficazmente 0,03 g, 1,97 mmol de amoníaco) hasta pH = 8,2. A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (21,6 %).

Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,432 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,011 g/g de mezcla de aglutinante, Momentive VS-142). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 8,2.

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia E

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 aumenta la temperatura de la dietanolamina hasta 60 °C, tras lo cual se añade anhídrido tetrahidroftálico (THPA, 128,9 g). Después de aumentar 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 la temperatura ambiental, se vierte la mezcla en agua (3,40 kg) y se añaden ácido hipofosforoso ac. al 50 % (9,6 g) y amoníaco ac. al 25 % (107,9 g) con agitación. Se calienta jarabe de glucosa (1,11 kg) hasta 60 °C y después se añade con agitación seguido por silano ac. al 50 % (5,0 g, Momentive VS-142).

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 F

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 amoníaco ac. al 25 % (56,3 g) con agitación.

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

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

En lo sucesivo, los números de entrada de los ejemplos de aglutinante corresponde a los números de entrada usados en la Tabla 1.

Ejemplo de aglutinante, entrada 3

Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; por tanto, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; por tanto, eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Luego se añadió polietilenglicol, 1000 (0,75 g) y se continuó la agitación hasta que se obtuvo una disolución transparente. Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (0,96 g; por tanto, eficazmente 0,33 g, 15,8 mmol de amoníaco). A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (21,1 %).

Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,397 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,011 g/g de mezcla de aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH = 7,4.

Ejemplo de aglutinante, entrada 5

Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; por tanto, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol), urea (0,75 g) y ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; por tanto, eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se

obtuvo una disolución transparente. Luego se añadió polietilenglicol, 200 (0,75 g) y se continuó la agitación hasta que se obtuvo una disolución transparente. Una solución acuosa de amoníaco al 28 % (0,99 g; por tanto, eficazmente 0,28 g, 16,3 mmol de amoníaco) se añadió gota a gota a continuación. A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (21,8 %).

5 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,439 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,011 g/g de mezcla de aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH = 6,0.

10 Ejemplo de aglutinante, entrada 10

Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; por tanto, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol), urea (0,75 g) y ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; por tanto, eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Luego se añadió polietilenglicol, 4000 (1,50 g) y se continuó la agitación hasta que se obtuvo una disolución transparente. Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (0,96 g; por tanto, eficazmente 0,27 g, 15,8 mmol de amoníaco). A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (21,0 %).

20 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,390 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,011 g/g de mezcla de aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH = 7,7.

Ejemplo de aglutinante, entrada 13

25 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; por tanto, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol), urea (2,25 g) y ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; por tanto, eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Luego se añadió polietilenglicol, 200 (0,75 g) y se continuó la agitación hasta que se obtuvo una disolución transparente. Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (0,98 g; por tanto, eficazmente 0,27 g, 16,1 mmol de amoníaco). A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (22,5 %).

30 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,489 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,011 g/g de mezcla de aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH = 6,6.

Ejemplo de aglutinante, entrada 16

40 Una disolución con agitación de jarabe de glucosa ac. al 75,1 % (19,6 g; por tanto, eficazmente 14,7 g de jarabe de glucosa) en agua (30,1 g) a temperatura ambiente se le añadieron ácido escuárico (0,30 g, 2,63 mmol), ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; por tanto, eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) y polietilenglicol, 10000 (0,75 g). Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (0,77 g; por tanto, eficazmente 0,23 g, 12,7 mmol de amoníaco) y se continuó la agitación hasta que se obtuvo una disolución transparente. A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (20,9 %).

45 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,382 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,010 g/g de mezcla de aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH = 7,4.

50 Ejemplo de aglutinante, entrada 17

Una mezcla de ácido cítrico anhidro (1,7 g, 8,84 mmol) y monohidrato de D-(+)-glucosa (9,55 g; por tanto, eficazmente 8,68 g de dextrosa) y polietilenglicol, 200 (0,52 g) en agua (26,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una disolución transparente. Después se añadió gota a gota amoníaco ac. al 28 % (1,30 g; por tanto, eficazmente 0,36 g, 21,4 mmol de amoníaco). A continuación se midieron los sólidos de aglutinante (17,7 %).

60 Para los estudios de DMA y de resistencia mecánica (disolución de sólidos de aglutinante al 15 %, silano al 0,5 % de sólidos de aglutinante), se diluyó la mezcla de aglutinante con agua (0,170 g/g de mezcla de aglutinante) y silano ac. al 10 % (0,009 g/g de mezcla de aglutinante, Momentive VS-142). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 5,2.

Tabla 1-1

Ejemplo	Aglutinantes de referencia					
	A	B	C	D	E	F
Composición de aglutinante						
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)						
Ácido L-ascórbico	-	-	10	-	-	-
Oxocarbono cíclico (% en peso)						
Ácido escuárico	-	-	-	-	-	-
Hidrato de carbono (% en peso)						
Jarabe de glucosa	-	-	90	100	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]						
Ácido hipofosforoso	-	-	2 (2,2)	-	-	-
Sulfamato de amonio	-	-	-	5 (5)	-	-
Urea	-	-	5 (5,6)	5 (5)	-	-
Polietilenglicol, 200	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 400	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 1000	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 4000	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 10000	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]						
Amoniaco (añadido)	-	-	1,2	0,1	-	-
Silano (% de sólidos de aglutinante)	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-
Propiedades del aglutinante						
Inicio del curado (°C)	144	159	170	170	178	196
Finalización del curado (°C)	165	172	191	191	210	220
Pérdida por reacción (%)	37,3	28,5	31,1	25,9	28,9	30,6
pH de sol. al 15 %	5,1	9,6	7,0	8,2	6,1	6,2
Resistencia mecánica, sin envejecimiento (kN)	0,17	0,16	0,16	0,16	0,20	0,09
Resistencia mecánica, con envejecimiento (kN)	0,13	0,09	0,08	0,09	0,16	0,07

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + oxocarbono cíclico + hidrato de carbono; los números entre paréntesis se calculan como hidrato de carbono solo.

5 [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico + oxocarbono cíclico + aditivos de ácido inorgánico/mineral.

Tabla 1-2

Ejemplo	Ácido ascórbico, jarabe de glucosa, ácido hipofosforoso, PEG				Ácido ascórbico, jarabe de glucosa, ácido hipofosforoso, urea, PEG							
	1	2	3	4	C	5	6	7	8	9	10	11
Composición de aglutinante												
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)												
Ácido L-ascórbico	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Oxocarbono cíclico (% en peso)												
Ácido escuárico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hidrato de carbono (% en peso)												

Jarabe de glucosa	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90
Aditivo (% en peso) ^[a]												
Ácido hipofosforoso	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)
Sulfamato de amonio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Urea	-	-	-	-	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)
Polietilenglicol, 200	-	-	-	-	-	5 (5,6)	10 (11,1)	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 400	-	5 (5,6)	-	-	-	-	-	5 (5,6)	-	-	-	-
Polietilenglicol, 1000	-	-	5 (5,6)	-	-	-	-	-	5 (5,6)	-	-	-
Polietilenglicol, 4000	-	-	-	5 (5,6)	-	-	-	-	-	5 (5,6)	10 (11,1)	-
Polietilenglicol, 10000	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5 (5,6)
Amina (equiv.) ^[b]												
Amoniaco (añadido)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,3	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Silano (% de sólidos de aglutinante)	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												
Inicio del curado (°C)	172	177	175	175	170	171	177	172	172	177	168	169
Finalización del curado (°C)	193	199	197	196	191	192	199	194	194	200	190	192
Pérdida por reacción (%)	34,3	33,1	32,3	35,1	31,1	32,4	33,2	32,5	32,5	34,6	36,6	33,8
pH de sol. al 15 %	6,4	6,9	7,4	7,7	7,0	6,0	7,5	7,8	7,6	7,2	7,7	7,6
Resistencia mecánica, sin envejecimiento (kN)	0,13	0,16	0,15	0,16	0,16	0,27	0,16	0,16	0,17	0,15	0,22	0,20
Resistencia mecánica, con envejecimiento (kN)	0,09	0,12	0,14	0,13	0,08	0,18	0,10	0,10	0,09	0,14	0,13	0,15

De ácido ascórbico (o derivado) + oxocarbono cíclico + hidrato de carbono; los números entre paréntesis se calculan como hidrato de carbono solo.

- 5 Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico + oxocarbono cíclico + aditivos de ácido inorgánico/mineral.

Tabla 1-3

	Ácido ascórbico, jarabe de glucosa, ácido hipofosforoso, urea, PEG				Ácido escuárico, jarabe de glucosa, ácido hipofosforoso, PEG			Ácido cítrico, glucosa, PEG	
Ejemplo	C	5	12	13	14	15	16	A	17
Composición de aglutinante									
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)									
Ácido L-ascórbico	10	10	10	10	-	-	-	-	-
Oxocarbono cíclico (% en peso)									
Ácido escuárico	-	-	-	-	2	2	2	-	-
Hidrato de carbono (% en peso)									
Jarabe de glucosa	90	90	90	90	98	98	98	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]									
Ácido hipofosforoso	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,2)	2 (2,0)	2 (2,0)	2 (2,0)	-	-

ES 2 924 073 T3

Sulfamato de amonio		-	-	-	-	-	-	-	-
Urea	5 (5,6)	5 (5,6)	10 (11,1)	15 (16,7)	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 200	-	5 (5,6)	5 (5,6)	5 (5,6)	-	5 (5,1)	-	-	5 (6,0)
Polietilenglicol, 400	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 1000	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 4000	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Polietilenglicol, 10000	-	-	-	-	-	-	5 (5,1)	-	-
Amina (equiv.) ^[b]									
Amoniaco (añadido)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,4	1,4	1,3	-	-
Silano (% de sólidos de aglutinante)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Propiedades del aglutinante									
Inicio del curado (°C)	170	171	171	178	167	170	170	144	149
Finalización del curado (°C)	191	192	199	209	190	193	192	165	172
Pérdida por reacción (%)	31,1	32,4	32,7	33,9	31,8	31,8	33,1	37,3	36,2
pH de sol. al 15 %	7,0	6,0	6,6	6,6	7,5	7,5	7,4	5,1	5,2
Resistencia mecánica, sin envejecimiento (kN)	0,16	0,27	0,14	0,15	0,15	0,19	0,18	0,17	0,16
Resistencia mecánica, con envejecimiento (kN)	0,08	0,18	0,07	0,09	0,09	0,08	0,13	0,13	0,13

De ácido ascórbico (o derivado) + oxocarbono cíclico + hidrato de carbono; los números entre paréntesis se calculan como hidrato de carbono solo.

- 5 Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico + oxocarbono cíclico + aditivos de ácido inorgánico/mineral.

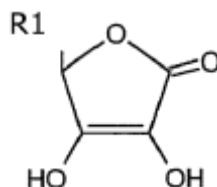
REIVINDICACIONES

1. Una composición acuosa de aglutinante exento de formaldehído para fibras minerales que comprende

un componente (i) en forma de uno o más hidratos de carbono en una cantidad del 50 % en peso o más, preferiblemente del 70 al 97 % en peso basándose en los sólidos totales del componente aglutinante,
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 polialquilenglicoles y/o copolímeros de los mismos, en donde el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 25 % en peso, basándose en la masa del componente (i).

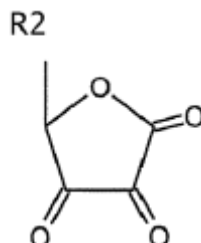
2. Una composición acuosa de aglutinante según la reivindicación 1, en donde la composición comprende además un componente (iv) en forma de uno o más compuestos seleccionados de

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



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquilenos, alcoxi, amina;

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



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

3. Una composición acuosa de aglutinante según la reivindicación 2, en donde el componente (iv) comprende uno o más compuestos seleccionados 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.

4. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición comprende además un componente (v) en forma de uno o más oxocarbonos cíclicos, tales como ácido escuárico, ácido crocónico, ácido rodizónico, ácido déltico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de amonio y/o sales de amina y/o sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro.

5. Una composición acuosa de aglutinante según la reivindicación 4, en donde el componente (v) comprende uno o más oxocarbonos cíclicos no heterocíclicos en forma de ácido escuárico y/o ácido crocónico, y/o cualquier sal de ácido escuárico y/o ácido crocónico.

6. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición comprende además un componente (vi) en forma de uno o más ácidos carboxílicos, tal como un ácido mono, di, tri y policarboxílico monomérico, y/o cualquier sal de los mismos.

7. Una composición acuosa de aglutinante según la reivindicación 6, en donde el componente (vi) comprende ácido cítrico y/o sales del mismo tales como sales de amonio de ácido cítrico.

8. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición comprende además un componente (vii) en forma de 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.
9. Una composición acuosa de aglutinante según la reivindicación 8, en donde el componente (vii) comprende ácido sulfámico y/o sales del mismo, tales como sales de amonio de ácido sulfámico.
10. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (i) es uno o más componentes de hidratos de carbono seleccionados del grupo que consiste en hexosa, tal como dextrosa, fructosa, pentosa tal como xilosa y/o sacarosa, jarabe de glucosa, dextrina o maltodextrina.
11. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (ii) está en forma de una o más aminas tales como piperazina, poliamina tal como hexametildiamina, m-xililendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina y sales de las mismas.
12. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) es un polietilenglicol que tiene un $M_{promedio}$ de 150 a 50000.
13. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) comprende polietilenglicol que tiene un $M_{promedio}$ de 150 a 4000, en particular de 150 a 1000, más particularmente de 150 a 250.
14. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) comprende polietilenglicol que tiene un $M_{promedio}$ de 4000 a 25000, en particular de 4000 a 15000, más particularmente de 8000 a 12000.
15. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) está presente en una cantidad del 0,5 al 25, preferiblemente del 2,5 al 15, más preferiblemente del 3 al 8 % en peso, basándose en la masa del componente (i).
16. Una composición acuosa de aglutinante según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (viii) en forma de urea, preferiblemente en una cantidad del 0 al 40 % en peso, preferiblemente del 0 al 20 % en peso, más preferiblemente del 0 al 15 % en peso de urea, basándose en la masa del componente (i).
17. 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 16, y curar la composición de aglutinante.
18. Producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con una composición de aglutinante curada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16.