

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 942 678**

51 Int. Cl.:

C08L 5/00	(2006.01) C03C 17/28	(2006.01)
C08L 3/00	(2006.01) F16L 59/02	(2006.01)
C03C 25/32	(2006.01) F16L 59/14	(2006.01)
C07H 5/04	(2006.01) C09D 167/04	(2006.01)
C08F 251/02	(2006.01)	
C08L 51/02	(2006.01)	
C09D 105/00	(2006.01)	
E04B 1/78	(2006.01)	
E04B 1/84	(2006.01)	
B29C 70/68	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.07.2006** **E 12198249 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.03.2023** **EP 2574640**

54 Título: **Aglutinantes y materiales fabricados con los mismos**

30 Prioridad:

26.07.2005 US 702456 P
22.12.2005 US 743071 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.06.2023

73 Titular/es:

KNAUF INSULATION GMBH (100.0%)
Am Bahnhof 7
97346 Iphofen, DE

72 Inventor/es:

SWIFT, BRIAN;
XU, RUIJIAN y
KISSELL, RONALD

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 942 678 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

Aglutinantes y materiales fabricados con los mismos

5 Los aglutinantes son útiles en la fabricación de materiales a partir de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada. Por ejemplo, los aglutinantes permiten que dos o más superficie se unan. Los aglutinantes pueden clasificarse en dos grupos principales: orgánicos e inorgánicos, subdividiéndose los materiales orgánicos en los de origen animal, vegetal y sintético. Otra forma de clasificar los aglutinantes se basa en la naturaleza química de estos compuestos: (1) proteína o derivados de proteína; (2) almidón, celulosa, o gomas y sus derivados; (3) resinas sintéticas termoplásticas; (4) resinas sintéticas termoestables; (5) resinas naturales y betunes; (6) cauchos naturales y sintéticos; y (7) aglutinantes inorgánicos. Los aglutinantes también pueden clasificarse según el fin para el que se utilizan: (1) unir superficies rígidas, tales como, plásticos rígidos, y metales; y (2) unir superficies flexibles, tales como, plásticos flexibles y láminas metálicas delgadas, entre otras.

15 Los aglutinantes termoplásticos comprenden varios materiales polimerizados tales como acetato de polivinilo, polivinil butiral, alcohol polivinílico, y otras resinas de polivinilo; resinas de poliestireno; resinas de ésteres de ácido acrílico y metacrílico; cianoacrilatos; y varias otras resinas sintéticas tales como poliamidas de poliisobutileno, productos de cumarona-ideno, y siliconas. Tales aglutinantes termoplásticos pueden tener solubilidad y fusibilidad permanentes, de modo que se arrastran bajo tensión y se ablandan cuando se calientan. Se utilizan para la fabricación de diversos productos, por ejemplo, cintas.

25 Los aglutinantes termoestables comprenden varios materiales de fenol-aldehído, urea-aldehído, melamina-aldehído y otros materiales de condensación-polimerización como resinas de furano y poliuretano. Los aglutinantes termoendurecibles pueden caracterizarse por ser transformados en materiales insolubles e infusibles por medio de o bien acción térmica o catalítica. Las composiciones aglutinantes que contienen fenol-, resorcinol-, urea-, melamina-formaldehído, fenolfurfuraldehído y similares, se utilizan para la unión de textiles, plásticos, cauchos y muchos otros materiales.

30 El documento EP 1486547A2 desvela una composición aglutinante de fibra de vidrio no tejida que contiene un agente reticulante de aglutinante de copolímero carboxifuncional y un compuesto capaz de formar un complejo de enlaces de hidrógeno con el aglutinante de copolímero carboxifuncional.

35 Como se indicó anteriormente, los aglutinantes son útiles en la fabricación de materiales a partir de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada. Por consiguiente, las composiciones capaces de funcionar como aglutinante son deseables.

La invención se define en la reivindicación adjunta. Cualquier divulgación que quede fuera del ámbito de dicha reivindicación está prevista únicamente para fines ilustrativos, así como comparativos.

40 Los aglutinantes curados o no curados según una realización ilustrativa de la presente divulgación pueden comprender una o más de las siguientes características o combinaciones de las mismas. Además, los materiales según la presente divulgación pueden comprender una o más de las siguientes características o combinaciones de las mismas: Inicialmente, debe apreciarse que los aglutinantes de la presente divulgación pueden utilizarse en varias aplicaciones de fabricación para producir o promover la cohesión en una colección de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada. Una colección incluye dos o más componentes. Los aglutinantes producen o promueven la cohesión en al menos dos de los componentes de la colección. Por ejemplo, los aglutinantes objeto son capaces de mantener una colección de materia junta de modo que la materia se adhiera de una manera que resista la separación. Los aglutinantes descritos en el presente documento pueden utilizarse en la fabricación de cualquier material.

50 Una característica potencial de los presentes aglutinantes es que están libres de formaldehído. Por consiguiente, los materiales sobre los que se colocan los aglutinantes también pueden estar libres de formaldehído, (por ejemplo, fibra de vidrio). Además, los presentes aglutinantes pueden tener un contenido reducido de trimetilamina en comparación con otros aglutinantes conocidos.

55 Con respecto a los constituyentes químicos del presente aglutinante, pueden incluir compuestos de éster y/o poliéster. Los aglutinantes pueden incluir compuestos de éster y/o poliéster en combinación con un aceite vegetal, tal como aceite de soja. Además, Los aglutinantes pueden incluir compuestos de éster y/o poliéster junto con sales de sodio de ácidos orgánicos. Los aglutinantes pueden incluir sales de sodio de ácidos inorgánicos. Los aglutinantes también pueden incluir sales de potasio de ácidos orgánicos. Además, Los aglutinantes pueden incluir sales de potasio de ácidos inorgánicos. Los aglutinantes descritos pueden incluir compuestos de éster y/o poliéster en combinación con un aditivo de arcilla, tal como montmorillonita.

65 Además, Los aglutinantes de la presente divulgación pueden incluir un producto de una reacción de Maillard. Por ejemplo, véase la Fig. 2. Como se muestra en la Fig. 2, Las reacciones de Maillard producen melanoidinas, es decir, polímeros que contienen nitrógeno y un anillo de furano, de alto peso molecular, que varían en estructura dependiendo de los reactivos y las condiciones de su preparación. Las melanoidinas muestran una relación C:N, grado de

insaturación y aromaticidad química que aumenta con la temperatura y el tiempo de calentamiento. (Véase, Ames, J.M. en "The Maillard Browning Reaction - an update," Chemistry and Industry (Gran Bretaña), 1988, 7, 558-561). Por consiguiente, Los aglutinantes objeto se pueden fabricar mediante una reacción de Maillard y, por tanto, contienen melanoidinas. Debe apreciarse que los aglutinantes objeto pueden contener melanoidinas u otros productos de reacción de Maillard, productos que se generan mediante un proceso separado y luego simplemente se agregan a la composición que compone el aglutinante. Las melanoidinas del aglutinante pueden ser insolubles en agua. Además, los aglutinantes pueden ser aglutinantes termoestables.

Los reactivos de Maillard que producen melanoidina pueden incluir un reactivo de amina reacción con un reactivo carbohidrato azúcar reductor. Por ejemplo, una sal de amonio de un ácido policarboxílico monomérico puede hacerse reaccionar con (i) un monosacárido en forma de aldosa o cetosa o (ii) un polisacárido o (iii) con combinaciones de los mismos. En otra variación, una sal de amonio de un ácido policarboxílico polimérico puede ponerse en contacto con (i) un monosacárido en forma de aldosa o cetosa o (ii) un polisacárido, o (iii) con combinaciones de los mismos. En aún otra variación, un aminoácido puede ponerse en contacto con (i) un monosacárido en forma de aldosa o cetosa, o (ii) con un polisacárido o (iii) con combinaciones de los mismos. Además, un péptido puede ponerse en contacto con (i) un monosacárido en forma de aldosa o cetosa o (ii) con un polisacárido o (iii) con combinaciones de los mismos.

También debe apreciarse que los aglutinantes de la presente divulgación pueden incluir melanoidinas producidas en variantes sin azúcar de reacciones de Maillard. En estas reacciones, un reactivo amina se pone en contacto con un reactivo carbonilo no carbohidrato. En una variación ilustrativa, una sal de amonio de un ácido policarboxílico monomérico se pone en contacto con un reactivo carbonilo no carbohidrato tal como, piruvaldehído, acetaldehído, crotonaldehído, 2-furaldehído, quinona, ácido ascórbico, o similares, o con combinaciones de los mismos. En otra variación, una sal de amonio de un ácido policarboxílico polimérico puede ponerse en contacto con un reactivo carbonilo no carbohidrato tal como, piruvaldehído, acetaldehído, crotonaldehído, 2-furaldehído, quinona, ácido ascórbico, o similares, o con combinaciones de los mismos. En otra variación ilustrativa más, un aminoácido puede ponerse en contacto con un reactivo carbonilo no carbohidrato tal como, piruvaldehído, acetaldehído, crotonaldehído, 2-furaldehído, quinona, ácido ascórbico, o similares, o con combinaciones de los mismos. En otra variación ilustrativa, un péptido puede ponerse en contacto con un reactivo carbonilo no carbohidrato tal como, piruvaldehído, acetaldehído, crotonaldehído, 2-furaldehído, quinona, ácido ascórbico, o similares, o con combinaciones de los mismos. En aún otra variación ilustrativa, una proteína ser puesta en contacto con un reactivo carbonilo no carbohidrato tal como, piruvaldehído, acetaldehído, crotonaldehído, 2-furaldehído, quinona, ácido ascórbico, y similares, o con combinaciones de los mismos.

Las melanoidinas discutidas en este documento pueden generarse a partir de compuestos reactivos de melanoidina. Estos compuestos reactivos se disponen en una solución acuosa a pH alcalino y, por tanto, no son corrosivos. Es decir, la solución alcalina previene o inhibe la ingesta o el desgaste de una sustancia, tal como metal, causado por descomposición química provocada por, por ejemplo, un ácido. Los compuestos reactivos pueden incluir un reactivo carbohidrato azúcar reductor y un reactivo amina. Además, los compuestos reactivos pueden incluir un reactivo carbonilo no carbohidrato y un reactivo amina.

También debe entenderse que los aglutinantes descritos en el presente documento pueden estar hechos de los propios compuestos reactivos de melanoidina. Es decir, una vez se mezclan los reactivos de Maillard, esta mezcla puede funcionar como aglutinante de la presente divulgación. Estos aglutinantes pueden utilizarse para fabricar materia libre de formaldehído sin curar, tal como materiales fibrosos.

Alternativamente, un aglutinante hecho de los reactivos de una reacción de Maillard puede curarse. Estos aglutinantes pueden usarse para fabricar materia libre de formaldehído curada, tales como, composiciones fibrosas. Estas composiciones son resistentes al agua y, como se indicó anteriormente, incluyen melanoidinas insolubles en agua.

Debe apreciarse que los aglutinantes descritos en este documento pueden usarse en la fabricación de productos de una colección de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada. Por ejemplo, estos aglutinantes pueden emplearse para fabricar productos de fibra. Estos productos pueden estar hechos de fibras tejidas o no tejidas. Las fibras pueden ser fibras termorresistentes o no termorresistentes o combinaciones de las mismas. En una realización ilustrativa, los aglutinantes se utilizan para unir fibras de vidrio para fabricar fibra de vidrio. En otra realización ilustrativa, los aglutinantes se utilizan para fabricar composiciones celulósicas. Con respecto a las composiciones celulósicas, los aglutinantes pueden usarse para unir la materia celulósica a la fabricación, por ejemplo, tablero de fibra de madera que tiene propiedades físicas deseables (por ejemplo, resistencia mecánica).

Una realización de la divulgación se refiere a un método para fabricar productos a partir de una colección de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada. Un ejemplo del uso de este método es en la fabricación de fibra de vidrio. Sin embargo, como se indicó anteriormente, este método puede utilizarse en la fabricación de cualquier material, siempre que el método produzca o promueva cohesión cuando se utiliza. El método puede incluir poner en contacto fibras con un aglutinante acuoso termocurable. El aglutinante puede incluir (i) una sal de amonio de un reactivo ácido policarboxílico y (ii) un reactivo carbohidrato azúcar reductor. Estos dos reactivos son reactivos melanoidina (es decir,

estos reactivos producen melanoidinas cuando reaccionan bajo condiciones para iniciar una reacción de Maillard). El método puede incluir además eliminar agua del aglutinante en contacto con las fibras (es decir, el aglutinante se deshidrata). El método también puede incluir curar el aglutinante en contacto con las fibras de vidrio (por ejemplo, curar térmicamente el aglutinante).

Otro ejemplo de la utilización de este método es en la fabricación de materiales celulósicos. El método puede incluir poner en contacto el material celulósico (por ejemplo, fibras de celulosa) con un aglutinante acuoso termocurable. El aglutinante puede incluir (i) una sal de amonio de un reactivo ácido policarboxílico y (ii) un reactivo carbohidrato azúcar reductor. Como se indicó anteriormente, estos dos reactivos son compuestos reactivos de melanoidina. El método también puede incluir eliminar agua del aglutinante en contacto con el material celulósico. Como antes, el método también puede incluir curar el aglutinante (por ejemplo, curado térmico).

Una forma de utilizar los aglutinantes es unir las fibras de vidrio para que se organicen en una esterilla de fibra de vidrio. La esterilla de fibra de vidrio puede procesarse para formar uno de varios tipos de materiales de fibra de vidrio, tales como aislamiento de fibra de vidrio. En un ejemplo, el material de fibra de vidrio puede tener fibras de vidrio presentes en el rango de aproximadamente 80 % a aproximadamente 99 % en peso. El aglutinante no curado puede funcionar para mantener las fibras de vidrio juntas. El aglutinante curado puede funcionar para mantener juntas las fibras de vidrio.

Además, se describe un producto fibroso que incluye un aglutinante en contacto con fibras de celulosa, tal como los de una estera de virutas de madera o serrín. La esfera puede procesarse para formar uno de varios tipos de productos de tableros de fibra de madera. En una variación, el aglutinante no está curado. En esta variación, el aglutinante no curado puede funcionar para mantener juntas las fibras celulósicas. Alternativamente, El aglutinante curado puede funcionar para mantener juntas las fibras celulósicas.

La Fig. 1 muestra una serie de reactivos ilustrativos para producir melanoidinas;

La Fig. 2 ilustra un esquema de reacción de Maillard cuando reacciona un azúcar reductor con un aminocompuesto;

La figura 3 muestra el espectro FT-IR de una realización ilustrativa de un aglutinante seco de la presente divulgación;

La figura 4 muestra el espectro FT-IR de una realización ilustrativa de un aglutinante curado de la presente divulgación;

La Fig. 5 muestra el rendimiento de superficie caliente de 343,3 °C (650 °F) de un material aislante de tubería de fibra de vidrio fabricado con una realización ilustrativa de un aglutinante de la presente divulgación;

La figura 6 muestra el rendimiento de superficie caliente de 537,8 °C (1000 °F) de un material aislante de tubería de fibra de vidrio fabricado con una realización ilustrativa de un aglutinante de la presente divulgación.

Aunque la divulgación es susceptible de diversas modificaciones y formas alternativas, se describirán realizaciones específicas en este documento en detalle.

Como se usa en este documento, la frase "libre de formaldehído" significa que un aglutinante o un material que incorpora un aglutinante libera menos de aproximadamente 1 ppm de formaldehído como resultado de secado y/o curado. 1 ppm se basa en el peso de la muestra que se mide para liberación de formaldehído.

Curado indica que el aglutinante se ha expuesto a condiciones para iniciar un cambio químico. Ejemplos de estos cambios químicos incluyen, pero sin limitación, (i) unión covalente, (ii) enlaces de hidrógeno de los componentes del aglutinante, y reticular químicamente los polímeros y/u oligómeros en el aglutinante. Estos cambios pueden aumentar la durabilidad del aglutinante y la resistencia al solvente en comparación con el aglutinante no curado. Curar un aglutinante puede dar lugar a la formación de un material termoestable. Además, el curado puede incluir la generación de melanoidinas. Estas melanoidinas pueden generarse a partir de una reacción de Maillard de compuestos reactivos de melanoidina. Además, un aglutinante curado puede resultar en un aumento de adherencia entre la materia en una colección comparado con un aglutinante no curado. El curado puede iniciarse por, por ejemplo, calor, radiación electromagnética o, haces de electrones.

En una situación donde el cambio químico en el aglutinante da como resultado liberación de agua, por ejemplo, polimerización y reticulación, una cura puede determinarse por la cantidad de agua liberada anteriormente que se produciría al secarse solo. Las técnicas utilizadas para medir la cantidad de agua liberada durante el secado en comparación con cuando se cura un aglutinante se conocen bien en la técnica.

Según el párrafo anterior, un aglutinante no curado es el que no se ha curado.

Como se usa en este documento, el término "alcalino" indica una solución que tiene un pH mayor o igual a aproximadamente 7. Por ejemplo, el pH de la solución puede ser menor o igual a aproximadamente 10. Además, la solución puede tener un pH de aproximadamente 7 a aproximadamente 10, o de aproximadamente 8 a aproximadamente 10, o de aproximadamente 9 a aproximadamente 10.

Como se usa en este documento, el término "amonio" incluye, pero sin limitación, $^+NH_4$, $^+NH_3R^1$, y $^+NH_2R^1R^2$, donde

R¹ y R² se seleccionan cada uno independientemente en *NH₂R¹R² y donde R¹ y R² se seleccionan de alquilo, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, heterociclo, arilo, y heteroarilo.

El término "alquilo" se refiere a una cadena monovalente saturada de átomos de carbono, que puede estar opcionalmente ramificada; el término "cicloalquilo" se refiere a una cadena monovalente de átomos de carbono, una parte de la cual forma un anillo; el término "alqueno" se refiere a una cadena monovalente insaturada de átomos de carbono que incluye al menos un doble enlace, que puede estar opcionalmente ramificada; el término "cicloalqueno" se refiere a una cadena monovalente insaturada de átomos de carbono, una parte de la cual forma un anillo; el término "heterociclo" se refiere a una cadena monovalente de carbono y heteroátomos, en donde los heteroátomos se seleccionan de nitrógeno, oxígeno y azufre, una parte de la cual, incluyendo al menos un heteroátomo, forma un anillo; el término "arilo" se refiere a un anillo aromático mono o policíclico de átomos de carbono, tal como fenilo, naftilo y similares; y el término "heteroarilo" se refiere a un anillo aromático mono o policíclico de átomos de carbono y al menos un heteroátomo seleccionado de nitrógeno, oxígeno y azufre, tal como piridinilo, pirimidinilo, indolilo, benzoxazolilo, y similares. Debe entenderse que cada uno de alquilo, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno y heterociclo puede estar opcionalmente sustituido con grupos seleccionados independientemente tales como alquilo, haloalquilo, hidroxialquilo, aminoalquilo, ácido carboxílico y sus derivados, incluyendo ésteres, amidas, y nitrilos, hidroxilo, alcoxi, aciloxi, amino, alquilo y dialquilamino, acilamino, tio, y similares, y combinaciones de los mismos. Además, debe entenderse que cada uno de arilo y heteroarilo puede estar opcionalmente sustituido con uno o más sustituyentes seleccionados independientemente, tal como halo, hidroxilo, amino, alquilo o dialquilamino, alcoxi, alquilsulfonilo, ciano, nitró, y similares.

Como se usa en este documento, el término "ácido policarboxílico" indica un ácido dicarboxílico, tricarboxílico, tetracarboxílico, pentacarboxílico, y ácidos policarboxílicos monoméricos similares, y anhídridos, y combinaciones de los mismos, así como los ácidos policarboxílicos poliméricos, anhídridos, copolímeros, y combinaciones de los mismos. En un aspecto, el reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico es suficientemente no volátil para maximizar su capacidad de permanecer disponible para la reacción con el reactivo carbohidrato de una reacción de Maillard (discutida posteriormente). En otro aspecto, el reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico puede estar sustituido con otros grupos funcionales químicos.

Ilustrativamente, un ácido policarboxílico monomérico puede ser un ácido dicarboxílico, incluyendo, pero sin limitación, ácidos dicarboxílicos alifáticos insaturados, ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados, ácidos dicarboxílicos aromáticos, ácidos dicarboxílicos cíclicos insaturados, ácidos dicarboxílicos cíclicos saturados, sus derivados hidroxisustituidos, y similares. O, ilustrativamente, los propios ácidos policarboxílicos pueden ser un ácido tricarboxílico, incluyendo, pero sin limitación, ácidos tricarboxílicos alifáticos insaturados, ácidos tricarboxílicos alifáticos saturados, ácidos tricarboxílicos aromáticos, ácidos tricarboxílicos cíclicos insaturados, ácidos tricarboxílicos saturados cíclicos, sus derivados hidroxisustituidos, y similares. Se aprecia que cualquiera de tales ácidos policarboxílicos pueden estar opcionalmente sustituidos, tal como con hidroxilo, halo, alquilo, alcoxi y similares. En una variación, el ácido policarboxílico es el ácido tricarboxílico alifático saturado, ácido cítrico. Se contemplan otros ácidos policarboxílicos adecuados que incluyen, pero sin limitación, ácido aconítico, ácido adípico, ácido azelaico, dihidruro de ácido butanotetracarboxílico, ácido butanotricarboxílico, ácido cloréndico, ácido citracónico, aductos de dicitlopentadieno-ácido maleico, ácido dietilentriaminapentaacético, aductos de dipenteno y ácido maleico, ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), colofonia completamente maleada, ácidos grasos de sebo maleado, ácido fumárico, ácido glutárico, ácidos isoftálico, ácido itacónico, colofonia maleada oxidada con peróxido potásico a alcohol y luego ácido carboxílico, ácido maleico, ácido málico, ácido mesacónico, bifénol A o bisfenol F que reaccionan mediante reacción de KOLBE-Schmidt con dióxido de carbono para introducir 3-4 grupos carboxilo, ácido oxálico, ácido ftálico, ácido sebáico, ácido succínico, ácido tartárico, ácido tereftálico, ácido tetrabromoftálico, ácido tetracloroftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido trimellítico, ácido trimésico, y similares, y anhídridos, y combinaciones de los mismos.

Ilustrativamente, un ácido policarboxílico polimérico puede ser un ácido, por ejemplo, poli(ácido acrílico), ácido polimetacrílico, ácido polimaleico y ácidos policarboxílicos similares, copolímeros de los mismos, anhídridos de los mismos, y mezclas de los mismos. Ejemplos de ácidos poliacrílicos disponibles comercialmente incluyen AQUASET-529 (Rohm & Haas, Filadelfia, PA, USA), CRITERIO 2000 (Kemira, Helsinki, Finlandia, Europa), NF1 (H.B. Fuller, St. Paul, MN, EE. UU.), y SOKALAN (BASF, Ludwigshafen, Alemania, Europa). Con respecto a SOKALAN, este es un copolímero poliacrílico soluble en agua de ácido acrílico y ácido maleico, que tiene un peso molecular de aproximadamente 4000. AQUASET-529 es una composición que contiene ácido poliacrílico reticulado con glicerol, también contiene hipofosfito de sodio como catalizador. CRITERION 2000 es una solución ácida de una sal parcial de ácido poliacrílico, que tiene un peso molecular de aproximadamente 2000. Con respecto a NF1, este es un copolímero que contiene funcionalidad ácido carboxílico y funcionalidad hidroxilo, así como unidades sin funcionalidad; NF1 también contiene agentes de transferencia de cadena, tales como hipofosfito de sodio o catalizadores de organofosfato.

Además, también se consideran útiles composiciones que incluyen ácidos policarboxílicos poliméricos para preparar los aglutinantes descritos en el presente documento, tales como las composiciones descritas en las patentes de Estados Unidos números 5.318.990, 5.661.213, 6.136.916 y 6.331.350. En particular, en las patentes de Estados Unidos números 5.318.990 y 6.331.350, se describe una solución acuosa de un ácido policarboxílico polimérico, un poliol y un catalizador.

Como se describe en las patentes de Estados Unidos números 5.318.990 y 6.331.350, el ácido policarboxílico polimérico comprende un polímero u oligómero orgánico que contiene más de un grupo carboxi colgante. El ácido policarboxílico polimérico puede ser un homopolímero o copolímero preparado a partir de ácidos carboxílicos insaturados que incluyen, pero no se limitan necesariamente a, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido crotonico, ácido isocrotonico, ácido maleico, ácido cinámico, ácido 2-metilmaleico, ácido itacónico, ácido 2-metil itacónico, ácido α,β -metilenglutárico y similares. Como alternativa, el ácido policarboxílico polimérico puede prepararse a partir de anhídridos insaturados que incluyen, pero no se limitan necesariamente a, anhídrido maleico, anhídrido itacónico, anhídrido acrílico, anhídrido metacrílico, y similares, así como mezclas de los mismos. Los métodos para polimerizar estos ácidos y anhídridos se conocen bien en la técnica química. El ácido policarboxílico polimérico puede comprender además un copolímero de uno o más de los ácidos o anhídridos carboxílicos insaturados mencionados anteriormente y uno o más compuestos de vinilo que incluyen, pero no se limitan necesariamente a, estireno, a-metilestireno, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-butilo, acrilato de isobutilo, metacrilato de metilo, metacrilato de n-butilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de glicidilo, vinil metil éter, acetato de vinilo, y similares. Los métodos para preparar estos copolímeros se conocen bien en la técnica. Los ácidos policarboxílicos poliméricos pueden comprender homopolímeros y copolímeros de ácido poliacrílico. El peso molecular del ácido policarboxílico polimérico, y en particular el polímero de ácido poliacrílico, puede ser menos de 10000, menos de 5000, o aproximadamente 3000 o menos. Por ejemplo, el peso molecular puede ser 2000.

Como se describe en las patentes de Estados Unidos números 5.318.990 y 6.331.350, el poliol (en una composición que incluye un ácido policarboxílico polimérico) contiene al menos dos grupos hidroxilo. El poliol debe ser suficientemente no volátil para que permanezca sustancialmente disponible para reacción con el ácido policarboxílico polimérico en la composición durante las operaciones de calentamiento y curado. El poliol puede ser un compuesto con un peso molecular inferior a aproximadamente 1000 con al menos dos grupos hidroxilo tales como, etilenglicol, glicerol, pentaeritritol, trimetilol propano, sorbitol, sacarosa, glucosa, resorcinol, catecol, pirogalol, ureas glicoladas, 1,4-ciclohexanodiol, dietanolamina, trietanolamina, y ciertos polioles reactivos, por ejemplo, (β -hidroxialquilamidas tales como, por ejemplo, bis[*N,N*-di(β -hidroxietil)]adipamida, o puede ser un polímero de adición que contiene al menos dos grupos hidroxilo tal como, alcohol polivinílico, acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado y homopolímeros o copolímeros de (met)acrilato de hidroxietilo, (met)acrilato de hidroxipropilo, y similares.

Como se describe en las patentes de Estados Unidos números 5.318.990 y 6.331.350, el catalizador (en una composición que incluye un ácido policarboxílico polimérico) es un acelerador que contiene fósforo que puede ser un compuesto con un peso molecular inferior a aproximadamente 1000 tal como, un polifosfato de metal alcalino, un dihidrogenofosfato de metal alcalino, un ácido polifosfórico y un ácido alquilfosfínico o puede ser un oligómero o polímero que contiene grupos que contienen fósforo, por ejemplo, polímeros de adición de ácidos acrílicos y/o maleicos formados en presencia de hipofosfito de sodio, polímeros de adición preparados a partir de monómeros etilénicamente insaturados en presencia de agentes de transferencia de cadena de sal de fósforo o terminadores, y polímeros de adición que contienen residuos de monómeros con funcionalidad ácido, por ejemplo, metacrilato de fosfoetilo copolimerizado y, ésteres de ácido fosfónico similares, y monómeros de ácido vinilsulfónico copolimerizados, y sus sales. El acelerador que contiene fósforo se puede utilizar a un nivel de aproximadamente 1 % a aproximadamente 40 %, en peso basado en el peso combinado del ácido policarboxílico polimérico y el poliol. Se puede utilizar un nivel de acelerador que contiene fósforo de aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 10 %, en peso basado en el peso combinado del ácido policarboxílico polimérico y el poliol. Ejemplos de tales catalizadores incluyen, pero sin limitación, hipofosfito de sodio, fosfito de sodio, fosfito de potasio, pirofosfato disódico, pirofosfato tetrasódico, tripolifosfato sódico, hexametáfosfato de sodio, fosfato de potasio, polimetáfosfato de potasio, polifosfato de potasio, tripolifosfato de potasio, trimetáfosfato de sodio y tetrametáfosfato de sodio, así como mezclas de los mismos.

Las composiciones que incluyen ácidos policarboxílicos poliméricos descritos en las patentes de EE. UU. números 5.661.213 y 6.136.916 que se consideran útiles para preparar los aglutinantes descritos en el presente documento comprenden una solución acuosa de un ácido policarboxílico polimérico, un poliol que contiene al menos dos grupos hidroxilo y un acelerador que contiene fósforo, en donde la relación del número de equivalentes de grupos ácido carboxílico, al número de equivalentes de grupos hidroxilo es de aproximadamente 1:0,01 a aproximadamente 1:3.

Como se desvela en las Patentes de Estados Unidos n.º 5.661.213 y 6.136.916, el ácido policarboxílico polimérico puede ser, un poliéster que contiene al menos dos grupos ácido carboxílico o un polímero u oligómero de adición que contiene al menos dos monómeros con funcionalidad de ácido carboxílico copolimerizado. El ácido policarboxílico polimérico es preferentemente un polímero de adición formado a partir de al menos un monómero etilénicamente insaturado. El polímero de adición puede estar en forma de una solución del polímero de adición en un medio acuoso tal como, una resina soluble en álcali que se ha solubilizado en medio básico; en forma de una dispersión acuosa, por ejemplo, una dispersión polimerizada en emulsión; en forma de una suspensión acuosa. El polímero de adición debe contener al menos dos grupos ácido carboxílico, grupos anhídrido, o sus sales. Ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados tales como, ácido metacrílico, ácido acrílico, ácido crotonico, ácido fumárico, ácido maleico, ácido 2-metil maleico, ácido itacónico, ácido 2-metil itacónico, ácido α,β -metileno glutárico, maleatos de monoalquilo y fumaratos de monoalquilo; anhídridos etilénicamente insaturados, por ejemplo, anhídrido maleico, anhídrido itacónico, anhídrido acrílico y anhídrido metacrílico; y sales de los mismos, a un nivel de alrededor del 1 % al 100 %, en peso, basado en el peso del polímero de adición, se pueden usar. Un monómero etilénicamente insaturado adicional puede incluir

monómeros de éster acrílico que incluyen acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de decilo, metacrilato de metilo, metacrilato de butilo, metacrilato de isodecilo, acrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxietilo y metacrilato de hidroxipropilo; acrilamida o acrilamidas sustituidas; estireno o estirenos sustituidos; butadieno; acetato de vinilo u otros ésteres de vinilo; acrilonitrilo o metacrilonitrilo; y similares. El polímero de adición que contiene al menos dos grupos ácido carboxílico, grupos anhídrido, o sus sales, pueden tener un peso molecular de aproximadamente 300 a aproximadamente 10.000.000. Se puede usar un peso molecular de aproximadamente 1000 a aproximadamente 250.000. Cuando el polímero de adición es una resina soluble en álcali que tiene un ácido carboxílico, anhídrido, o sal del mismo, contenido de aproximadamente 5 % a aproximadamente 30 %, en peso basado en el peso total del polímero de adición, se puede utilizar un peso molecular de aproximadamente 10.000 a aproximadamente 100.000. Los métodos para preparar estos polímeros adicionales se conocen bien en la técnica.

Como se describe en las patentes de Estados Unidos números 5.661.213 y 6.136.916, el poliol (en una composición que incluye un ácido policarboxílico polimérico) contiene al menos dos grupos hidroxilo y debe ser lo suficientemente no volátil como para permanecer sustancialmente disponible para la reacción con el ácido policarboxílico polimérico en la composición durante las operaciones de calentamiento y curado. El poliol puede ser un compuesto con un peso molecular inferior a aproximadamente 1000 con al menos dos grupos hidroxilo, por ejemplo, etilenglicol, glicerol, pentaeritritol, trimetilol propano, sorbitol, sacarosa, glucosa, resorcinol, catecol, pirogalol, ureas glicoladas, 1,4-ciclohexanodiol, dietanolamina, trietanolamina, y ciertos polioles reactivos, por ejemplo, β -hidroxialquilamidas, por ejemplo, bis-[N,N-di(β -hidroxietil)] adipamida, bis[N,N-di(β -hidroxipropil)] azelamida, bis[N,N-di(β -hidroxipropil)] adipamida, bis[N,N-di(β -hidroxipropil)] glutaramida, bis[N,N-di(β -hidroxipropil)] succinamida, y bis [N-metilo-N-(β -hidroxietil)] oxamida, o puede ser un polímero de adición que contiene al menos dos grupos hidroxilo tales como, alcohol polivinílico, acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado y homopolímeros o copolímeros de (met)acrilato de hidroxietilo, (met)acrilato de hidroxipropilo, y similares.

Como se describe en las patentes de Estados Unidos números 5.661.213 y 6.136.916, el acelerador que contiene fósforo (en una composición que incluye un ácido policarboxílico polimérico) puede ser un compuesto con un peso molecular inferior a aproximadamente 1000 tal como, una sal de hipofosfito de metal alcalino, un fosfito de metal alcalino, un polifosfato de metal alcalino, un dihidrogenofosfato de metal alcalino, un ácido polifosfórico y un ácido alquilfosfónico o puede ser un oligómero o polímero que contiene grupos que contienen fósforo tales como, polímeros de adición de ácidos acrílicos y/o maleicos formados en presencia de hipofosfito de sodio, polímeros de adición preparados a partir de monómeros etilénicamente insaturados en presencia de agentes de transferencia de cadena de sal de fósforo o terminadores, y polímeros de adición que contienen restos de monómero con funcionalidad ácido tales como, metacrilato de fosfoetilo copolimerizado y, ésteres de ácido fosfónico similares, y monómeros de ácido vinilsulfónico copolimerizados, y sus sales. El acelerador que contiene fósforo se puede utilizar a un nivel de aproximadamente 1 % a aproximadamente 40 %, en peso basado en el peso combinado del poliacido y el poliol. Un nivel de acelerador que contiene fósforo de aproximadamente 2,5 % a aproximadamente 10 %, en peso basado en el peso combinado del poliacido y el poliol, pueden utilizarse.

Como se usa en este documento, el término "base de amina" incluye, pero sin limitación, amoniaco, una amina primaria, es decir, NH_2R^1 , y una amina secundaria, es decir, NHR^1R^2 , donde R^1 y R^2 se seleccionan cada uno independientemente en NHR^1R^2 y donde R^1 y R^2 se seleccionan de alquilo, cicloalquilo, alquenilo, cicloalquenilo, heterocíclico, arilo y heteroarilo, como se define en este documento. Ilustrativamente, la base amina puede ser sustancialmente volátil o sustancialmente no volátil en condiciones suficientes para promover la formación del aglutinante termoestable durante el curado térmico. Ilustrativamente, la base amina puede ser una base sustancialmente volátil, tales como, amoniaco, etilamina, dietilamina, dimetilamina y etilpropilamina. Como alternativa, la base amina puede ser una base sustancialmente no volátil, por ejemplo, anilina, 1-naftilamina, 2-naftilamina y paraaminofenol.

Como se usa en este documento, "azúcar reductor" indica uno o más azúcares que contienen grupos aldehído, o que pueden isomerizarse, es decir, tautomerizarse, para contener grupos aldehído, grupos que son reactivos con un grupo amino en condiciones de reacción de Maillard y grupos que pueden oxidarse con, por ejemplo, Cu^{+2} para proporcionar ácidos carboxílicos. También se aprecia que cualquier reactivo carbohidrato puede estar opcionalmente sustituido, tal como con hidroxilo, halo, alquilo, alcoxi y similares. Se aprecia además que en cualquier reactivo carbohidrato tal, están presentes uno o más centros quirales y se contempla que ambos isómeros ópticos posibles en cada centro quiral estén incluidos en la divulgación descrita en este documento. Además, también debe entenderse que diversas mezclas, incluyendo mezclas racémicas u otras mezclas diastereoméricas de diversos isómeros ópticos de cualquier tal reactivo carbohidrato, así como diversos isómeros geométricos de los mismos, pueden usarse en una o más realizaciones descritas en el presente documento.

Como se usa en este documento, el término "fibra de vidrio", indica fibras resistentes al calor adecuadas para soportar temperaturas elevadas. Ejemplos de tales fibras incluyen, pero sin limitación, fibras de mineral, fibras de aramida, fibras de cerámica, fibras de metal, fibras de carbono, fibras de poliimida, ciertas fibras de poliéster, fibras de rayón, y fibras de vidrio. Ilustrativamente, tales fibras no se ven afectadas sustancialmente por la exposición a temperaturas superiores a aproximadamente 120 °C.

La Fig. 1 muestra ejemplos de reactivos para una reacción de Maillard. Ejemplos de reactivos amina incluyen proteínas, péptidos, aminoácidos, sales de amonio de ácidos policarboxílicos poliméricos, y sales de amonio de ácidos policarboxílicos monoméricos. Como se ilustra, "amonio" puede ser $[^+NH_4]_x$, $[^+NH_3R^1]_x$, y $[NH_2R^1R^2]_x$, donde x es al menos aproximadamente 1. Con respecto a $^+NH_2R^1R^2$, R^1 y R^2 se seleccionan cada uno independientemente. Además, R^1 y R^2 se seleccionan entre alquilo, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, heterociclilo, arilo y heteroarilo, como se describió anteriormente. La Fig. 1 también ilustra ejemplos de reactivos azúcar reductor para producir melanoidinas, que incluyen monosacáridos, en forma de aldosa o cetosa, polisacáridos, o combinaciones de los mismos. En la Fig. 1 también se muestran reactivos carbonílicos no carbohidratos ilustrativos para producir melanoidinas e incluyen varios aldehídos, por ejemplo, piruvaldehído y furfural, así como compuestos tales como ácido ascórbico y quinona.

La Fig. 2 muestra un esquema de una reacción de Maillard, que culmina en la producción de melanoidinas. En su fase inicial, una reacción de Maillard implica un reactivo carbohidrato, por ejemplo, un azúcar reductor (tenga en cuenta que el reactivo carbohidrato puede provenir de una sustancia capaz de producir un azúcar reductor en condiciones de reacción de Maillard). La reacción también implica condensar el reactivo carbohidrato (por ejemplo, azúcar reductor) con un reactivo amina, es decir, un compuesto que posee un grupo amino. En otras palabras, el reactivo carbohidrato y el reactivo amina son los reactivos de melanoidina para una reacción de Maillard. La condensación de estos dos constituyentes produce una glicosilamina *N*-sustituida. Para una descripción más detallada de la reacción de Maillard véase, Hodge, J.E. Chemistry of Browning Reactions in Model Systems J. Agric. Food Chem. 1953, 1.928-943. El compuesto que posee un grupo amino libre en una reacción de Maillard puede estar presente en forma de aminoácido. El grupo amino libre también puede provenir de una proteína donde los grupos amino libres están disponibles en forma de, por ejemplo, el grupo ϵ -amino de los restos de lisina y/o el grupo α -amino del aminoácido terminal.

Otro aspecto de realizar una reacción de Maillard como se describe en este documento es que, inicialmente, la solución acuosa reactiva de Maillard (que también es un aglutinante), como se describió anteriormente, tiene pH alcalino. Sin embargo, una vez la solución se dispone en una colección de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada, y se inicia el curado, el pH disminuye (es decir, el aglutinante se vuelve ácido). Debe entenderse que cuando se fabrica un material, la cantidad de contacto entre el aglutinante y los componentes de la maquinaria utilizada en la fabricación es mayor antes del curado, (es decir, cuando la solución de aglutinante es alcalina) comparado con después de que el aglutinante se haya curado (es decir, cuando el aglutinante es ácido). Una composición alcalina es menos corrosiva que una composición ácida. Por consiguiente, se reduce la corrosividad del proceso de fabricación.

Debe apreciarse que al usar la solución acuosa de reactivo de Maillard descrita en este documento, la maquinaria utilizada para fabricar fibra de vidrio no está expuesta tanto a una solución ácida porque, como se describió anteriormente, el pH de la solución reactiva de Maillard es alcalino. Además, durante la fabricación la única vez que se desarrollan condiciones ácidas es después de que el aglutinante se haya aplicado a las fibras de vidrio. Una vez aplicado el aglutinante a las fibras de vidrio, el aglutinante y el material que incorpora el aglutinante, tiene contactos relativamente infrecuentes con los componentes de la maquinaria comparado con el tiempo antes de aplicar el aglutinante a las fibras de vidrio. Por consiguiente, la corrosividad de la fabricación de fibra de vidrio (y la fabricación de otros materiales) disminuye.

Sin quedar ligado a teoría alguna, la reacción covalente de la sal de amonio del ácido policarboxílico y los reactivos azúcar reductor de una reacción de Maillard, que como se describe en este documento ocurre sustancialmente durante el curado térmico para producir melanoidinas poliméricas y copoliméricas nitrogenadas de color marrón de estructura variable, se cree que involucra la reacción inicial de Maillard de amoníaco con el resto aldehído de un reactivo carbohidrato azúcar reductor para proporcionar glicosilamina *N*-sustituida, como se muestra en la Fig. 2. El consumo de amoníaco de tal modo, con amoníaco y una combinación de reactivo carbohidrato azúcar reductor que funciona como un catalizador ácido latente, se esperaría que resultara en una disminución en el pH, disminución que se cree que promueve procesos de esterificación y/o deshidratación del ácido policarboxílico para proporcionar su correspondiente derivado anhídrido. A $pH \leq 7$, el producto de transposición de Amadori de glicosilamina *N*-sustituida, es decir, 1-amino-1-desoxi-2-cetosa, se esperaría que experimente principalmente 1,2-enolización con la formación de furfural cuando, por ejemplo, hay pentosas involucradas, o hidroximetilfurfural cuando, por ejemplo, las hexosas están involucradas, como preludio a la producción de melanoidina. Simultáneamente, al mismo tiempo, o secuencialmente a la producción de melanoidinas, pueden ocurrir procesos de esterificación que involucran melanoidinas, ácido policarboxílico y/o su correspondiente derivado de anhídrido, y carbohidrato residual, procesos que conducen a una extensa reticulación. Acompañado por reacciones de deshidratación de azúcar, mediante lo cual se producen dobles enlaces conjugados que pueden sufrir polimerización, se produce un aglutinante termoestable resistente al agua que consiste en aductos de poliéster interconectados por una red de enlaces sencillos carbono-carbono. Consistente con el escenario de reacción anterior es una absorbancia fuerte cerca de 1734 cm^{-1} en el espectro FT-IR de un aglutinante curado descrito en este documento, absorbancia que está dentro del intervalo $1750\text{--}1730\text{ cm}^{-1}$ esperado para las vibraciones del C=O del carbonilo del éster. El espectro mencionado anteriormente se muestra en la Fig. 4.

La siguiente discusión se refiere a (i) ejemplos de reactivos carbohidratos y aminas, que se pueden utilizar en una reacción de Maillard y (ii) cómo se pueden combinar estos reactivos. En primer lugar, debe entenderse que cualquier carbohidrato y/o compuesto que posee un grupo amino primario o secundario, que actuará como reactivo en una

reacción de Maillard, puede utilizarse en los aglutinantes de la presente divulgación. Dichos compuestos pueden ser identificados y utilizados por un experto en la técnica con las directrices descritas en este documento.

Con respecto a los reactivos a modo de ejemplo, también debe apreciarse que el uso de una sal de amonio de un ácido policarboxílico como reactivo amina es un reactivo eficaz en una reacción de Maillard. Las sales de amonio de los ácidos policarboxílicos se pueden generar neutralizando los grupos ácidos con una base amina, produciendo así grupos sal de amonio de ácido policarboxílico. La neutralización completa, es decir, aproximadamente el 100 % calculado sobre una base equivalente, puede eliminar cualquier necesidad de valorar o neutralizar parcialmente los grupos ácidos en el ácido o ácidos policarboxílicos antes de la formación del aglutinante. Sin embargo, se espera que una neutralización menor que la completa no inhiba la formación del aglutinante. Tenga en cuenta que la neutralización de los grupos ácidos de los ácidos policarboxílicos puede realizarse antes o después de que los ácidos policarboxílicos se mezcle con los carbohidratos.

Con respecto al reactivo carbohidrato, puede incluir uno o más reactivos que tienen uno o más azúcares reductores. En un aspecto, cualquier reactivo carbohidrato debe ser lo suficientemente no volátil para maximizar su capacidad de permanecer disponible para la reacción con el reactivo de sal de amonio de ácido policarboxílico. El componente carbohidrato puede ser un monosacárido en forma de aldosa o cetosa, que incluye triosa, una tetrosa, una pentosa, una hexosa o una heptosa; o un polisacárido; o combinaciones de los mismos. Un reactivo carbohidrato puede ser un azúcar reductor, o uno que produce uno o más azúcares reductores *in situ* en condiciones de curado térmico. Por ejemplo, cuando una triosa sirve como reactivo carbohidrato o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, puede utilizarse un azúcar de aldotriosa o un azúcar de cetotriosa, tal como gliceraldehído y dihidroacetona, respectivamente. cuando una tetrosa sirve como reactivo carbohidrato o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, azúcares de aldotetrosa, tales como eritrosa y treosa; y azúcares de cetotetrosa, tales como eritrolulosa, pueden utilizarse. Cuando una pentosa sirve como reactivo carbohidrato o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, azúcares de aldopentosa, tales como ribosa, arabinosa, xilosa y lixosa; y azúcares de cetopentosa, tales como ribulosa, arabulosa, xilulosa y lixulosa, pueden utilizarse. Cuando una hexosa sirve como reactivo carbohidrato o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, azúcares de aldohexosa, tales como **glucosa** (es decir, dextrosa), **manosa**, **galactosa**, alosa, altrosa, talosa, gulosa e idosa; y azúcares de cetohexosa, tales como **fructosa**, psicosa, **sorbosa** y tagatosa, pueden utilizarse. Cuando una heptosa sirve como reactivo carbohidrato o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, puede utilizarse un azúcar de cetoheptosa tal como sedoheptulosa. Otros estereoisómeros tales como reactivo carbohidrato no conocidos por ser de origen natural también se contemplan como útiles en la preparación de composiciones de aglutinante como se describió en este documento. Cuando un polisacárido sirve como carbohidrato, o se usa en combinación con monosacáridos, se puede utilizar sacarosa, lactosa, maltosa, almidón y celulosa.

Además, el reactivo carbohidrato en la reacción de Maillard se puede usar en combinación con un reactivo polihidroxi no carbohidrato. Ejemplos de reactivos polihidroxi no carbohidrato que pueden usarse en combinación con el reactivo carbohidrato incluyen, pero sin limitación, trimetilolpropano, glicerol, pentaeritritol, alcohol polivinílico, acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado, acetato de polivinilo completamente hidrolizado y mezclas de los mismos. En un aspecto, el reactivo polihidroxi no carbohidrato es suficientemente no volátil para maximizar su capacidad de permanecer disponible para reacción con un reactivo ácido policarboxílico monomérico o polimérico. Se aprecia que la hidrofobicidad del reactivo polihidroxi no carbohidrato puede ser un factor en la determinación de las propiedades físicas de un aglutinante preparado como se describe en este documento.

Cuando un acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado sirve como un reactivo polihidroxi no carbohidrato, se puede utilizar un compuesto disponible comercialmente, tal como un acetato de polivinilo hidrolizado al 87-89 %, tales como, DuPont ELVANOL 51-05. DuPont ELVANOL 51-05 tiene un peso molecular de aproximadamente 22.000-26.000 Da y una viscosidad de aproximadamente 5,0-6,0 centipoises. Otros acetatos de polivinilo parcialmente hidrolizados que se consideran útiles para preparar composiciones aglutinantes como se describe en el presente documento incluyen, pero sin limitación, acetatos de polivinilo hidrolizados al 87-89 % que difieren en peso molecular y viscosidad de ELVANOL 51-05, tales como, por ejemplo, DuPont ELVANOL 51-04, ELVANOL 51-08, ELVANOL 50-14, ELVANOL 52-22, ELVANOL 50-26, ELVANOL 50-42; y acetatos de polivinilo parcialmente hidrolizados que difieren en peso molecular, viscosidad y/o grado de hidrólisis del ELVANOL 51-05, tales como, DuPont ELVANOL 51-03 (hidrolizado 86-89 %), ELVANOL 70-14 (hidrolizado 95,0-97,0 %), ELVANOL 70-27 (hidrolizado 95,5-96,5 %), ELVANOL 60-30 (hidrolizado 90-93 %). Otros acetatos de polivinilo parcialmente hidrolizados que se consideran útiles para preparar composiciones aglutinantes como se describe en el presente documento incluyen, pero sin limitación, Clariant MOWIOL 15-79, MOWIOL 3-83, MOWIOL 4-88, MOWIOL 5-88, MOWIOL 8-88, MOWIOL 18-88, MOWIOL 23-88, MOWIOL 26-88, MOWIOL 40-88, MOWIOL 47-88, y MOWIOL 30-92, así como Celanese CELVOL 203, CELVOL 205, CELVOL 502, CELVOL 504, CELVOL 513, CELVOL 523, CELVOL 523TV, CELVOL 530, CELVOL 540, CELVOL 540TV, CELVOL 418, CELVOL 425, y CELVOL 443. También se considera que son útiles los acetatos de polivinilo parcialmente hidrolizados similares o análogos disponibles en otros proveedores comerciales.

Cuando un acetato de polivinilo completamente hidrolizado sirve como reactivo polihidroxi no carbohidrato, Clariant MOWIOL 4-98, que tiene un peso molecular de aproximadamente 27.000 Da, pueden utilizarse. Otros acetatos de polivinilo completamente hidrolizados que se consideran útiles incluyen, pero sin limitación, DuPont ELVANOL 70-03

(hidrolizado 98,0-98,8 %), ELVANOL 70-04 (hidrolizado 98,0-98,8 %), ELVANOL 70-06 (hidrolizado 98,5-99,2 %), ELVANOL 90-50 (hidrolizado 99,0-99,8 %), ELVANOL 70-20 (hidrolizado 98,5-99,2 %), ELVANOL 70-30 (hidrolizado 98,5-99,2 %), ELVANOL 71-30 (hidrolizado 99,0-99,8 %), ELVANOL 70-62 (hidrolizado 98,4-99,8 %), ELVANOL 70-63 (hidrolizado 98,5-99,2 %), ELVANOL 70-75 (hidrolizado 98,5-99,2 %), Clariant MOWIOL 3-98, MOWIOL 6-98, MOWIOL 10-98, MOWIOL 20-98, MOWIOL 56-98, MOWIOL 28-99, y Celanese CELVOL 103, CELVOL 107, CELVOL 305, CELVOL 310, CELVOL 325, CELVOL 325LA, y CELVOL 350, así como acetatos de polivinilo totalmente hidrolizados similares o análogos de otros proveedores comerciales.

Los reactivos de Maillard mencionados anteriormente pueden combinarse para obtener una composición acuosa que incluye un reactivo carbohidrato y un reactivo amina. Estos aglutinantes acuosos representan ejemplos de aglutinantes no curados. Como se describe posteriormente, estas composiciones acuosas se pueden usar como aglutinantes de la presente divulgación. Estos aglutinantes son composiciones aglutinantes acuosas libres de formaldehído, curables, alcalinas. Además, como se indicó anteriormente, el reactivo carbohidrato de los reactivos de Maillard se puede utilizar en combinación con un reactivo polihidroxi no carbohidrato. Por consiguiente, cada vez que se mencione el reactivo carbohidrato, debe entenderse que puede usarse en combinación con un reactivo polihidroxi no carbohidrato.

En una realización ilustrativa, la solución acuosa de reactivos de Maillard puede incluir (i) una sal de amonio de uno o más reactivos ácido policarboxílico y (ii) uno o más reactivos carbohidratos que tienen un azúcar reductor. El pH de esta solución antes de colocarla en contacto con el material a unir puede ser mayor o igual a aproximadamente 7. Además, esta solución puede tener un pH menor o igual a aproximadamente 10. La relación del número de moles de los reactivos ácido policarboxílico al número de moles de los reactivos carbohidrato puede estar en el rango de aproximadamente 1:4 a aproximadamente 1:15. En un ejemplo, la relación del número de moles de los reactivos ácido policarboxílico al número de moles de los reactivos carbohidrato en la composición de aglutinante es aproximadamente 1:5. En otro ejemplo, la relación del número de moles de los reactivos ácido policarboxílico al número de moles de los reactivos carbohidrato es de aproximadamente 1:6. En otro ejemplo más, la relación del número de moles de los reactivos ácido policarboxílico al número de moles de los reactivos carbohidrato es de aproximadamente 1:7.

Como se describió anteriormente, la composición aglutinante acuosa incluye (i) una sal de amonio de uno o más reactivos ácido policarboxílico y (ii) uno o más reactivos carbohidrato que tienen un azúcar reductor. Debe apreciarse que cuando se usa una sal de amonio de un ácido policarboxílico monomérico o polimérico como reactivo amina, los equivalentes molares del ion amonio pueden ser o no ser iguales a los equivalentes molares de los grupos sal ácida presentes en el ácido policarboxílico. En un ejemplo ilustrativo, una sal de amonio puede ser monobásica, dibásica, o tribásica, cuando se usa un ácido tricarboxílico como reactivo ácido policarboxílico. Por tanto, los equivalentes molares del ion amonio pueden estar presentes en una cantidad menor o aproximadamente igual a los equivalentes molares de los grupos sal ácida presentes en un ácido policarboxílico. Por consiguiente, la sal puede ser monobásica o dibásica cuando el reactivo ácido policarboxílico es un ácido dicarboxílico. Además, los equivalentes molares del ion amonio pueden estar presentes en una cantidad menor, o aproximadamente igual a, los equivalentes molares de los grupos sal ácida presentes en un ácido policarboxílico polimérico, etc. Cuando se usa una sal monobásica de ácido dicarboxílico, o cuando se usa una sal dibásica de ácido tricarboxílico, o cuando los equivalentes molares de iones amonio están presentes en una cantidad menor que los equivalentes molares de los grupos sal ácida presentes en un ácido policarboxílico polimérico, el pH de la composición aglutinante puede requerir ajuste para lograr la alcalinidad.

La composición aglutinante acuosa alcalina curable térmicamente libre de formaldehído sin curar se puede usar para fabricar una serie de materiales diferentes. En particular, estos aglutinantes se pueden usar para producir o promover la cohesión de materia no ensamblada o ligeramente ensamblada poniendo el aglutinante en contacto con la materia a unir. Se puede emplear cualquier técnica bien conocida para colocar el aglutinante acuoso en contacto con el material a unir. Por ejemplo, el aglutinante acuoso se puede pulverizar (por ejemplo, durante la unión de las fibras de vidrio) o se puede aplicar a través de un aparato de revestimiento de rodillo.

Estos aglutinantes acuosos pueden aplicarse a una estera de fibras de vidrio (por ejemplo, rociados sobre la estera), durante la producción de productos de aislamiento de fibra de vidrio. Una vez el aglutinante acuoso está en contacto con las fibras de vidrio, el calor residual de las fibras de vidrio (tenga en cuenta que las fibras de vidrio están hechas de vidrio fundido y, por tanto, contienen calor residual) y el flujo de aire a través de la malla fibrosa evaporará (es decir, retirará) el agua del aglutinante. La eliminación del agua deja los componentes restantes del aglutinante en las fibras como recubrimiento de líquido viscoso o semiviscoso de alto contenido de sólidos. Este recubrimiento de líquido viscoso o semiviscoso de alto contenido de sólidos funciona como aglutinante. En este punto, la estera no se ha curado. En otras palabras, el aglutinante no curado funciona para unir las fibras de vidrio en la estera.

Además, debe entenderse que los aglutinantes acuosos descritos anteriormente pueden curarse. Por ejemplo, cualquiera de los aglutinantes acuosos descritos anteriormente se puede disponer (por ejemplo, pulverizar) sobre el material a unir y luego calentar. Por ejemplo, en el caso de fabricación de productos aislantes de fibra de vidrio, después de aplicar el aglutinante acuoso a la estera, la estera revestida con aglutinante se transfiere a un horno de curado. En el horno de curado, la estera se calienta (por ejemplo, de aproximadamente 148,9 °C (300 °F) a aproximadamente 315,6 °C (600 °F)) y el aglutinante se cura. El aglutinante curado es un aglutinante termoestable resistente al agua libre de formaldehído que une las fibras de vidrio de la estera. Tenga en cuenta que el secado y el curado térmico pueden ocurrir secuencialmente, simultáneamente, o concurrentemente.

Con respecto a fabricar aglutinantes que son insolubles en agua cuando se curan, debe apreciarse que la relación del número de equivalentes molares de grupos sal ácida presentes en los reactivos ácido policarboxílico con respecto al número de equivalentes molares de grupos hidroxilo presentes en los reactivos carbohidrato puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,04:1 a aproximadamente 0,15:1. Después del curado, estas formulaciones dan como resultado un aglutinante termoestable resistente al agua. En una variación, el número de equivalentes molares de grupos hidroxilo presentes en los reactivos carbohidrato es aproximadamente veinticinco veces mayor que el número de equivalentes molares de grupos sal ácida presentes en los reactivos ácido policarboxílico. En otra variación, el número de equivalentes molares de grupos hidroxilo presentes en los reactivos carbohidrato es aproximadamente diez veces mayor que el número de equivalentes molares de grupos sal ácida presentes en los reactivos ácido policarboxílico. En aún otra variación, el número de equivalentes molares de grupos hidroxilo presentes en los reactivos carbohidrato es aproximadamente seis veces mayor que el número de equivalentes molares de grupos sal ácida presentes en los reactivos ácido policarboxílico.

En otras realizaciones de la divulgación, un aglutinante que ya está curado puede disponerse en un material a unir. Como se indicó anteriormente, la mayoría de los aglutinantes curados contendrán normalmente melanoidinas insolubles en agua. Por consiguiente, estos aglutinantes también serán aglutinantes termoestables resistentes al agua.

Como se describe posteriormente, pueden incorporarse diversos aditivos a la composición aglutinante. Estos aditivos proporcionan a los aglutinantes de la presente divulgación características deseables adicionales. Por ejemplo, el aglutinante puede incluir un agente de acoplador que contiene silicio. Muchos agentes acopladores que contienen silicio están disponibles en el mercado por Dow-Corning Corporation, Petrarch Systems, y por la compañía General Electric. Ilustrativamente, el agente acoplador que contiene sílice incluye compuestos tales como sililéteres y éteres de alquilsililo, cada uno de los cuales pueden estar opcionalmente sustituidos, tal como halógeno, alcoxi, amino y similares. En una variación, el compuesto que contiene sílice es un silano sustituido con amino, tales como, gamma-aminopropiltrimetoxisilano (General Electric Silicones, SILQUEST A-1101; Wilton, CT; USA). En otra variación, el compuesto que contiene sílice es un silano sustituido con amino, por ejemplo, aminoetilaminopropiltrimetoxi silano (Dow Z-6020; Dow Chemical, Midland, MI; USA). En otra variación, el compuesto que contiene silicio es gamma-glicidoxipropiltrimetoxisilano (General Electric Silicones, SILQUEST A-187). En aún otra variación, el compuesto que contiene silicio es un n-propilaminasilano (Creanova (anteriormente Huls America) HYDROSIL 2627; Creanova; Somerset, N.J.; U.S.A.).

Los agentes acopladores que contienen silicio están normalmente presentes en el aglutinante en el intervalo del 0,1 por ciento a aproximadamente el 1 por ciento en peso basándose en los sólidos de aglutinante disueltos (es decir, aproximadamente del 0,1 por ciento a aproximadamente el 1 por ciento basándose en el peso de sólidos añadidos a la solución acuosa). En una aplicación, uno o más de estos compuestos que contienen silicio se pueden agregar al aglutinante acuoso no curado. Luego se aplica el aglutinante al material a unir. Posteriormente, el aglutinante se puede curar si se desea. Estos compuestos que contienen silicona mejoran la capacidad del aglutinante de adherirse al material sobre el que se dispone el aglutinante, tales como fibras de vidrio. La mejora de la capacidad del aglutinante para adherirse a la materia mejora, por ejemplo, su capacidad de producir o promover la cohesión de sustancias no ensambladas o ligeramente ensambladas.

Un aglutinante que incluye un agente de acoplamiento que contiene silicona puede prepararse mezclando aproximadamente 10 a aproximadamente 50 por ciento en peso de solución acuosa de uno o más reactivos ácido policarboxílico, ya neutralizado con una base amina o neutralizado *in situ*, con aproximadamente 10-50 por ciento en peso de solución acuosa de uno o más reactivos carbohidrato azúcar reductor, y una cantidad eficaz de un agente de acoplamiento que contiene silicio. En una variación, uno o más reactivos ácido policarboxílico y uno o más reactivos carbohidratos, teniendo el último azúcar reductor, pueden combinarse como sólidos, mezclado con agua, y luego la mezcla tratada con una base acuosa de amina (para neutralizar uno o más reactivos ácido policarboxílico) y un agente de acoplamiento que contiene silicio para generar una solución acuosa de 10-50 por ciento en peso en cada reactivo ácido policarboxílico y cada reactivo carbohidrato.

En otra realización ilustrativa, un aglutinante de la presente divulgación puede incluir uno o más inhibidores de corrosión. Estos inhibidores de corrosión evitan o inhiben la corrosión o desgaste de una sustancia, tales como, metal causada por descomposición química llevada a cabo por un ácido. Cuando se incluye un inhibidor de corrosión en un aglutinante de la presente divulgación, la corrosividad del aglutinante disminuye en comparación con la corrosividad del aglutinante sin el inhibidor presente. En una realización, estos inhibidores de la corrosión pueden utilizarse para disminuir la corrosividad de las composiciones que contienen fibras de vidrio descritas en el presente documento. Ilustrativamente, los inhibidores de la corrosión incluyen uno o más de los siguientes, aceite de desempolvado o un fosfato de monoamonio, metasilicato de sodio pentahidratado, melamina, oxalato de estaño(II), y/o emulsión de fluido de silicona de metilhidrógeno. Cuando se incluye en un aglutinante de la presente divulgación, los inhibidores de corrosión están presentes normalmente en el aglutinante en un intervalo de aproximadamente el 0,5 por ciento a aproximadamente el 2 por ciento en peso basándose en los sólidos de aglutinante disueltos.

Siguiendo las pautas divulgadas, el experto en la materia podrá variar las concentraciones de los reactivos del aglutinante acuoso para producir una amplia gama de composiciones aglutinantes. En particular, las composiciones

aglutinantes acuosos pueden formularse para tener un pH alcalino. Por ejemplo, un pH en el rango de mayor o igual a aproximadamente 7 a menor o igual a aproximadamente 10. Los ejemplos de los reactivos aglutinantes que se pueden manipular incluyen (i) los reactivos ácido policarboxílico, (ii) la base amina, (iii) los reactivos carbohidrato, (iv) el agente de acoplamiento que contiene silicio, y (v) los compuestos inhibidores de la corrosión. Tener el pH de los aglutinantes acuosos (por ejemplo, aglutinantes no curados) de la presente divulgación en el intervalo alcalino inhibe la corrosión de los materiales con los que el aglutinante entra en contacto, tales como máquinas utilizadas en el proceso de fabricación (por ejemplo, en la fabricación de fibra de vidrio). Tenga en cuenta que esto es especialmente cierto cuando la corrosividad de los aglutinantes ácidos se compara con los aglutinantes de la presente divulgación. Por consiguiente, la "vida útil" de la maquinaria aumenta, mientras que el coste de mantenimiento de estas máquinas disminuye. Además, puede usarse equipo estándar con los aglutinantes de la presente divulgación, en lugar de tener que utilizar componentes de máquinas relativamente resistentes a la corrosión que entran en contacto con aglutinantes ácidos, tales como componentes de acero inoxidable. Por tanto, los aglutinantes descritos en este documento disminuyen el coste de fabricación de materiales unidos.

La presente divulgación se ilustrará adicionalmente en los siguientes ejemplos, sin limitación a los mismos. Únicamente los ejemplos cubiertos por el ámbito de las reivindicaciones forman parte de la invención.

Por ejemplo, aunque se mezclaron soluciones acuosas al 25 % (porcentaje en peso) de cada uno de citrato de triamonio y monohidrato de dextrosa en el EJEMPLO 1 para preparar aglutinantes acuosos, debe entenderse que, en variaciones de las realizaciones descritas en el presente documento, el porcentaje en peso de la solución acuosa de reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico y el porcentaje en peso de la solución acuosa de reactivo carbohidrato azúcar reductor pueden alterarse sin afectar la naturaleza de la divulgación descrita. Por ejemplo, al mezclar soluciones acuosas del reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico y el reactivo carbohidrato azúcar reductor, cuyos porcentajes en peso se encuentran dentro del rango de aproximadamente 10-50 por ciento en peso. Además, aunque se usaron soluciones acuosas al 10-50 % (porcentaje en peso) en sólidos disueltos de citrato de triamonio y monohidrato de dextrosa en los Ejemplos 8-12 para preparar composiciones de fibra de vidrio/aglutinante, debe entenderse que el porcentaje en peso de la solución acuosa que contiene reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico/que contiene reactivo carbohidrato azúcar reductor puede alterarse sin afectar la naturaleza de la divulgación descrita. Por ejemplo, preparar soluciones acuosas que incluyen el reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico y el reactivo carbohidrato azúcar reductor cuyos porcentajes en peso se encuentran fuera del rango de aproximadamente 10-50 por ciento en peso. Además, aunque los siguientes ejemplos incluyen sal de amonio, es decir, NH_4 , de un ácido policarboxílico como reactivo sal de amonio de ácido policarboxílico, debe entenderse que pueden usarse reactivos amina alternativos sin afectar la naturaleza de la divulgación descrita, tales como, incluyendo una sal de amina primaria o una sal de amina secundaria de un ácido policarboxílico.

EJEMPLO 1

Preparación de aglutinantes acuosos de citrato de triamonio-dextrosa

Los aglutinantes acuosos de citrato de triamonio-dextrosa se prepararon de acuerdo con el siguiente procedimiento: Se combinaron soluciones acuosas (25 %) de citrato de triamonio (81,9 g de ácido cítrico, 203,7 g de agua y 114,4 g de una solución al 19 % de amoníaco) y monohidrato de dextrosa (50,0 g de monohidrato de dextrosa en 150,0 g de agua) a temperatura ambiente en las siguientes proporciones en volumen: 1:24, 1:12, 1:8, 1:6, 1:5, 1:4 y 1:3, donde el volumen relativo de citrato de triamonio se enumera como "1". Por ejemplo, 10 ml de citrato de triamonio acuoso mezclado con 50 ml de dextrosa acuosa monohidrato proporcionaron una solución "1:5", en donde la relación de masa de citrato de triamonio a monohidrato de dextrosa es aproximadamente 1:5, la relación molar de citrato de triamonio a monohidrato de dextrosa es aproximadamente 1:6, y la relación del número de equivalentes molares de grupos sal de ácido, presentes en el citrato de triamonio, al número de equivalentes molares de grupos hidroxilo, presentes en el monohidrato de dextrosa, es aproximadamente 0,10:1. Las soluciones resultantes se agitaron a temperatura ambiente durante varios minutos, en ese momento se retiraron muestras de 2 g y se curaron térmicamente como se describe en el Ejemplo 2.

EJEMPLO 2

Preparación de muestras de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa curado a partir de aglutinantes de citrato de triamonio-dextrosa acuosos

Se colocaron 2 g de muestras de cada aglutinante, preparado en el Ejemplo 1, en cada una de tres bandejas individuales de aluminio de 1 g. Cada aglutinante se sometió luego a las siguientes tres condiciones convencionales de horneado/curado en hornos de convección precalentados termostatzados para producir la muestra de aglutinante curado correspondiente: 15 minutos a 204,4 °C (400 °F), 30 minutos a 176,7 °C (350 °F) y 30 minutos a 148,9 °C (300 °F).

EJEMPLO 3

Prueba/evaluación de muestras de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa curado producidas a partir de

aglutinantes de citrato de triamonio-dextrosa acuosos

La resistencia en húmedo se determinó para cada muestra de aglutinante de citrato de dextrosa de triamonio curado, como se prepara en el Ejemplo 2, por el grado en que una muestra de aglutinante curado pareció permanecer intacta y resiste la disolución, después de agregar agua a la bandeja de hornear de aluminio y dejarla reposar a temperatura ambiente. La resistencia en húmedo se indicó como Disuelta (sin resistencia en húmedo), Parcialmente Disuelta (para resistencia mínima en húmedo), Suavizada (para resistencia en húmedo intermedia) o Impermeable (para resistencia en húmedo alta, insoluble en agua). También se determinó el color del agua resultante de su contacto con las muestras de aglutinante de citrato de amonio-dextrosa curado. La siguiente Tabla 1 muestra ejemplos ilustrativos de aglutinantes de citrato de triamonio-dextrosa preparados según el Ejemplo 1, las condiciones de curado de los mismos según el Ejemplo 2, y los resultados de las pruebas y evaluaciones según el Ejemplo 3.

EJEMPLO 4

Análisis elemental de muestras de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) curado

Se realizaron análisis elementales de carbono, hidrógeno y nitrógeno (es decir, C, H, N) en muestras de 5 g de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa al 15 % (1:6), preparado como se describe en el Ejemplo 1 y curado como se describe posteriormente, muestras curadas de 0,75 g que incluyeron una relación molar de citrato de triamonio a monohidrato de dextrosa de aproximadamente 1:6. Las muestras de aglutinante se curaron en función de la temperatura y el tiempo de la siguiente forma: 148,9 °C (300 °F) durante 1 hora; 176,7 °C (350 °F) durante 0,5 hora; y 204,4 °C (400 °F) durante 0,33 horas. Los análisis elementales se realizaron en los laboratorios Galbraith, Inc. en Knoxville, TENNESSE. Como se muestra en la Tabla 2, el análisis elemental reveló un aumento en la relación C:N en función del aumento de la temperatura en el rango de 148,9 °C (300 °F) a 176,7 °C (350 °F), resultados que son consistentes con la preparación de un aglutinante que contiene melanoidina. Además, en la Tabla 2 también se muestra un aumento en la relación C:H en función del aumento de la temperatura, resultados que son consistentes con deshidratación, un proceso que se sabe que ocurre durante la formación de melanoidinas, ocurriendo durante el curado del aglutinante.

EJEMPLO 5

Preparación de aglutinantes de policarboxilato de amonio-azúcar utilizados para construir huesos de concha de perla de vidrio, esteras que contienen fibra de vidrio y composiciones de tableros de fibra de madera.

Se prepararon aglutinantes acuosos de citrato de triamonio-dextrosa (1:6), aglutinantes que se usaron para construir huesos de concha de perla de vidrio y esteras que contienen fibra de vidrio, mediante el siguiente procedimiento general: se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (915 g) y ácido cítrico anhidro en polvo (152,5 g) en un recipiente de reacción de 3,8 l (1 galón) al que se agregaron 880 g de agua destilada. A esta mezcla se agregaron 265 g de amoniaco acuoso al 19 % con agitación, y la agitación continuó durante varios minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 3,3 g de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~8-9 (usando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 50 % de monohidrato de dextrosa disuelta y sólidos de citrato de amonio disueltos (como porcentaje del peso total de solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 30 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). Cuando se incluyó un silano distinto de SILQUEST A-1101 en el aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6), se hicieron sustituciones con SILQUEST A-187 Silano, HYDROSIL 2627 Silano, o Z-6020 Silano. Cuando se incluyeron aditivos en el aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) para producir variantes de aglutinante, se distribuyó la solución estándar entre botellas en alícuotas de 300 g a las que luego se suministraron aditivos individuales.

El espectro FT-IR de un aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) seco (sin curar), cuyo espectro se obtuvo como una película microscópica delgada de una muestra de 10 g de un aglutinante al 30 % (sólidos aglutinantes disueltos) se secó al vacío, como se muestra en la Fig. 3. El espectro FT-IR de un aglutinante de Maillard de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) curado, cuyo espectro se obtuvo como una película delgada microscópica de una muestra de 10 g de un aglutinante al 30 % (sólidos de aglutinante disueltos) después del curado, como se muestra en la Fig. 4.

Cuando se utilizaron ácidos policarboxílicos distintos de ácido cítrico, azúcares distintos de dextrosa, y/o aditivos para preparar variantes de aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar acuoso, se utilizó el mismo procedimiento general que el descrito anteriormente para la preparación de un aglutinante de citrato de triamonio acuoso-dextrosa (1:6). Para variantes de aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar, se hicieron los ajustes necesarios para acomodar la inclusión de, por ejemplo, un ácido dicarboxílico o un ácido policarboxílico polimérico en lugar de ácido cítrico, o para acomodar la inclusión de, por ejemplo, una triosa en lugar de dextrosa, o para acomodar la inclusión de, por ejemplo, uno o más aditivos. Tales ajustes incluyeron, por ejemplo, ajustar el volumen de amoniaco acuoso necesario para generar sal de amonio, ajustar las cantidades en gramos de reactivos necesarias para lograr una relación molar deseada de policarboxilato de amonio a azúcar, y/o incluir un aditivo en un porcentaje en peso deseado.

EJEMPLO 6

Preparación/erosión/ensayo de composiciones de hueso de concha de perla de vidrio preparadas con aglutinantes de policarboxilato de amonio-azúcar

Cuando se evaluaron para su resistencia a la tracción seca y "erosionada", las composiciones de hueso de concha de perla de vidrio preparadas con un aglutinante dado proporcionan una indicación de la resistencia a la tracción y la durabilidad probables, respectivamente, del aislamiento de fibra de vidrio preparado con ese aglutinante particular. La durabilidad prevista se basa en la relación de resistencia a la tracción erosionada de un hueso de concha: resistencia a la tracción en seco. Se prepararon huesos de concha, se erosionaron, y probaron como sigue: Procedimiento de preparación para los huesos de concha:

Un molde de hueso de concha (Dieter Foundry Testing Equipment; Accesorio de curado de concha calentado, Modelo 366 y Accesorio de molde de concha) se ajustó a una temperatura deseada, generalmente 218,3 °C (425 °F), y se dejó calentar durante al menos una hora. Mientras se calentaba el molde de hueso de concha, se prepararon aproximadamente 100 g de un aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar acuoso (generalmente 30 % en sólidos aglutinantes) como se describe en el Ejemplo 5. Usando un vaso de precipitados grande de vidrio, se pesaron por diferencia 727,5 g de cuentas de vidrio (Quality Ballotini Impact Beads, Spec. AD, tamiz US 70-140, 106-212 micrómetros n.º 7, de Potters Industries, Inc.). Las perlas de vidrio se vertieron en un tazón de mezcla limpio y seco, tazón que se montó en un soporte de mezcladora eléctrica. Se obtuvieron aproximadamente 75 g de aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar acuoso, y el aglutinante se vertió lentamente en las perlas de vidrio en el tazón de mezcla. La mezcladora eléctrica se encendió y la mezcla de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar se agitó durante un minuto. Usando una espátula grande, se rasparon los lados del batidor (mezcladora) para retirar cualquier grumo de aglutinante, mientras que también se raspan los bordes donde las perlas de vidrio se encuentran en el fondo del recipiente. La mezcladora se volvió a encender durante un minuto adicional, entonces el batidor (mezcladora) se retiró de la unidad, seguido de retirada del tazón de mezcla que contiene la mezcla de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio y azúcar. Usando una espátula grande, se retiraron la mayor cantidad posible de aglutinante y perlas de vidrio unidas al batidor (mezcladora) y luego se agitaron en la mezcla de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar en el tazón de mezcla. Los lados del tazón se rasparon para mezclar cualquier exceso de aglutinante que pudiera haberse acumulado en los lados. En este punto, la mezcla de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar estaba lista para moldear en un molde de hueso de concha.

Se confirmó que los portaobjetos del molde de hueso de concha estaban alineados dentro de la platina de molde inferior. Usando una espátula grande, luego, se añadió rápidamente una mezcla de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar en las tres cavidades del molde dentro del molde de hueso de concha. La superficie de la mezcla en cada cavidad se aplanó, mientras se raspaba el exceso de mezcla para dar un área superficial uniforme al hueso de concha. Todas las inconsistencias o huecos que existían en cualquiera de las cavidades se rellenaron con una mezcla adicional de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar y luego se aplanaron. Una vez se colocó una mezcla de perlas de vidrio/aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar en las cavidades de hueso de concha, y la mezcla se expuso a calor, comenzó el curado. Como el tiempo de manipulación puede afectar los resultados de las pruebas, por ejemplo, se pueden producir huesos de concha con dos capas curadas diferencialmente, los huesos de concha se prepararon de manera consistente y rápida. Con el molde de hueso de concha lleno, la platina superior se colocó rápidamente sobre la platina inferior. Al mismo tiempo, o rápidamente después de eso, la medición del tiempo de curado se inició mediante un cronómetro, durante el cual el curado de la temperatura de la platina inferior varió de aproximadamente 204,4 °C (400 °F) a aproximadamente 221,1 °C (430 °F), mientras que la temperatura de la platina superior osciló entre aproximadamente 226,7 °C (440 °F) y aproximadamente 243,3 °C (470 °F). A los siete minutos de tiempo transcurrido, se retiró la platina superior y se sacaron los portaobjetos para que se pudieran retirar los tres huesos de concha. Los huesos de concha recién hechos se colocaron después en una rejilla de alambre, junto a la platina de molde de hueso de concha, y se dejaron enfriar a temperatura ambiente. Posteriormente, cada hueso de concha se etiquetó y se colocó individualmente en una bolsa plástica de almacenamiento etiquetada adecuadamente. Si los huesos de concha no pudieron probarse el día en que fueron preparados, las bolsas de plástico que contenían hueso de concha se colocaron en una unidad desecadora.

Procedimiento de acondicionamiento (erosión) para huesos de concha:

Se encendió una cámara de humedad Blue M y luego se ajustó para proporcionar condiciones de intemperie de 32,2 °C (90 °F) y 90 % de humedad relativa (es decir, 32,2 °C (90 °F)/90 % rH). El tanque de agua en el lado de la cámara de humedad se comprobó y rellenó regularmente, normalmente cada vez que se enciende. Se permitió que la cámara de humedad alcanzara las condiciones de intemperie especificadas durante un período de al menos 4 horas, siendo típico un período de equilibrio de un día. Los huesos de concha que se erosionan se cargaron rápidamente (ya que mientras las puertas están abiertas, la humedad y la temperatura disminuyen), uno a la vez a través de las puertas abiertas de la cámara de humedad, sobre el estante ranurado superior de la cámara de humedad. Se anotó el momento en que se colocaron los huesos de concha en la cámara de humedad y se realizó la erosión durante un período de 24 horas. Posteriormente, las puertas de la cámara de humedad se abrieron y un conjunto de huesos de concha se retiraron rápidamente a la vez y se colocaron individualmente en las bolsas de plástico respectivas, sellándose completamente. Generalmente, se erosionaron de uno a cuatro conjuntos de huesos de concha a la vez como se

describió anteriormente. Los huesos de concha erosionados se llevaron de inmediato a la sala Instron y se analizaron.

Procedimiento de ensayo para romper huesos de concha:

- 5 En la sala Instron, el método de ensayo del hueso de concha se cargó en la máquina Instron 5500 R mientras se aseguraba de que se instaló la celda de carga adecuada (es decir, celda de carga estática 5 kN), y la máquina se dejó calentar durante quince minutos. Durante este período de tiempo, se comprobó que las empuñaduras de prueba de hueso de concha estaban instaladas en la máquina. La celda de carga se puso a cero y se equilibró, y luego se probó un conjunto de huesos de concha a la vez de la siguiente manera: Se retiró un hueso de concha de su bolsa de plástico y luego se pesó. El peso (en gramos) se ingresó luego en la computadora asociada a la máquina Instron. Luego se ingresó el espesor medido del hueso de concha (en pulgadas), como espesor de muestra, tres veces en la computadora asociada a la máquina Instron. Luego se colocó una muestra de hueso de concha en los agarres de la máquina Instron y se iniciaron las pruebas a través del teclado en la máquina Instron. Después de retirar una muestra de hueso de la concha, el punto de ruptura medido se ingresó en la computadora asociada a la máquina Instron, y la prueba continuó hasta que se probaron todos los huesos de concha en conjunto.

Los resultados se muestran en las Tablas 3-6, cuyos resultados son resistencia media a la tracción en seco (psi), resistencia a la tracción media erosionada (psi), y relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada.

20 EJEMPLO 7

Preparación/erosión/ensayo de esteras que contienen fibra de vidrio preparadas con aglutinantes de policarboxilato de amonio-azúcar (1:6)

- 25 Cuando se evaluaron para su resistencia a la tracción seca y "erosionada", las esteras que contienen fibra de vidrio preparadas con un aglutinante dado proporcionan una indicación de la resistencia a la tracción y la durabilidad probables, respectivamente, del aislamiento de fibra de vidrio preparado con ese aglutinante particular. La durabilidad prevista se basa en la relación de resistencia a la tracción "erosionada" de una estera de fibra de vidrio:resistencia a la tracción en seco. Se prepararon esteras de fibra de vidrio, se erosionaron, y probaron como sigue:

30 Procedimiento de preparación para esteras que contienen fibra de vidrio:

- Se construyó una "caja de Deckel" de 33 cm (13 pulgadas) de alto x 33 cm (13 pulgadas) de ancho x 35,6 cm (14 pulgadas) de profundidad, de lámina acrílica transparente y se unió a un marco de metal con bisagras. Debajo de la caja de Deckel, como transición de la caja a un tubo de drenaje de 7,6 cm (3 pulgadas), se instaló un sistema de chapa perforada y pantalla de metal grueso. Se sujetó un cinturón de plástico tejido (llamado "cable") debajo de la caja de Deckel. Para mezclar, se usó una cubeta de 19 l (5 galones) equipada con una costilla vertical interna y una mezcladora a motor de aire de alto cizallamiento. Normalmente, se mezclaron 15 l (4 galones) de agua y fibras de vidrio E (es decir, vidrio de alta temperatura) (11 g, 22 g o 33 g) durante dos minutos. Un vidrio E típico tenía la siguiente composición porcentual en peso: SiO₂, 52,5 %; Na₂O, 0,3 %; CaO, 22,5 %; MgO, 1,2 %; Al₂O₃, 14,5 %; FeO/Fe₂O₃, 0,2 %; K₂O, 0,2 %; y B₂O₃, 8,6 %. La tubería de drenaje y la transición debajo del cable se habían llenado previamente con agua, de modo que la parte inferior de la caja de Deckel estaba mojada. Se vertió la mezcla acuosa de fibra de vidrio en la caja de Deckel y se agitó verticalmente con una placa que contenía cuarenta y nueve (49) orificios de 2,5 cm (una pulgada). La válvula deslizante en la parte inferior de la línea de drenaje se abrió rápidamente y las fibras de vidrio se recogieron en el cable. Un marco cubierto de pantalla, ya colocado en su lugar debajo del cable, facilitó la transferencia de la muestra de fibra de vidrio. La muestra se deshidrató pasando por una ranura de extracción con una succión de columna de agua de 63,5-101,6 cm (25-40 pulgadas). Se usó una pasada para una muestra de 11 g, se usaron dos pasadas para una muestra de 22 g, y se usaron tres pasadas para una muestra de 33 g. La muestra se transfirió a un segundo marco cubierto con pantalla y se retiró el alambre de formación. La muestra se secó después y se separó de la pantalla. Posteriormente, la muestra se pasó sobre un rodillo aplicador de 7,6 cm (3 pulgadas) de diámetro que giraba en un baño que contenía un aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar acuoso (que contenía sólidos aglutinantes disueltos al 15 %, preparados como se describe en el Ejemplo 5), en donde las fibras de vidrio estaban saturadas con aglutinante. El exceso de aglutinante se extrajo pasando nuevamente por la ranura del extractor para producir esteras que contienen fibra de vidrio, esteras que se curaron a 190 °C (375 °F) durante 30 minutos en un horno con aire de convección forzado con flujo ascendente.

Procedimiento de acondicionamiento (erosión) para esteras de fibra de vidrio:

- 60 Las muestras de esteras que contenían fibra de vidrio que se erosionan se colocaron en un cinturón de tejido de curso revestido con TEFLON y se pesaron para evitar la flotación. Se prepararon un par de esteras de muestra para cada aglutinante de policarboxilato de azúcar-amonio bajo evaluación. Las esteras se acondicionaron a temperatura y humedad ambiente en una habitación con aire acondicionado, pero sin control de humedad durante al menos un día. Se cortaron siete muestras de prueba de cada estera utilizando un troquel con el perfil adecuado; se cortaron seis muestras en una dirección y una muestra se cortó en una dirección perpendicular, con cada muestra mantenida separada. Cada muestra tenía un ancho de 5,1 cm (2 pulgadas) y se redujo a un ancho de 2,5 cm (1 pulgada) en la sección media, siendo de aproximadamente 30,5 cm (12 pulgadas) de largo. Se colocaron tres muestras de cada

estera en una cámara de "erosión" a 37-38 °C y 90 % de humedad relativa durante 24 horas. Las muestras erosionadas se retiraron de la cámara y almacenaron en bolsas de plástico sellables, conteniendo cada bolsa una toalla de papel húmeda, hasta inmediatamente antes de la prueba.

5 Procedimiento de ensayo para romper las esteras de fibra de vidrio:

Se instaló un probador de tracción con una velocidad de cruceta de 1,3 cm (0,5 pulgadas) por minuto. Las mordazas de sujeción tenían un ancho de 5,1 cm (2 pulgadas) y tenían aproximadamente 3,8 cm (agarres de 1,5 pulgadas). Se probaron tres muestras secas y tres muestras erosionadas de cada estera. Las muestras secas se utilizaron para medir el contenido de aglutinante, según lo determinado por la pérdida por calcinación(LOI).

Los resultados se muestran en la Tabla 7, soldados que son % LOI medio, resistencia a la tracción en seco media (lb fuerza), resistencia a la tracción media erosionada (lb fuerza) y relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada.

15 EJEMPLO 8

Preparación de composiciones de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de vidrio: Manta sin curar y manta curada

Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (136,1 kg (300 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (22,7 kg (50 lb)) en una bolsa de 984,2 l (260 galones). Luego se agregó agua blanda para alcanzar un volumen de 889,6 l (235 galones). A esta mezcla se agregaron 34,1 l (9,5 galones) de amoníaco acuoso al 19 %, y la mezcla resultante se agitó para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 0,25 kg (0,56 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución al 15,5 % en monohidrato de dextrosa y sólidos de citrato de amonio disueltos (como porcentaje del peso total de la solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 9,3 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). La solución se agitó durante varios minutos antes de transportarse a una bomba de aglutinante donde se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación del material denominado "manta húmeda", o manta sin curar, y "manta ámbar", o manta curada.

La manta sin curar y la manta curada se prepararon utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen en general a continuación y en la patente de EE.UU. n.º 5.318.990. Normalmente, se aplica un aglutinante a las fibras de vidrio a medida que se producen y forman una estera, el agua se volatiliza del aglutinante, y la estera de vidrio fibroso recubierta con aglutinante con alto contenido de sólidos se calienta para curar el aglutinante y producir así una estera de vidrio fibroso acabado que puede usarse, por ejemplo, como producto de aislamiento térmico o acústico, refuerzo para un compuesto producido posteriormente, etc.

Se produjo una estera porosa de vidrio fibroso mediante la fibra de vidrio fundido y se formó inmediatamente una estera de vidrio fibroso en un transportador móvil. El vidrio se fundió en un tanque y se suministró a un dispositivo de formación de fibra tal como un hilador o un buje. Las fibras de vidrio se atenuaron del dispositivo y luego se soplaron hacia abajo generalmente dentro de una cámara de formación. Las fibras de vidrio tienen normalmente un diámetro de aproximadamente 2 a aproximadamente 9 micrómetros y tienen una longitud de aproximadamente 0,6 cm (0,25 pulgadas) a aproximadamente 7,6 cm (3 pulgadas). Normalmente, las fibras de vidrio varían en diámetro de aproximadamente 3 a aproximadamente 6 micrómetros, y tienen una longitud de aproximadamente 0,6 cm (0,5 pulgadas) a aproximadamente 3,8 cm (1,5 pulgadas). Las fibras de vidrio se depositaron sobre un transportador perforado de formación sin fin. Se aplicó un aglutinante a las fibras de vidrio, a medida que se formaban, por medio de aplicadores de pulverización adecuados para dar como resultado una distribución de aglutinante a través de la estera formada de vidrio fibroso. Las fibras de vidrio, teniendo adherido aglutinante no curado a ellas, se reunieron y formaron en una estera en el transportador sin fin dentro de la cámara de formación con la ayuda de un vacío extraído a través de la estera desde debajo del transportador de formación. El calor residual contenido en las fibras de vidrio así como el flujo de aire a través de la estera causaron que la mayor parte del agua se volatilizara de la estera antes de salir de la cámara de formación. (Se retiró agua en la medida en que el aglutinante no curado funcionaba como un aglutinante; la cantidad de agua que se retira para cualquier aplicación particular se puede determinar por un experto en la materia con experimentación rutinaria)

A medida que la estera de vidrio fibroso recubierto con aglutinante de alto contenido de sólidos emergió de la cámara de formación, se expandió verticalmente debido a la resiliencia de las fibras de vidrio. La estera expandida se transportó luego hacia y a través de un horno de curado en donde pasa aire caliente a través de la estera para curar el aglutinante. Los vientos por encima y por debajo de la estera comprimieron ligeramente la estera para dar al producto terminado un espesor y acabado superficial predeterminados. Normalmente, el horno de curado se hizo funcionar a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 176,7 °C (350 °F) a aproximadamente 315,6 °C (600 °F). Generalmente, la estera residió dentro del horno durante un período de tiempo de aproximadamente 0,5 minutos a aproximadamente 3 minutos. Para la fabricación de productos de aislamiento térmico o acústico convencionales, el tiempo varía entre aproximadamente 0,75 minutos y aproximadamente 1,5 minutos. El vidrio fibroso que tiene una matriz de aglutinante rígido curado emergió del horno en forma de una estera que puede comprimirse para su

5 envasado y envío y que posteriormente recuperará sustancialmente su dimensión vertical cuando esté sin restricciones. A modo de ejemplo, una estera de vidrio fibroso que tiene aproximadamente 3,2 cm (1,25 pulgadas) de espesor a medida que sale de la cámara de formación, se expandirá a un espesor vertical de aproximadamente 22,9 cm (9 pulgadas) en la zona de transferencia y se comprimirá ligeramente a un espesor vertical de aproximadamente 15,2 cm (6 pulgadas) en el horno de curado.

10 Las especificaciones nominales del producto de manta curada preparado como se describió anteriormente fueron aproximadamente 0,44 kg/m² (0,09 libras por pie cuadrado de peso), aproximadamente 11,2 kg/m³ (0,7 libras por pie cúbico de densidad), aproximadamente 3,8 cm (1,5 pulgadas de espesor), diámetro de fibra de aproximadamente 22 cienmilésimas de pulgada (5,6 micrómetros), aproximadamente 11 % de contenido de aglutinante después del curado y aproximadamente 0,7 % de contenido de aceite mineral para desempolvar (aceite para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 237,8 °C (460 °F). La manta sin curar salió de la cámara de formación de blanco a blanquecino de color aparente, mientras que la manta curada salió del horno marrón oscuro de color aparente y bien adherida. Después de recoger algunos rollos de la manta curada, el mate se rompió antes del horno y también se recogió manta sin curar para experimentación.

EJEMPLO 9

20 Preparación de composición de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de vidrio: Tablero del conducto de aire

25 Se combinó monohidrato de dextrosa en polvo (816,5 kg (1800 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (136,1 kg (300 lb)) en un tanque de mezcla de 7570,8 l (2000 galones) que contenía 2812,6 l (743,2 galones) de agua blanda. A esta mezcla se agregaron 196,8 l (52,9 galones) de amoníaco acuoso al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 4,1 kg (9 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~ 8 (usando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 25 % de monohidrato de dextrosa disuelta y sólidos de citrato de amonio disueltos (como porcentaje del peso total de solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 15 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). La solución se agitó durante varios minutos antes de transferirla a un tanque de retención de aglutinante desde la que se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "tablero de conducto de aire".

35 El tablero de conducto de aire se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto de tablero de conducto de aire fueron aproximadamente 1,95 kg/m² (0,4 libras por pie cuadrado de peso), aproximadamente 72,1 kg/m³ (4,5 libras por pie cúbico de densidad), a 2,5 cm (1 pulgada) de espesor, con un diámetro de fibra de aproximadamente 32 cienmilésimas de pulgada (8,1 micrómetros) y un contenido de aglutinante de aproximadamente 14,3 %, con 0,7 % de aceite mineral para desempolvar (aceite para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 287,8 °C (550 °F). El producto salió del horno marrón oscuro de color aparente y bien adherido.

EJEMPLO 10

45 Preparación de composición de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de vidrio: Manta Residencial R30

50 Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (544,3 kg (1200 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (90,7 kg (200 lb)) en un tanque de mezcla de 7570,8 l (2000 galones) que contenía 4179,1 l (1104 galones) de agua blanda. A esta mezcla se agregaron 159,0 l (42,3 galones) de amoníaco acuoso al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 2,7 kg (6 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~ 8 (usando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 13,4 % de monohidrato de dextrosa disuelta y sólidos de citrato de amonio disueltos (como porcentaje del peso total de solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 8 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). La solución se agitó durante varios minutos antes de transferirla a un tanque de retención de aglutinante desde la que se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "manta residencial R30".

60 La manta residencial R30 se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto de manta residencial R30 fueron aproximadamente 1,95 kg/m² (0,4 libras por pie cuadrado de peso), una recuperación objetivo de 25,4 cm (10 pulgadas) de espesor al final de la línea, con un diámetro de fibra de 18 cienmilésimas de pulgada (4,6 micrómetros), 3,8 % de contenido de aglutinante, y 0,7 % de contenido de aceite mineral para desempolvar (aceite para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 298,9 °C (570 °F). El producto salió del horno marrón de color aparente y bien adherido.

EJEMPLO 11

Preparación de composición de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de vidrio: Manta Residencial R19

Lote A-1:

Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (544,3 kg (1200 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (90,7 kg (200 lb)) en un tanque de mezcla de 7570,8 l (2000 galones) que contenía 4179,1 l (1104 galones) de agua blanda. A esta mezcla se agregaron 132,5 l (35,3 galones) de amoníaco al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 2,7 kg (6 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~ 8 (usando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 13,3 % de sólidos disueltos de monohidrato de dextrosa y citrato de amonio (como porcentaje del peso total de la solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 8 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). La solución se agitó durante varios minutos antes de transferirla a un tanque de retención de aglutinante desde la que se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "Manta Residencial R19".

La Manta Residencial R19, Lote A-1, se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto Manta Residencial R19 fueron aproximadamente 0,98 kg/m² (0,2 libras por pie cuadrado de peso), 3,2 kg/m³ (0,2 libras por pie cúbico de densidad), una recuperación objetivo de 16,5 cm (6,5 pulgadas) de espesor al final de la línea, con un diámetro de fibra de 18 cienmilésimas de pulgada (4,6 micrómetros), 3,8 % de contenido de aglutinante, y 0,7 % de contenido de aceite mineral (para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 298,9 °C (570 °F). El producto salió del horno marrón de color aparente y bien adherido. Lote A-2:

Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (544,3 kg (1200 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (90,7 kg (200 lb)) en un tanque de mezcla de 7570,8 l (2000 galones) que contenía 2112,2 l (558 galones) de agua blanda. A esta mezcla se agregaron 132,5 l (35,3 galones) de amoníaco al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 2,3 kg (5 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~ 8 (utilizando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 20,5 % de sólidos disueltos de monohidrato de dextrosa y citrato de amonio (como porcentaje del peso total de la solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 12 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). La solución se agitó durante varios minutos antes de transferirla a un tanque de retención de aglutinante desde la que se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "Manta Residencial R19".

La Manta Residencial R19, Lote A-2, se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto Manta Residencial R19 fueron aproximadamente 0,98 kg/m² (0,2 libras por pie cuadrado de peso), aproximadamente 6,4 kg/m³ (0,4 libras por pie cúbico de densidad), una recuperación objetivo de 16,5 cm (6,5 pulgadas) de espesor al final de la línea, con un diámetro de fibra de 18 cienmilésimas de pulgada (4,6 micrómetros), 3,8 % de contenido de aglutinante, y 0,7 % de contenido de aceite mineral (para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 298,9 °C (570 °F). El producto salió del horno marrón de color aparente y bien adherido.

Lote B:

Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (136,1 kg (300 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (22,7 kg (50 lb)) en un contenedor internacional a granel (IBC) de 984,7 l (260 galones) que ya contenía 632,2 l (167 galones) de agua destilada. A esta mezcla se agregaron 37,9 l (10,6 galones) de amoníaco al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 0,7 kg (1,5 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~ 8 (usando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 20,1 % de sólidos disueltos de monohidrato de dextrosa y citrato de amonio (como porcentaje del peso total de la solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 12 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). El IBC que contenía el aglutinante acuoso se transfirió a un área en la que el aglutinante se bombeó a los anillos de pulverización de aglutinante en la campana de formación, se diluyó en la misma con agua destilada y luego se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "Manta Residencial R19".

La Manta Residencial R19, Lote B, se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto de Manta Residencial R19 fabricadas fueron aproximadamente 0,98 kg/m² (0,2 libras por pie cuadrado de peso), y

aproximadamente 6,4 kg/m³ (0,4 libras por pie cúbico de densidad), una recuperación objetivo de 6,5 pulgadas de espesor al final de la línea, con un diámetro de fibra de 18 cienmilésimas de pulgada (4,6 micrómetros), 3,8 % de contenido de aglutinante, y 0,7 % de contenido de aceite mineral (para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 298,9 °C (570 °F). El producto salió del horno marrón de color aparente y bien adherido.

Lote C:

Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (136,1 kg (300 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (22,7 kg (50 lb)) en un contenedor internacional a granel (IBC) de 984,7 l (260 galones) que ya contenía 632,2 l (167 galones) de agua destilada. A esta mezcla se agregaron 40,1 l (10,6 galones) de amoníaco al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 0,7 kg (1,5 lb) de silano SILQUEST A-1101 seguido de 3,8 l (1,80 galones) de la emulsión de metilhidrógeno BS 1040 (fabricada por Wacker Chemical Corporation) para producir una solución de pH ~8 (usando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 20,2 % de sólidos disueltos de monohidrato de dextrosa y citrato de amonio (como porcentaje del peso total de la solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 12 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). El IBC que contenía el aglutinante acuoso se transfirió a un área en la que el aglutinante se bombeó a los anillos de pulverización de aglutinante en la campana de formación, se diluyó en la misma con agua destilada y luego se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "Manta Residencial R19".

La Manta Residencial R19, Lote C, se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto de Manta Residencial R19 fabricado fueron aproximadamente 0,98 kg/m² (0,2 libras por pie cuadrado de densidad), aproximadamente 6,4 kg/m³ (0,4 libras por pie cúbico de peso), una recuperación objetivo de 16,5 cm (6,5 pulgadas) de espesor al final de la línea, con un diámetro de fibra de 18 cienmilésimas de pulgada (4,6 micrómetros), 3,8 % de contenido de aglutinante, y 0,7 % de contenido de aceite mineral (para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 298,9 °C (570 °F). El producto salió del horno marrón de color aparente y bien adherido.

Lote D:

Se combinaron monohidrato de dextrosa en polvo (136,1 kg (300 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (22,7 kg (50 lb)) en un contenedor internacional a granel (IBC) de 984,7 l (260 galones) que ya contenía 632,2 l (167 galones) de agua destilada. A esta mezcla se agregaron 37,9 l (10,6 galones) de amoníaco al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 0,7 kg (1,5 lb) de silano SILQUEST A-1101 seguido de 10,0 kg (22 lb) del producto arcilloso Bentalite L10 (fabricado por Southern Clay Products) para producir una solución de pH ~8 (utilizando papel de pH), solución que contenía aproximadamente 21,0 % de sólidos disueltos de monohidrato de dextrosa y citrato de amonio (como porcentaje del peso total de la solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 12,6 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). El IBC que contenía el aglutinante acuoso de Maillard se transfirió a un área en la que el aglutinante se bombeó a los anillos de pulverización de aglutinante en la campana de formación, se diluyó en la misma con agua destilada y luego se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "Manta Residencial R19".

La Manta Residencial R19, Lote D, se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto de Manta Residencial R19 producido ese día fueron aproximadamente 0,95 kg/m² (0,2 libras por pie cuadrado de peso), aproximadamente 6,4 kg/m³ (0,4 libras por pie cúbico de densidad), una recuperación objetivo de 16,5 cm (6,5 pulgadas) de espesor al final de la línea, con un diámetro de fibra de 18 cienmilésimas de pulgada (4,6 micrómetros), 3,8 % de contenido de aglutinante, y 0,7 % de contenido de aceite mineral (para desempolvar). La temperatura del horno de curado se ajustó a aproximadamente 298,9 °C (570 °F). El producto salió del horno marrón de color aparente y bien adherido.

EJEMPLO 12

Preparación de composición de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de vidrio: Aislamiento de tuberías sin curar

Se combinó monohidrato de dextrosa en polvo (544,3 kg (1200 lb)) y ácido cítrico anhidro en polvo (90,7 kg (200 lb)) en un tanque de mezcla de 7570,8 l (2000 galones) que contenía 813,9 l (215 galones) de agua blanda. A esta mezcla se agregaron 159,0 l (42,3 galones) de amoníaco acuoso al 19 % bajo agitación, y la agitación continuó durante aproximadamente 30 minutos para lograr la disolución completa de los sólidos. A la solución resultante se agregaron 2,7 kg (6 lb) de silano SILQUEST A-1101 para producir una solución de pH ~8 (utilizando papel de pH), solución que

5 contenía aproximadamente 41,7 % de monohidrato de dextrosa disuelta y sólidos de citrato de amonio disueltos (como porcentaje del peso total de solución); una muestra de 2 g de esta solución, después del curado térmico a 204,4 °C (400 °F) durante 30 minutos, produciría un 25 % de sólidos (atribuyéndose la pérdida de peso a la deshidratación durante la formación del aglutinante termoestable). La solución se agitó durante varios minutos antes de transferirla a un tanque de retención de aglutinante desde la que se usó en la fabricación de aislamiento de fibra de vidrio, específicamente, en la formación de un producto llamado "aislamiento de tuberías sin curar".

10 El aislamiento de tuberías sin curar se preparó utilizando procedimientos convencionales de fabricación de fibra de vidrio; tales procedimientos se describen generalmente en el Ejemplo 8. Las especificaciones nominales del producto aislamiento de tuberías sin curar fueron aproximadamente 0,34 kg/m² (0,07 libras por pie cuadrado de peso), aproximadamente 13,6 kg/m³ (0,85 libras por pie cúbico de densidad), un espesor estimado de 2,5 cm (1 pulgada), un diámetro de fibra de 30 cienmilésimas de pulgada (7,6 micrómetros) y un contenido de aglutinante de 7 % cuando se cura. El aislamiento de tuberías sin curar se transportó a un área de formación de aislamiento de tuberías, donde se coló en conchas cilíndricas, con paredes de 15,2 cm (6 pulgadas) y un orificio de 7,6 cm (3 pulgadas) de diámetro y 15 64,1 kg/m³ (4 libras por pie cúbico de densidad), para usarse como aislamiento de tuberías. Estas conchas se curaron con el horno de curado ajustado a aproximadamente 232,2 °C (450 °F) para producir producto de aislamiento de tuberías marrón oscuro bien adherido. Las conchas curadas a temperaturas más altas mostraron punzado y no se pudieron utilizar más para las pruebas.

20 EJEMPLO 13

Preparación de composición de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de celulosa: Tablero de fibra de madera

25 Se utilizaron varios métodos para producir tableros/láminas de fibra de madera unidos con aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6). Un método representativo, método que produjo muestras fuertes uniformes, es el siguiente: Se compró madera en forma de varias virutas de madera de pino y serrín en una tienda local de suministros agrícolas. Se prepararon muestras de tableros de fibra de madera con la madera "como se recibió" y también con el material segregado en las virutas y los componentes de serrín. La madera se secó por primera vez en un horno a 30 aproximadamente 93,3 °C (200 °F) durante la noche, secado que produjo una retirada de humedad del 14-15 % para las virutas de madera y aproximadamente 11 % para el serrín. Posteriormente, la madera seca se colocó en un recipiente de plástico de 20,3 cm (8 pulgadas) de alto x 30,5 cm (12 pulgadas) de ancho x 26,7 cm (10,5 pulgadas) de profundidad (dimensiones aproximadas). Se preparó aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) (36 % en sólidos de aglutinante) como se describe en el Ejemplo 5, y luego se pulverizaron 160 g de aglutinante a través de una boquilla 35 hidráulica sobre una muestra de madera de 400 g en el recipiente de plástico mientras el recipiente estaba inclinado 30-40 grados respecto a la vertical y giraba lentamente (aproximadamente 5-15 rpm). Durante este tratamiento, la madera se volteó suavemente mientras se revestía uniformemente.

40 Las muestras de madera resinada se colocaron en un marco plegable y se comprimieron entre platinas calientes en las siguientes condiciones: virutas de madera resinada, 2068,4 kPa (300 psi); serrín resinado, 4136,9 kPa (600 psi). Para cada muestra resinada, las condiciones de curado fueron 176,7 °C (350 °F) durante 25 a 30 minutos. Los tableros de muestra resultantes tenían aproximadamente 25,4 cm (10 pulgadas) de largo x 25,4 cm (10 pulgadas) de ancho, y aproximadamente 1,0 cm (0,4 pulgadas) de espesor antes del recorte, bien unido internamente, de superficie lisa y corte limpio cuando se recorta en la sierra de cinta. La densidad de la muestra recortada y el tamaño de cada tablero 45 de muestra recortado producido fueron los siguientes: tablero de muestra de virutas de madera, densidad ~865 kg/m³ (54 pcf), tamaño ~21,1 cm (8,3 pulgadas) de largo x 22,9 cm (9 pulgadas) de ancho x 0,9 cm (0,36 pulgadas) de espesor; tablero de muestra de serrín, densidad ~704,8 kg/m³ (44 pcf), tamaño ~22,1 cm (8,7 pulgadas) de largo x 22,4 cm (8,8 pulgadas) de ancho x 1,0 cm (0,41 pulgadas) de espesor. El contenido de aglutinante estimado de cada tablero de muestra fue -12,6 %.

50 EJEMPLO 14

Ensayo/evaluación de composiciones de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1: 6)/fibra de vidrio

55 Las composiciones de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6)/fibra de vidrio de los Ejemplos 8-12, es decir, manta curada, tablero de conducto de aire, manta residencial R30, manta residencial R19, y aislamiento de tuberías sin curar, se probaron frente a una correspondiente composición de aglutinante de fenol-formaldehído (PF)/fibra de vidrio para uno o más de los siguientes: emisiones de productos, densidad, pérdida por ignición, recuperación del espesor, polvo fino, resistencia a la tracción, resistencia de separación, durabilidad de resistencia de separación, 60 resistencia de unión, absorción de agua, rendimiento de superficie caliente, corrosividad en acero, inflexibilidad flexural, rigidez-inflexibilidad, resistencia a la compresión, resistencia a la compresión acondicionada, módulo de compresión, módulo de compresión acondicionado, y desarrollo de humo en ignición. Los resultados de estos ensayos se muestran en las Tablas 8-13. También se determinaron los compuestos gaseosos producidos durante la pirólisis de la manta curada del Ejemplo 8, y los compuestos gaseosos producidos durante el curado térmico del aislamiento de tuberías sin curar del Ejemplo 12; estos resultados de ensayo se muestran en las Tablas 14-15. El rendimiento 65 superficial caliente para aislamiento de tubería curada se muestra en la Fig. 5 y la Fig. 6. Los ensayos específicos

realizados y las condiciones para realizar estos ensayos son las siguientes:

Ensayos de emisiones de producto

Las emisiones de producto para la manta curada del Ejemplo 8 y el tablero de conducto de aire del Ejemplo 9 se determinaron según los procedimientos de ensayo de AQS Greenguard. Los productos de aislamiento se monitorizaron para detectar emisiones de compuestos orgánicos volátiles totales (TVOC), formaldehído, aldehídos totales seleccionados según ASTM D5116 ("Standard Guide for Small-Scale Environmental Chamber Determinations of Organic Emissions from Indoor Materials/Products"), Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (USEPA) y Especificación de Washington IAQ de enero de 1994. Los datos de emisión se recogieron durante un período de exposición de una semana y las concentraciones de aire resultantes se determinaron para cada una de las sustancias mencionadas anteriormente. Las predicciones de concentración de aire se monitorizaron por computadora según los requisitos del Estado de Washington, que incluyen una carga estándar en la habitación y condiciones de ventilación estándar ASHRAE 62-1999. La carga del producto se basa en el uso de pared estándar de 28,1 m² en una capacidad de 32 m³.

Ensayo de emisiones - Aldehídos seleccionados

Los productos de aislamiento se probaron en una cámara ambiental de pequeño tamaño de 0,0855 m³ de volumen con emisiones químicas medidas analíticamente. La emisión de aldehídos seleccionados, incluyendo formaldehído, se midieron siguiendo la norma ASTM D5197 ("Standard Test Method for Determination of Formaldehyde and Other Carbonyl Compounds in Air (Active Sampler Methodology))" utilizando cromatografía líquida de alta resolución (HPLC). Se usaron cartuchos de sorbente sólido con 2,4-dinitrofenilhidracina (DNPH) para recoger formaldehído y otros compuestos carbonílicos de bajo peso molecular en el aire de la cámara. El reactivo DNPH en el cartucho reaccionó con los compuestos carbonílicos recogidos para formar derivados de hidrazona estables retenidos por el cartucho. Los derivados de hidrazona se eluyeron de un cartucho con acetonitrilo de calidad HPLC. Se analizó una alícuota de la muestra para determinar los derivados de hidrazona de aldehído de bajo peso molecular mediante cromatografía líquida de alta resolución en fase inversa (HPLC) con detección UV. Las absorbancias de los derivados se midieron a 360 nm. Las respuestas en masa de los picos resultantes se determinaron utilizando curvas de calibración de puntos múltiples preparadas a partir de soluciones estándar de los derivados de hidrazona. Las mediciones se informan a un nivel cuantificable de 0,2 µg basado en una recogida de volumen de aire estándar de 45 l.

Ensayo de emisiones - Compuestos orgánicos volátiles (COV)

Las mediciones de COV se realizaron utilizando cromatografía de gases con detección espectrométrica de masas (GC/MS). El aire de la cámara se recogió en un sorbente sólido que luego se desorbió térmicamente en el GC/MS. La técnica de recogida de sorbentes, separación y metodología de análisis de detección se han adaptado de técnicas presentadas por la USEPA y otros investigadores. La técnica sigue el método USEPA 1P-1B y es generalmente aplicable a productos químicos orgánicos C₅-C₁₆ con un punto de ebullición de 35 °C a 250 °C. Las mediciones se informaron a un nivel cuantificable de 0,4 µg basado en una recogida de volumen de aire estándar de 18 l. Los COV individuales se separaron y se detectaron por GC/MS. Las mediciones de COV totales se realizaron agregando todas las respuestas de COV individuales obtenidas por el espectrómetro de masas y calibrando la masa total en relación con el tolueno.

Ensayo de emisiones - Determinaciones de concentración de aire

Se utilizaron tasas de emisión de formaldehído, aldehídos totales y TVOC en un modelo de exposición por computadora para determinar las concentraciones potenciales de las sustancias en el aire. El modelo de computadora usó los cambios medidos en la tasa de emisión durante el período de una semana para determinar el cambio en las concentraciones en el aire que se produciría en consecuencia. Las mediciones del modelo se realizaron con los siguientes supuestos: el aire con áreas de oficina abiertas en el edificio está bien mezclado en la zona de nivel de respiración del espacio ocupado; las condiciones ambientales se mantienen al 50 % de humedad relativa y a 73 °F (23 °C); no hay fuentes adicionales de estas sustancias; y no hay sumideros ni fuentes potenciales de reemisión en el espacio para estas sustancias. El modelo de exposición al aire interior de la USEPA, Versión 2,0, se modificó específicamente para acomodar este producto y productos químicos de interés. Los parámetros de ventilación y ocupación se proporcionaron en la norma ASHRAE 62-1999.

Densidad

La densidad de la manta curada del Ejemplo 8 se determinó según el método de ensayo interno PTL-1, "Test Method for Density and Thickness of Blanket or Batt Thermal Insulation", método de ensayo que es casi idéntico a ASTM C 167. La densidad del tablero de conducto de aire del Ejemplo 9 se determinó de acuerdo con el método del ensayo interno PTL-3, "Test Procedure for Density Preformed Block-Type Thermal Insulation", método de ensayo que es casi idéntico a ASTM C 303.

Pérdida por ignición (LOI)

La pérdida por ignición para la manta curada del Ejemplo 8 y el tablero de conducto de aire del Ejemplo 9 se determinó de acuerdo con el método de ensayo interno K-157, "Ignition Loss of Cured Blanket (LOI)". El ensayo se realizó en una muestra en una bandeja de alambre colocada en un horno a 537,8 °C (1000 °F), +/- 27,8 °C, 50 °F, durante 15 a 20 minutos para asegurar oxidación completa, después de cuyo tratamiento se pesó la muestra resultante.

Resistencia de separación

La resistencia de separación de manta curada del Ejemplo 8, manta residencial R30 del Ejemplo 10 y manta residencial R19 del Ejemplo 11 se determinaron según el método de ensayo interno KRD-161, método de ensayo que es casi idéntico a ASTM C 686, "Parting Strength of Mineral Fiber Batt and Blanket-Type Insulation".

Durabilidad de resistencia de separación

La durabilidad de resistencia de separación para la manta residencial R30 del Ejemplo 10 y la manta residencial R19 del Ejemplo 11 se determinó de acuerdo con la norma ASTM C 686, "Parting Strength of Mineral Fiber Batt and Blanket-Type Insulation", después de acondicionamiento de una semana a 32,2 °C (90 °F) y 95 % de humedad relativa.

Resistencia a la tracción

La resistencia a la tracción de la manta curada del Ejemplo 8 y la manta residencial R19 del Ejemplo 11 se determinó de acuerdo con un método de ensayo interno KRD-161, "Tensile Strength Test Procedure". El ensayo se realizó en muestras troqueladas tanto en dirección de máquina como en dirección de corte transversal de máquina. Las muestras se acondicionaron durante 24 horas a 23,9 °C (75 °F) y 50 % de humedad relativa. Se probaron diez muestras en cada dirección de máquina en un entorno de prueba de 23,9 °C (75 °F), 50 % de humedad relativa. La muestra de hueso de perro fue como se especifica en ASTM D638, "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics". Se utilizó una velocidad de cruceta de 5,1 cm (2 pulgadas)/minuto para todas las pruebas.

Resistencia de unión

La resistencia de unión interlaminar de la manta curada del Ejemplo 8, la manta residencial R30 del Ejemplo 10 y la manta residencial R19 del Ejemplo 11 se determinaron utilizando un método de ensayo interno KRD-159, "Bond Strength of Fiberglass Board and Blanket Products". Se pegaron muestras moldeadas con un área de sección transversal de 15,2 cm (6 pulgadas) por 15,2 cm (6 pulgadas) a placas de montaje de muestra de 15,2 cm (6 pulgadas) por 17,8 cm (7 pulgadas) y se colocaron en un accesorio que aplicó la fuerza perpendicular a la superficie de la muestra. Se usó una velocidad de cruceta de 30,5 cm (12 pulgadas) por minuto para todas las pruebas.

Recuperación de espesor

Se realizaron ensayos de espesor fuera de envase en una manta curada del Ejemplo 8 utilizando los métodos de ensayo internos K-123, "Recovered Thickness - End of Line Dead Pin Method - Roll Products", y K-109, "Test Procedure for Recovered Thickness of Roll Products - Rollover Method". El espesor recuperado se midió forzando un calibre de pasador a través de una muestra de manta curada de un producto de rollo, 15 minutos después del envasado o en un momento posterior, hasta que el pasador contacta con una superficie dura plana que subyace a la muestra y luego mide el espesor recuperado con una regla de acero. Las pruebas de espesor se realizaron en la manta residencial R30 del Ejemplo 10 y la manta residencial R19 del Ejemplo 11 utilizando métodos de ensayo internos K-120, "Test Procedure for Determining End-of-Line Dead-Pin Thickness - Batts", y K-128, "Test Procedure for Recovered Thickness of Batt Products - Drop Method", ambos métodos de ensayo son similares a ASTM C 167, "Standard Test Methods for Thickness and Density of Blanket or Batt Thermal Insulations". Ensayo de polvo

El ensayo de polvo se realizó en la manta curada del Ejemplo 8, la manta residencial R30 del Ejemplo 10, y la manta residencial R19 del Ejemplo 11 utilizando el procedimiento de ensayo interno K-102, "Packaged Fiber Glass Dust Test, Batt Method." El polvo liberado de muestras seleccionadas aleatoriamente (bloques) de manta curada, manta residencial R30 y manta residencial R19 que cae en una caja de recolección de polvo se recogió en un filtro y la cantidad de polvo se determinó por la diferencia de peso.

Absorción de agua

Los ensayos de absorción de agua (% en peso) se realizaron en la manta curada del Ejemplo 8 y la manta residencial R19 del Ejemplo 11 utilizando ASTM C 1104, "Test Method for Determining the Water Vapor Absorption of Unfaced Mineral Fiber Insulation".

Inflexibilidad flexural (EI)

La inflexibilidad flexural del tablero de conducto de aire del Ejemplo 9, que es la fuerza requerida para doblar el tablero de conducto de aire rígido, es decir, el producto de E, el módulo de elasticidad, e I, el momento de inercia de flexión,

se determinó de acuerdo con NAIMA AHS 100-74, "Test Method for Flexural Rigidity of Rectangular Rigid Duct Materials".

Rigidez-inflexibilidad

La prueba de rigidez-inflexibilidad se realizó en una manta residencial R19 del Ejemplo 11 utilizando el procedimiento de ensayo interno K-117, "Test Procedure for Rigidity of Building Insulation". Una muestra de la manta residencial R19, de aproximadamente 120,7 cm (47,5 pulgadas) de largo ($\pm 1,3$ cm (0,5 pulgadas)), se colocó en la barra de soporte central de un aparato de prueba de rigidez, aparato que incluía una escala de transportador directamente detrás de la barra de soporte central. Con los extremos de la muestra colgando libremente, se registró el ángulo (en grados) en cada extremo de la muestra al observar el borde inferior de la muestra mientras se leía la escala del transportador.

Resistencia a la compresión

La resistencia compresiva del tablero de conducto de aire del Ejemplo 9 se determinó de acuerdo con ASTM C 165, "Standard Test Method for Measuring Compressive Properties of Thermal Insulations".

Resistencia a la compresión acondicionada

La resistencia a la compresión acondicionada del tablero de conducto de aire del Ejemplo 9, después de una semana a 32,2 °C (90 °F) y 95 % de humedad relativa, se determinó de acuerdo con ASTM C 165, "Standard Test Method for Measuring Compressive Properties of Thermal Insulations". Módulo de compresión

El módulo de compresión del tablero de conducto de aire del Ejemplo 9 se determinó de acuerdo con ASTM C 165, "Standard Test Method for Measuring Compressive Properties of Thermal Insulations".

Módulo de compresión acondicionado

El módulo de compresión acondicionado del tablero de conducto de aire del Ejemplo 9, después de una semana a 32,2 °C (90 °F) y 95 % de humedad relativa, se determinó de acuerdo con ASTM C 165, "Standard Test Method for Measuring Compressive Properties of Thermal Insulations".

Rendimiento de superficie caliente

Los ensayos de rendimiento de superficie caliente se realizaron en una manta curada del Ejemplo 8, manta residencial R30 del Ejemplo 10, y manta residencial R19 del Ejemplo 11 usando ASTM C 411, "Test Method for Hot Surface Performance of High Temperature Thermal Insulation". Las pruebas de rendimiento en superficie caliente se realizaron en secciones de 7,6-15,2 cm (3 x 6 pulgadas) de producto de aislamiento de tubería curado del Ejemplo 12 a 343,3 °C (650 °F) y 537,8 °C (1000 °F) usando ASTM C 411, "Test Method for Hot Surface Performance of High Temperature Thermal Insulation". No hubo ningún aumento de temperatura interna medible en el aislamiento por encima de la temperatura de la superficie caliente de la tubería.

Corrosividad en acero

El ensayo de corrosión se realizó en una manta residencial R30 del Ejemplo 10 y una manta residencial R19 del Ejemplo 11 en comparación con cupones de acero utilizando el procedimiento de ensayo interno Knauf PTL-14, que es casi idéntico a ASTM C 665.

Desarrollo de humo en ignición

El desarrollo de humo en ignición para la manta curada del Ejemplo 8, con cálculo del área de extinción específica (SEA), se determinó por calorimetría de cono utilizando ASTM E 1354, "Test Method for Heat and Visible Smoke Release Rates for Materials and Products Using an Oxygen Consumption Calorimeter".

Compuestos gaseosos producidos durante pirólisis

Los compuestos gaseosos que se producen durante la pirólisis de la manta curada del Ejemplo 8 se determinaron de la siguiente manera: Se colocaron aproximadamente 10 g de manta curada en un tubo de ensayo, el tubo que se calentó luego a 537,8 °C (1000 °F) durante 2,5 minutos, momento en el que se tomaron muestras del espacio superior y se analizaron mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS) en las siguientes condiciones: Horno, 50 °C durante un minuto - 10 °C/minuto a 300 °C durante 10 minutos; Entrada, 280 °C sin división; Columna, HP-5 30 mm x 0,32 mm x 0,25 µm; Flujo de columna, 1,11 ml/minuto de helio; Detector, MSD 280 °C; Volumen de inyección, 1 ml; Modo detector, barrido 34-700 amu; Umbral, 50; y tasa de muestreo, 22 barridos/segundo. Se realizó una búsqueda por computadora del espectro de masas de un pico cromatográfico en la muestra frente a la biblioteca de Wiley de espectros de masas. Se informó la mejor coincidencia. Se generó un índice de calidad (proximidad de coincidencia con los espectros de la biblioteca) que oscila entre 0 y 99. Solo se informó la identidad de los picos con

un índice de calidad mayor o igual a 90.

Compuestos gaseosos producidos durante el curado térmico

- 5 Los compuestos gaseosos que se producen durante curado térmico del aislamiento de tuberías sin curar del Ejemplo 12 se determinaron de la siguiente manera: Se colocaron aproximadamente 0,6 g de aislamiento de tuberías sin curar en un tubo de ensayo, tubo que luego se calentó a 282,2 °C (540 °F) durante 2,5 minutos, momento en el que se tomaron muestras del espacio superior y se analizaron mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas en las siguientes condiciones: Horno, 50 °C durante un minuto - 10 °C/minuto a 300 °C durante 10 minutos; Entrada, 280 °C sin división; Columna, HP-5 30 mm x 0,32 mm x 0,25 µm; Flujo de columna, 1,11 ml/minuto de helio; Detector, MSD 280 °C; Volumen de inyección, 1 µl; Modo detector, barrido 34-700 amu; Umbral, 50; y tasa de muestreo, 22 barridos/segundo. Se realizó una búsqueda por computadora del espectro de masas de un pico cromatográfico en la muestra frente a la biblioteca de Wiley de espectros de masas. Se informó la mejor coincidencia. Se generó un índice de calidad (proximidad de coincidencia con los espectros de la biblioteca) que oscila entre 0 y 99. Solo se informó la
- 10
- 15

Tabla 1: Resultados del ensayo/evaluación para muestras de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa curado^a

COMPOSICIÓN DEL AGLUTINANTE			Resistencia húmeda (204,4 °C (400 °F))	Color del agua (204,4 °C (400 °F))	Resistencia húmeda (176,7 °C (350 °F))	Color del agua (176,7 °C (350 °F))	Resistencia húmeda (148,9 °C (300 °F))	Color del agua (148,9 °C (300 °F))
Citrato de triamonio ^b : Dextrosa.H ₂ O ^c	Relación de masa	Relación molar ^d	Relación COOH:OH ^d					
1 : 24	(1:30)	0,02:1	Disuelto	Color caramelo claro	Disuelto	Color caramelo claro	Disuelto	Color caramelo claro
1 : 12	(1:15)	0,04:1	Impermeable	Claro e incoloro	Disuelto	Color caramelo	Disuelto	Color caramelo
1 : 8	(1:10)	0,06:1	Impermeable	Claro e incoloro	Parcialmente disuelto	Color caramelo	Disuelto	Color caramelo
1 : 6	(1:7)	0,08:1	Impermeable	Claro e incoloro	Suavizado	Amarillo claro	Disuelto	Color caramelo
1 : 5	(1:6)	0,10:1	Impermeable	Claro e incoloro	Suavizado	Amarillo claro	Disuelto	Color caramelo
1 : 4e	(1:5)e	0,12:1e	Impermeable	Claro e incoloro	Suavizado	Amarillo claro	Disuelto	Color caramelo
1:3e	(1:4)e	0,15:1e	Impermeable	Claro e incoloro	Suavizado	Naranja claro	Disuelto	Color caramelo

^a Del ejemplo 1 ^bMW = 243 g/mol; Solución al 25 % (porcentaje en peso) ^cMW = 198 g/mol; Solución al 25 % (porcentaje en peso) ^dAproximado ^eAsociado a distinto olor a amoníaco

20

Tabla 2 Resultados del análisis elemental para muestras^a de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) curado en función de temperatura y tiempo

Temperatura de curado	Tiempo de curado	Análisis elemental	Análisis elemental	
			C:H	C:N
148,9 °C (300 °F)	1 hora	Carbono	48,75 %	
		Hidrógeno	5,60 %	8,70
		Nitrógeno	4,10 %	11,89
148,9 °C (300 °F)	1 hora	Carbono	49,47 %	

Temperatura de curado	Tiempo de curado	(continuación)		Análisis elemental		
		Análisis elemental				
148,9 °C (300 °F)	1 hora	Hidrógeno	5,55 %		8,91	12,00
		Nitrógeno	4,12 %			
		Carbono	50,35 %			
		Hidrógeno	5,41 %		9,31	12,04
		Nitrógeno	4,18 %	Media: --	8,97	11,98
176,7 °C (350 °F)	0,5 hora	Carbono	52,55 %			
		Hidrógeno	5,20 %		10,10	12,36
		Nitrógeno	4,25 %			
176,7 °C (350 °F)	0,5 hora	Carbono	54,19 %			
		Hidrógeno	5,08 %		10,67	12,31
		Nitrógeno	4,40 %			
176,7 °C (350 °F)	0,5 hora	Carbono	52,86 %			
		Hidrógeno	5,17 %		10,22	12,47
		Nitrógeno	4,24 %	Media. --	10,33	12,38
204,4 °C (400 °F)	0,33 hora	Carbono	54,35 %			
		Hidrógeno	5,09 %		10,68	12,21
		Nitrógeno	4,45 %			
204,4 °C (400 °F)	0,33 hora	Carbono	55,63 %			
		Hidrógeno	5,06 %		10,99	12,15
		Nitrógeno	4,58 %			
204,4 °C (400 °F)	0,33 hora	Carbono	56,10 %			
		Hidrógeno	4,89 %		11,47	12,06
		Nitrógeno	4,65 %	Media.--	11,05	12,14

^aDel ejemplo 4

Tabla 3 Resistencia a la tracción medida para composiciones^a de hueso de concha de perlas de vidrio preparadas con aglutinante^b de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

Descripción del aglutinante	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (psi)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (psi)
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,71	286	202
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,76	368	281
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,79	345	271
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,77	333	256
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,82	345	284
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,75	379	286
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	0,74	447	330
Citrato de triamonio-dextrosa ^e	0,76 ^e	358 ^e	273 ^e
Citrato de triamonio-dextrosa:			
—Día de aglutinante preparado	0,79	345	271
—Día 1 después de preparar aglutinante	0,76	352	266

Descripción del aglutinante	(continuación)		
	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco mediac (psi)	Resistencia a la tracción erosionada mediac (psi)
—Día 2 después de preparar aglutinante	0,72	379	272
—Semana 1 después de preparar aglutinante	0,88	361	316
---Semana 2 después de preparar aglutinante	0,82	342	280
Citrato de triamonio-dextrosa con sustitución de silano:			
--- silano SILQUEST A-187 sustituido 1:1 en peso por SILQUEST A-1101			
--- silano SILQUEST A-187 sustituido 2:1 en peso por SILQUEST A-1101	0,69	324	222
--- silano HYDROSIL 2627 sustituido 1:1 en peso por SILQUEST A-1101	0,71	351	250
--- silano HYDROSIL 2627 sustituido 2:1 en peso por SILQUEST A-1101	0,87	337	293
--- silano Z-6020 sustituido 1:1 en peso por SILQUEST A-1101	0,99	316	312
--- silano Z-6020 sustituido 2:1 en peso por SILQUEST A-1101	0,78	357	279
--- silano Z-6020 sustituido 2:1 en peso por SILQUEST A-1101	0,78	373	291
Aglutinante estándar PF (Ductliner)	0,79	637	505

^aDel ejemplo 6 ^bDel ejemplo 5 ^cMedia de nueve muestras de hueso de concha
^dUno de los siete lotes diferentes de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) preparados durante un período de cinco meses
^ePromedio de siete lotes diferentes de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) preparados durante un período de cinco meses

Tabla 4 Resistencia a la tracción medida para composiciones^a de hueso de concha de perla de vidrio preparadas con variantes^b de aglutinante citrato de triamonio-dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

Descripción del aglutinante	Cantidad de aditivo en 300 g de aglutinante (gramos)	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (psi)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (psi)
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	--	0,76 ^d	358 ^d	273 ^d
<u>Citrato de triamonio-dextrosa con aditivo:</u>				
-Silres BS 1042 ^e	1,6	0,84	381	325
-Silres BS 1042	3,2	0,94	388	363
-Silres BS 1042	4,8	1,01	358	362
-Carbonato sódico	0,45	0,88	281	248
-Carbonato sódico	0,9	0,71	339	242
-Carbonato sódico	1,35	0,89	282	251
-Silres BS 1042 + Carbonato sódico	1,6 + 1,35	0,84	335	280
-Silres BS 1042 + Carbonato sódico	3,2 + 0,9	0,93	299	277
-Silres BS 1042 + Carbonato sódico	4,8 + 0,48	0,73	368	270
-Carbonato sódico ^f	0,9	0,83	211	175
-Carbonato sódico ^f	0,9	0,69	387	266
-Carbonato sódico	1,8	0,81	222	180

ES 2 942 678 T3

Descripción del aglutinante	del	Cantidad de aditivo en 300 g de aglutinante (gramos)	(continuación)	Resistencia a la tracción en seco mediac (psi)	Resistencia a la tracción erosionada mediac (psi)
			Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada		
-Carbonato sódico ^a		1,8	0,66	394	259
-LE 46 ^h		6,4	0,80	309	248
-LE 46		12,9	0,98	261	256
-TPX5688/AQUA-TRETE BSM40 ⁱ		5,6	0,78	320	250
-Silres BS 1042		6,4	0,91	308	280
- Trimetilmtoxosilano		0,9	0,78	262	205
- Permanganato potásico		0,2	0,69	302	207
- PGN ^j		9	0,82	246	201
- Cloisita NA ^{ak}		9	0,71	280	199
- Emulsión de soja soplada (25 %) ^l		18	1,04	239	248
- Emulsión de aceite de linaza (25 %)		18	0,90	362	326
- Bentolita L-10 ^m		9	1,00	288	288
- Michem 45745 Emulsión PE (50 %) ⁿ		9	0,81	335	270
- Solución de cola ósea ^o		15	0,82	435	358
- Ácido tánico		4,5	0,79	474	375
- Glicina		4,5	0,80	346	277
- Glicerol		5,28	0,69	361	249
- Tetraborato sódico decahidratado + glicerol		0,9 + 4,5	0,74	378	280
- Tetraborato sódico decahidratado 1 %		0,9	0,86	387	331
- Tetraborato sódico decahidratado 2 %		1,8	0,80	335	267
- Tetraborato sódico decahidratado 3 %		2,5	0,84	334	282
- Axel INT-26-LF95P		0,9	0,70	374	263
- ISO Chill Whey ^a 1 %		0,9	0,74	444	328
- ISO Chill Whey 2 %		1,8	1,01	407	412
- ISO Chill Whey 5 %		4,5	NCr	473	NMS
- Resorcinol 5 %		4,5	0,76	331	251
- Maltitol		3,23	0,82	311	256
Aglutinante estándar PF (Ductliner)		--	0,79	637	505

^aDel ejemplo 6

^bDel ejemplo 5

^cMedia de nueve muestras de hueso de concha

^dPromedio de siete lotes diferentes de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) hechos durante un período de cinco meses

^eSilres BS 1042 es una emulsión al 50 % de sólidos de metilhidrógeno polisiloxano

^fMuestras duplicadas ^gMuestra duplicada

Descripción del aglutinante	del	Cantidad de aditivo en 300 g de aglutinante (gramos)	(continuación)	Resistencia a la tracción en seco mediac (psi)	Resistencia a la tracción erosionada mediac (psi)
			Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada		

^hLE 46 es una emulsión al 35 % de sólidos de polidimetilsiloxano

ⁱTPX5688/AQUA-TRETE BSM40 es emulsión al 40 % de alquilsilano

^jPGN, una calidad de arcilla, montmorillonita, de Nanocor

^kCloisita NA+, sal sódica de una arcilla de Southern Clay Products

^lEmulsión de soja soplada (25 %), emulsión al 25 % de sólidos de aceite de soja con dioleato de PEG 400 (4 % en sólidos) y goma guar (1 % en sólidos)

^mBentolita L-10, una arcilla de Southern Clay Products

ⁿMichem 45745 Emulsión PE (50 %), una emulsión al 25 % de sólidos de polietileno de bajo peso molecular

^oSolución de cola de hueso, una solución al 30 % de sólidos

^pAxel INT-26-LF95, un agente desmoldante/emulsión basado en grasa

^qISO Chill Whey 9010

^rNo calculado

^sNo medido

Tabla 5 Resistencia a la tracción medida para composiciones^a de hueso de concha de perla de vidrio preparadas con variantes^b de aglutinante de policarboxilato de amonio-dextrosa vs. aglutinantes basados en ácido policarboxílico vs. aglutinante estándar PF

Descripción del aglutinante	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (psi)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (psi)
Citrato de triamonio-dextrosa (1:6) ^d	0,76 ^d	358 ^d	273 ^d
Citrato de triamonio-dextrosa (1:5)	0,68	377	257
+ Carbonato sódico (0,9 g)	0,71	341	243
+ Carbonato sódico (1,8 g)	0,78	313	243
AQUASET-529 + Dex + Amoniaco ^e	0,41	499	205
AQUASET-529 + Dex + Silano ^f	0,57	541	306
AQUASET-529 + Amoniaco + Silano ^g	0,11	314	33
AQUASET-529 + Silano ^h	0,48	605	293
PETol + Ácido maleico + Silano ⁱ	0,73	654	477
PETol + Ácido maleico + TSA + Silano ^j	0,64	614	390
[Agutlinante ^j + Amoniaco + Dex + Silano] ^k	0,58	420	245
PETOL + Ácido cítrico + Silano ^l	0,56	539	303
CRITERION 2000 + Glicerol ^m	0,26	532	136
CRITERION 2000 + Glicerol ⁿ	0,20	472	95
SOKALAN + Dex + Amoniaco ^o	0,66	664	437
NF1 + Dex + Amoniaco ^p	0,50	877	443
Agutlinante estándar PF (Ductliner)	0,79	637	505

Descripción del aglutinante	(continuación)		
	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (psi)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (psi)
^a Del ejemplo 6			
^b Del ejemplo 5			
^c Media de nueve muestras de hueso de concha			
^d Promedio de siete lotes diferentes de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) hechos durante un período de cinco meses			
^e 200 g de AQUASET-529 + 87 g de amoníaco al 19 % + 301 g de dextrosa + 301 g de agua para dar una solución al 30 %			
^f 300 ml de solución de aglutinante ^e + 0,32 g de SILQUEST A-1101			
^g 200 g de AQUASET-529 + 87 g de amoníaco al 19 % + 101 g de agua + 0,6 g de SILQUEST A-1101 ^h AQUASET-529 + SILQUEST A-1101 (a 0,5 % de sólidos aglutinantes), diluido a 30 % de sólidos			
ⁱ 136 g de pentaeritritol + 98 g de anhídrido maleico + 130 g de agua, a reflujo durante 30 minutos; 232 g de la solución resultante mezclada con 170 g de agua y 0,6 g de SILQUEST A-1101			
^j 136 g de pentaeritritol + 98 g de anhídrido maleico + 130 g de agua + 1,5 ml de 66 % de ácido p-toluenosulfónico, a reflujo durante 30 minutos; 232 g de la solución resultante mezclada con 170 g de agua y 0,6 g de SILQUEST A-1101			
^k 220 g de aglutinante ⁱ + 39 g de 19 % de amoníaco +135 g de dextrosa + 97 g de agua + 0,65 g de SILQUEST A-1101			
^l 128 g de ácido cítrico + 45 g de pentaeritritol + 125 g de agua, a reflujo durante 20 minutos; la mezcla resultante diluida a 30 % de sólidos y SILQUEST A-1101 añadido al 0,5 % en sólidos			
^m 200 g de Kemira CRITERION 2000 + 23 g de glicerol + 123 g de agua +0,5 g de SILQUEST A-1101			
ⁿ 200 g de Kemira CRITERION 2000 + 30 g de glicerol + 164 g de agua +0,6 g SILQUEST A-1101			
^o 100 g de BASF SOKALAN CP 10 S + 57 g 19 % de amoniaco + 198 g de Dextrosa +180 g de agua + 0,8 g de SILQUEST A-1101			
^p 211 g de H.B. Fuller NF1 + 93 g 19 % amoniaco + 321 g Dextrosa +222 g agua + 1,33 g SILQUEST A-1101			

Tabla 6 Resistencia a la tracción medida para composiciones^a de hueso de concha de perla de vidrio preparadas con variantes^b de aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar vs. aglutinante estándar PF

Descripción del aglutinante	Proporción molar	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (psi)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (psi)
Citrato de triamonio-dextrosa ^d	Dextrosa = 2xCOOH	0,76 ^d	358 ^d	273 ^d
Citrato de triamonio - DHA ^e	DHA = 2xCOOH	1,02	130	132
Citrato de triamonio-xilosa	Xilosa = 2xCOOH	0,75	322	241
Citrato de triamonio-fructosa	Fructosa = 2xCOOH	0,79	363	286
Tartarato de diamonio-dextrosa	Dextrosa = 2xCOOH	0,76	314	239
Maleato de diamonio-dextrosa	Dextrosa = 2xCOOH	0,78	393	308
Maliato de diamonio-dextrosa	Dextrosa = 2xCOOH	0,67	49	280
Succinato de diamonio-dextrosa	Dextrosa = 2xCOOH	0,70	400	281
Lactato de amonio ^f -dextrosa	Dextrosa = 2xCOOH	0,68	257	175
Amoniaco + ácido tánico ^g -dextrosa	Dextrosa = 2 x NH ₄ ^{+h}	0,50	395	199
Agulutante estándar PF (Ductliner)	---	0,79	637	505

Descripción del aglutinante	Proporción molar	(continuación)	Resistencia a la tracción en seco media ^c (psi)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (psi)
		Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada		
^a Del ejemplo 6				
^b Del ejemplo 5				
^c Media de nueve muestras de hueso de concha				
^d Promedio de siete lotes				
^e DHA = dihidroxiacetona				
^f Monocarboxilato				
^g Ácido no carboxílico				
^h pH ≥ 7				

Tabla 7 Resistencia a la tracción medida y pérdida por ignición para esteras^a de fibra de vidrio preparadas con variantes^b de aglutinante de policarboxilato de amonio-azúcar (1:6) vs. aglutinante estándar PF

Composición del aglutinante	% LOI media	Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (fuerza de la libra)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (fuerza de la libra)
Citrato de triamonio-Dex ^d	5,90	0,63	11,4	7,2
Citrato de triamonio-Dex	6,69	0,72	14,6	10,5
Maliato de diamonio-Dex	5,02	0,86	10,2	8,8
Maliato de diamonio-Dex	6,36	0,78	10,6	8,3
Succinato de diamonio-Dex	5,12	0,61	8,0	4,9
Succinato de diamonio-Dex	4,97	0,76	7,5	5,7
Citrato de triamonio-Fruc ^e	5,80	0,57	11,9	6,8
Citrato de triamonio-Fruc	5,96	0,60	11,4	6,8
Maliato de diamonio-Fruc	6,01	0,60	9,0	5,4
Maliato de diamonio-Fruc	5,74	0,71	7,9	5,6
Succinato de diamonio-Fruc	4,60	1,05	3,7	3,9
Succinato de diamonio-Fruc	4,13	0,79	4,4	3,5
Citrato de triamonio-DHA ^f	4,45	0,96	4,7	4,5
Citrato de triamonio-DHA	4,28	0,74	5,4	4,0

Composición del aglutinante	% LOI media	(continuación)		
		Relación de resistencia a la tracción en seco:erosionada	Resistencia a la tracción en seco media ^c (fuerza de la libra)	Resistencia a la tracción erosionada media ^c (fuerza de la libra)
Citrato de triamonio-DHA-glicerol ^g	3,75	0,52	8,5	4,4
Citrato de triamonio-DHA-glicerol ^g	3,38	0,59	8,0	4,7
Citrato de triamonio-DHA-PETol ^h	4,96	0,61	10,7	6,5
Citrato de triamonio-DHA-PETol ^h	5,23	0,65	9,4	6,1
Citrato de triamonio-DHA-PVOH ⁱ	5,11	0,74	15,7	11,6
Citrato de triamonio-DHA-PVOH ⁱ	5,23	0,85	14,9	12,6
Aglutinante estándar PF ^j	7,22	0,75	15,9	12,0
Aglutinante estándar PF	8,05	0,75	18,8	14,2

^aDel ejemplo 7
^bDel ejemplo 5
^cMedia de tres esteras de fibra de vidrio
^dDex = Dextrosa
^eFruc = fructosa
^fDHA = dihidroxiacetona
^gGlicerol sustituido por 25 % de DHA en peso
^hPETol = pentaeritritol sustituido por 25 % de DHA en peso
ⁱPVOH = alcohol polivinílico (acetato de polivinilo hidrolizado al 86-89 %, MW ~22K-26K), sustituido por 20 % de DHA en peso
^jAglutinante Ductliner

Tabla 8. Resultados de ensayo para la manta curada del ejemplo 8: Aglutinante de citrato de triamonio-Dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

ENSAYO	Melanoidina-Manta curada de fibra de vidrio "AGLUTINANTE"	Aglutinante PF-Manta curada de fibra de vidrio "ESTÁNDAR"	% AGLUTINANTE de ESTÁNDAR
Densidad	0,65	0,67	97 %
Pérdida por ignición (%)	13,24 %	10,32 %	128 %
Recuperación del espesor (muerto, in.)	1,46	1,59	92 %
Recuperación del espesor (caída, in.)	1,55	1,64	94 %
Polvo (mg)	8,93	8,80	102 %

(continuación)

ENSAYO	Melanoidina-Manta curada de fibra de vidrio "AGLUTINANTE"	Aglutinante PF-Manta curada de fibra de vidrio "ESTÁNDAR"	% AGLUTINANTE de ESTÁNDAR
Resistencia a la tracción (lb/in. Ancho)			
Dirección de máquina	2,77	3,81	73 %
Dir. de máquina transversal	1,93	2,33	83 %
Media.	2,35	3,07	76 %
Resistencia de separación (g/g)			
Dirección de máquina	439,22	511,92	86 %
Dirección de máquina transversal	315,95	468,99	67 %
Media.	377,59	490,46	77 %
Resistencia de unión (lb/ft ²)	11,58	14,23	81 %
Absorción de agua (% en peso)	1,24 %	1,06 %	116 %
Rendimiento de superficie caliente	Aprobado	Aprobado	--
Emisiones de producto (a 96 horas)			
VOC totales (µg/m ³)	0	6	0 %
HCHO total (ppm)	0	56	0 %
Aldehídos totales (ppm)	6	56	11 %

Tabla 9 Desarrollo de humo en ignición de la manta curada del ejemplo 8: Aglutinante de citrato de triamonio-Dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

SEA^a promedio

Flujo de calor externo	Melanoidina-Fibra de vidrio <u>Blar Curado</u>	ket Aglutinante PF-Fibra de vidrio <u>Manta Curada</u>
35 kW/m ²	2.396 m ² /kg	4.923 m ² /kg
35 kW/m ²	1.496 m ² /kg	11.488 m ² /kg
35 kW/m ²	3.738 m ² /kg	6.848 m ² /kg
	Prom. global = 2.543 m ² /kg	Prom. global = 7.756 m ² /kg
50 kW/m ²	2.079 m ² /kg	7.305 m ² /kg
50 kW/m ²	3.336 m ² /kg	6.476 m ² /kg
50 kW/m ²	1.467 m ² /kg	1.156 m ² /kg
	Prom. global = 2.294 m ² /kg	Prom. global = 4.979 m ² /kg

^aSEA = área de extinción específica

Tabla 10. Resultados de ensayo para tablero de conducto de aire del Ejemplo 9: Aglutinante de citrato de triamonio-Dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

ENSAYO	Melanoidina-Tablero de conducto de aire de fibra de vidrio "AGLUTINANTE"	Aglutinante PF-Tablero de conducto de aire de fibra de vidrio "ESTÁNDAR"	% AGLUTINANTE de ESTÁNDAR
Densidad	4,72	4,66	101 %
Pérdida por ignición (%)	18,5 %	16,8 %	110 %
Inflexibilidad Flexural (lb in ² /en ancho)			
Dirección de máquina	724	837	86 %
Dir. de máquina transversal	550	544	101 %
Media.	637	691	92 %
Resistencia a la compresión (psi) al 10 %	0,67	0,73	92 %
Resistencia a la compresión (psi) al 20 %	1,34	1,34	100 %
Resistencia a la compresión acondicionada (psi) al 10 %	0,719	0,661	109 %
Resistencia a la compresión acondicionada (psi) al 20 %	1,31	1,24	106 %
Módulo de compresión (psi)	6,85	7,02	97 %
Módulo de compresión acondicionado (psi)	6,57	6,44	102 %
Emisiones de producto (a 96 horas)			
VOC totales (µg/m ³)	40	39	102 %
HCHO total (ppm)	0,007	0,043	16 %
Aldehídos totales (ppm)	0,007	0,043	16 %

Tabla 11. Resultados de ensayo para manta residencial R30 del ejemplo 10: Aglutinante de citrato de triamonio-Dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

Ensayo	Aglutinante ^a (% de Est.)		Aglutinante ^b (% de Est.)		Aglutinante ^c (% de Est.)	Aglutinante Est. PF
Recuperación de espesor (muerto, in.): 1 semana	10,05	(97 %)	10,36	(99 %)	9,75 (94 %)	10,38
6 semana	7,17	(91 %)	7,45	(94 %)	7,28 (92 %)	7,90

ES 2 942 678 T3

Ensayo		(continuación)					
		Aglutinante ^a (% de Est.)		Aglutinante ^b (% de Est.)		Aglutinante ^c (%) de Est.)	Aglutinante Est. PF
Recuperación de espesor (caída, in.):	1 semana	11,06	(101 %)	4,23	(102 %)	(100 %)	11,00
	6 semana	9,07	(101 %)	9,06	(101 %)	9,31 (103 %)	8,99
Resistencia de separación (g/g)						228,22	
Dirección de máquina		214,62	(78 %)	186,80	(68 %)	(83 %) 210,62	275,65
Dirección de máquina transversal		219,23	(75 %)	202,80	(70 %)	(72 %) 219,42	290,12
Promedio		216,93	(77 %)	194,80	(69 %)	(77 %)	282,89
Durabilidad de la resistencia de separación (g/g)						259,58	
Dirección de máquina		214,62	(84 %)	209,54	(82 %)	(102 %) 221,44	254,11
Dirección de máquina transversal		219,23	(87 %)	204,12	(81 %)	(88 %)	252,14
Promedio		216,93	(86 %)	206,83	(82 %)	240,51 95 %)	253,13
Resistencia de unión (lb/ft2)		1,86	(84 %)	NM ^d		NMd 0,0101	2,20
Polvo (mg)		0,0113	(79 %)	0,0137	(96 %)	(71 %)	0,0142
Rendimiento de superficie caliente (aprobado/fallo)		Aprobado		Aprobado		Aprobado	Aprobado
Corrosividad (acero) (aprobado/fallo)		Aprobado		Aprobado		Aprobado	NMd

^aAglutinante de melanoidina; condición nominal de máquina para producir pérdida por ignición de 5 %

^bAglutinante de melanoidina; ajuste de máquina para aumentar la pérdida por ignición a 6,3 %

^cAglutinante de melanoidina; ajuste de máquina para aumentar la pérdida por ignición a 6,6 %

^dNo medido

Tabla 12. Resultados de ensayo para Manta Residencial R19 del Ejemplo 11 (Lote A-1): Aglutinante de citrato de triamonio-Dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

ENSAYO	Melanoidina- Residencial R19 de fibra de vidrio "AGLUTINANTE"	Aglutinante PF-Residencial R19 de fibra de vidrio "ESTÁNDAR"	% AGLUTINANTE de ESTÁNDAR
Recuperación de espesor (muerto, in.): 1 semana	6,02	6,05	99 %
5 semana	6,15	6,67	92 %
6 semana	4,97	5,14	97 %
3 meses	6,63	6,20	107 %
Recuperación de espesor (caída, in.): 1 semana	6,79	6,69	101 %
4 semana	6,92	7,11	97 %
6 semana	5,83	6,07	96 %
3 meses	7,27	6,79	107 %
Polvo (mg)	2,88	8,03	36 %

ES 2 942 678 T3

(continuación)

ENSAYO	Melanoidina-Residencial R19 de fibra de vidrio "AGLUTINANTE"	Aglutinante PF-Residencial R19 de fibra de vidrio "ESTÁNDAR"	% AGLUTINANTE de ESTÁNDAR
Resistencia a la tracción (lb/in. ancho)			
Dirección de máquina	2,42	3,47	70 %
Dir. de máquina transversal	2,00	3,03	66 %
Promedio	2,21	3,25	68 %
Resistencia de separación (g/g)			
Dirección de máquina	128,18	173,98	74 %
Dirección de máquina transversal	118,75	159,42	74 %
Promedio	123,47	166,70	74 %
Durabilidad de la resistencia de separación (g/g)			
Dirección de máquina	143,69	161,73	89 %
Dirección de máquina transversal	127,30	149,20	85 %
Promedio	135,50	155,47	87 %
Resistencia de unión (lb/ft ²)	1,97	2,37	83 %
Absorción de agua (%)	7,1	7,21	98 %
Rendimiento de superficie caliente	Aprobado	Aprobado	-
Corrosión	Aprobado	Aprobado	-
Rigidez-inflexibilidad	49,31	44,94	110 %

Tabla 13. Resultados de ensayo para manta residencial R19 del ejemplo 11: Variantes de aglutinante de citrato de triamonio-dextrosa (1:6) vs. aglutinante estándar PF

Ensayo	Aglutinante Lote A-2ª (% de Est.)	Aglutinante Lote Bª (% de Est.)	Aglutinante Lote Cª (% de Est.)	Aglutinante Lote Dª (% de Est.)	Aglutinante Est. PF
Recuperación de espesor (muerto, in.): 1 semana 6 semana	5,94 (99 %)	5,86 (98 %)	6,09 (101 %)	6,25 (104 %)	6,01
	4,86 (91 %)	5,29 (99 %)	5,0 (93 %)	5,10 (95 %)	
Recuperación de espesor (calda, in.): 1 semana 6 semana	6,83 (105 %)	6,7025 (103 %)	6,81 (104 %)	6,88 (105 %)	6,00
	5,76 (96 %)	6,02 (100 %)	5,89 (98 %)	6,00 (100 %)	
Resistencia a la tracción (lb/in)					
Dirección de máquina	1,28 (36 %)	1,40 (39 %)	1,71 (48 %)	1,55 (43 %)	3,58
Dirección de máquina transversal	1,65 (71 %)	1,21 (52 %)	1,12 (48 %)	1,12 (48 %)	2,31
Resistencia de separación media (g/g)	1,47 (50 %)	1,31 (44 %)	1,42 (48 %)	1,34 (45 %)	2,95
Dirección de máquina	111,82 (42 %)	164,73 (62 %)	136,00 (51 %)	164,56 (62 %)	264,81
Dirección de máquina transversal	140,11 (85 %)	127,93 (78 %)	126,46 (77 %)	108,44 (66 %)	164,60
Promedio	125,97 (59 %)	146,33 (68 %)	131,23 (61 %)	136,50 (64 %)	214,71
Durabilidad de resistencia de separación dirección de máquina	138,55 (72 %)	745,62 (76 %)	113,37 (59 %)	176,63 (92 %)	191,20
Dirección de máquina transversal	158,17 (104 %)	116,44 (77 %)	97,10 (64 %)	162,81 (107 %)	151,49
Promedio	148,36 (86 %)	131,03 (76 %)	105,24 (61 %)	169,72 (99 %)	171,35
Resistencia de unión (lb/ft2)	1,30 (52 %)	1,50 (60 %)	1,60 (64 %)	1,60 (64 %)	2,50
Polvero (mg)	0,0038 (86 %)	0,0079 (179 %)	0,0053 (120 %)	0,0056 (126 %)	0,0044
Rigidez-inflexibilidad (grados) un aglutinante de melanoidina	57,50 (N/A)	55,50 (N/A)	61,44 (N/A)	59,06 (N/A)	39,38

Tabla 14 Análisis de GC/MS de compuestos gaseosos producidos durante pirólisis de manta curada (del ejemplo 8) preparada con aglutinante de citrato de amonio-dextrosa (1:6)

Tiempo de retención (min)	Identificación provisional	% Área pico
1,15	2-ciclopenten-1-ona	10,67
1,34	2,5-dimetil-furano	5,84
3,54	furano	2,15
3,60	3-metil-2,5-furanodiona	3,93
4,07	fenol	0,38
4,89	2,3-dimetil-2-ciclopenten-1-ona	1,24
5,11	2-metilfenol	1,19
5,42	4-metilfenol	2,17
6,46	2,4-dimetil-fenol	1,13
10,57	dimetilftalato	0,97
17,89	ácido octadecanoico	1,00
22,75	erucilamida	9,72

Tabla 15 Análisis de GC/MS de compuestos gaseosos producidos durante curado térmico de aislamiento de tubería sin curar (del Ejemplo 12) preparado con aglutinante de citrato de amonio-dextrosa (1:6)

Tiempo de retención (min)	Identificación	% Área pico
1,33	2,5-dimetilfurano	1,02
2,25	furfural O 3-furaldehído	2,61
2,48	2-furanmetanol O 3-furanmetanol	1,08
3,13	1-(2-furanil)-etanona	0,52
3,55	furano	4,92
3,62	2-piridinacarboxialdehído	0,47
3,81	5-metilfurfural	3,01
3,99	ácido furanocarboxílico, éster de metilo	0,34
4,88	3,4-dimetil-2,5-furanodiona	0,53
5,41	ácido 2-furanocarboxílico	1,01
6,37	2-amino-6-hidroximetilpiridina	1,08
6,67	6-metil-3-piridinol	0,49
7,59	2-furanocarboxaldehído	0,47
7,98	picolinamida	0,24
10,34	2H-1-benzopiran-2-ona	0,23
16,03	ácido hexadecanoico	0,21
17,90	ácido octadecanoico	2,97
22,74	erucilamida	10,02

REIVINDICACIONES

1. Un material que comprende: un conjunto de materia y un aglutinante dispuesto sobre la materia, en donde:

- 5
- el material está exento de formaldehído
 - el aglutinante consiste en (i) al menos dos reactivos de Maillard y (ii) un compuesto que contiene silicio; y
 - el conjunto de materia incluye fibras de vidrio.

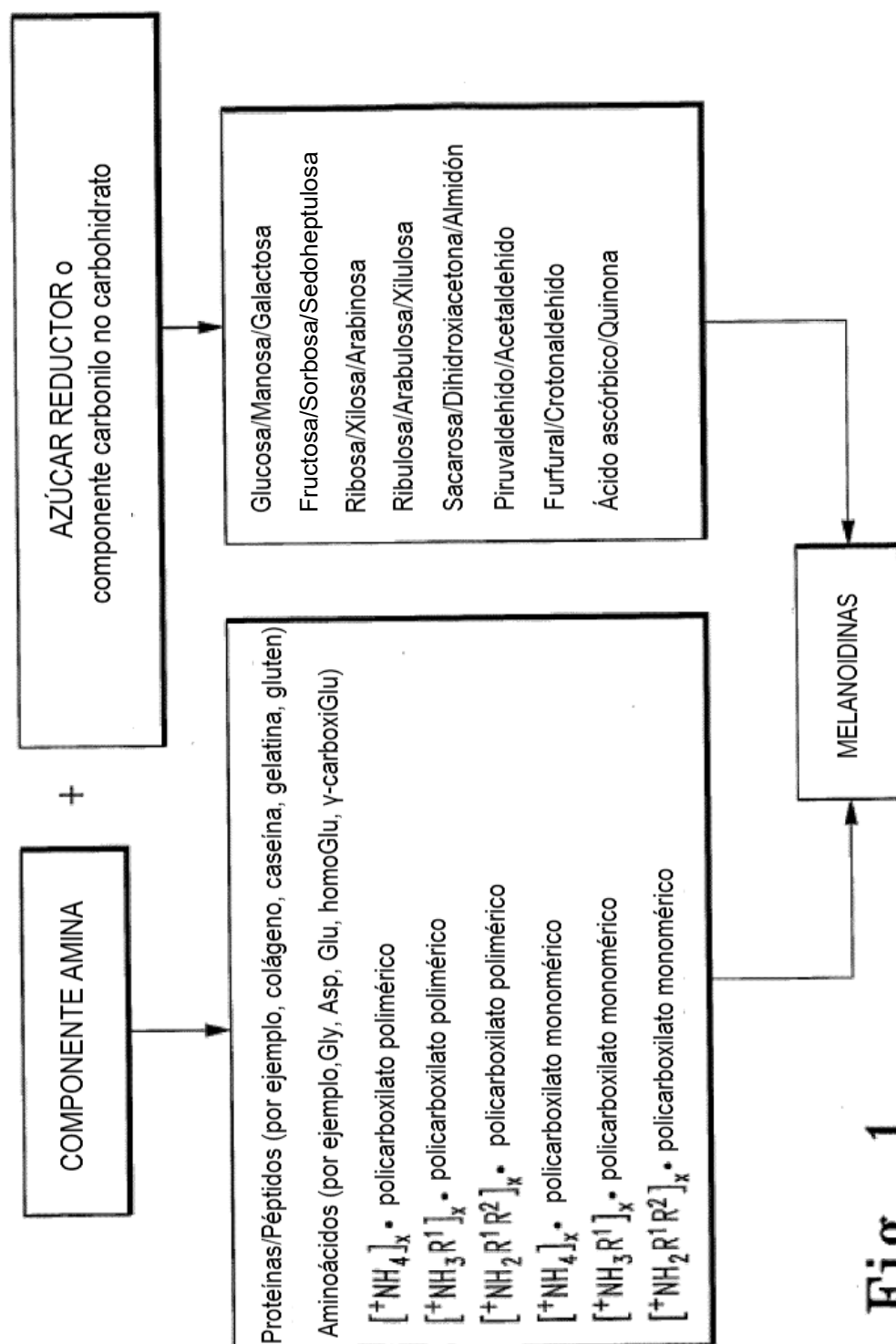


Fig. 1

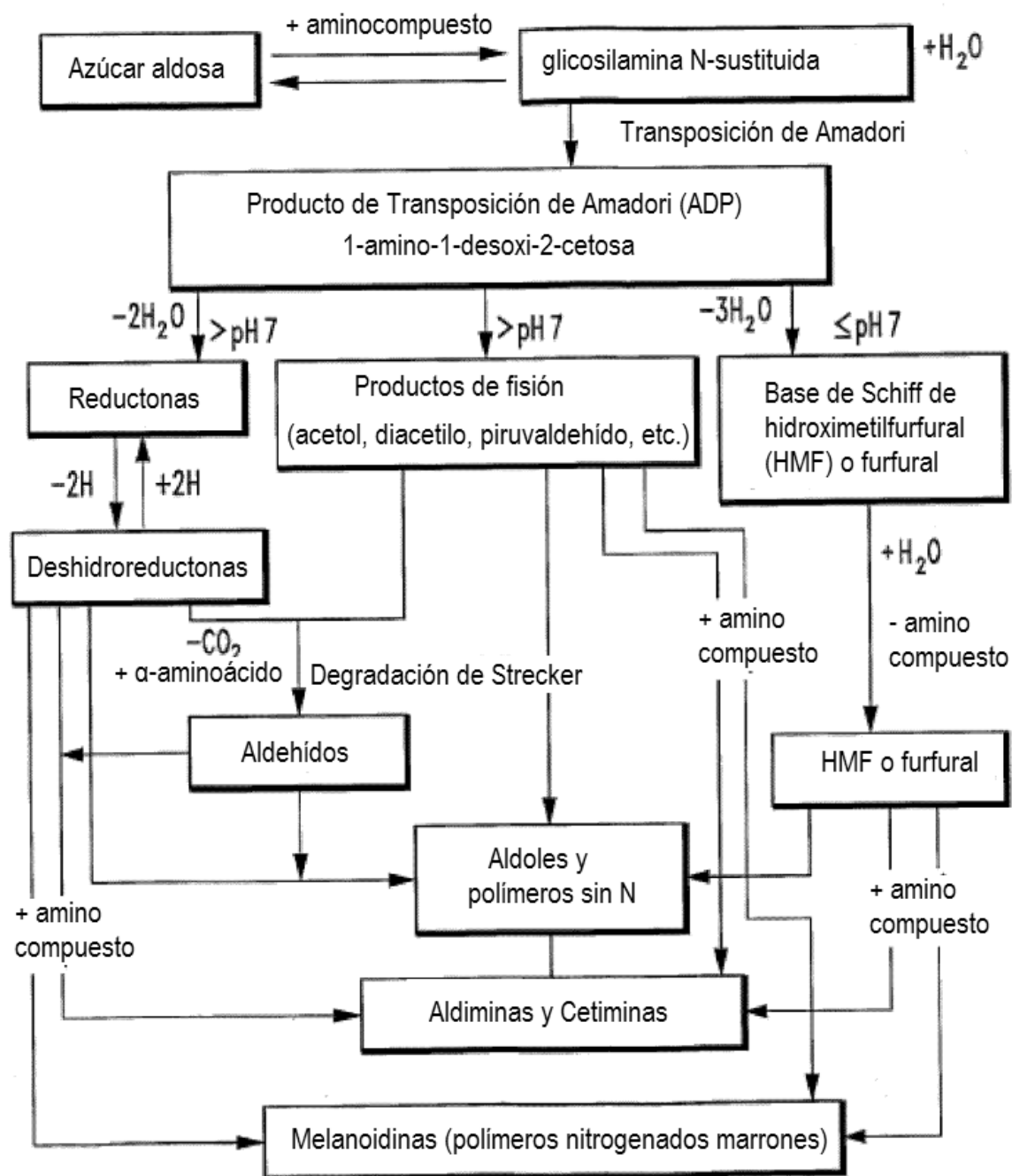


Fig. 2

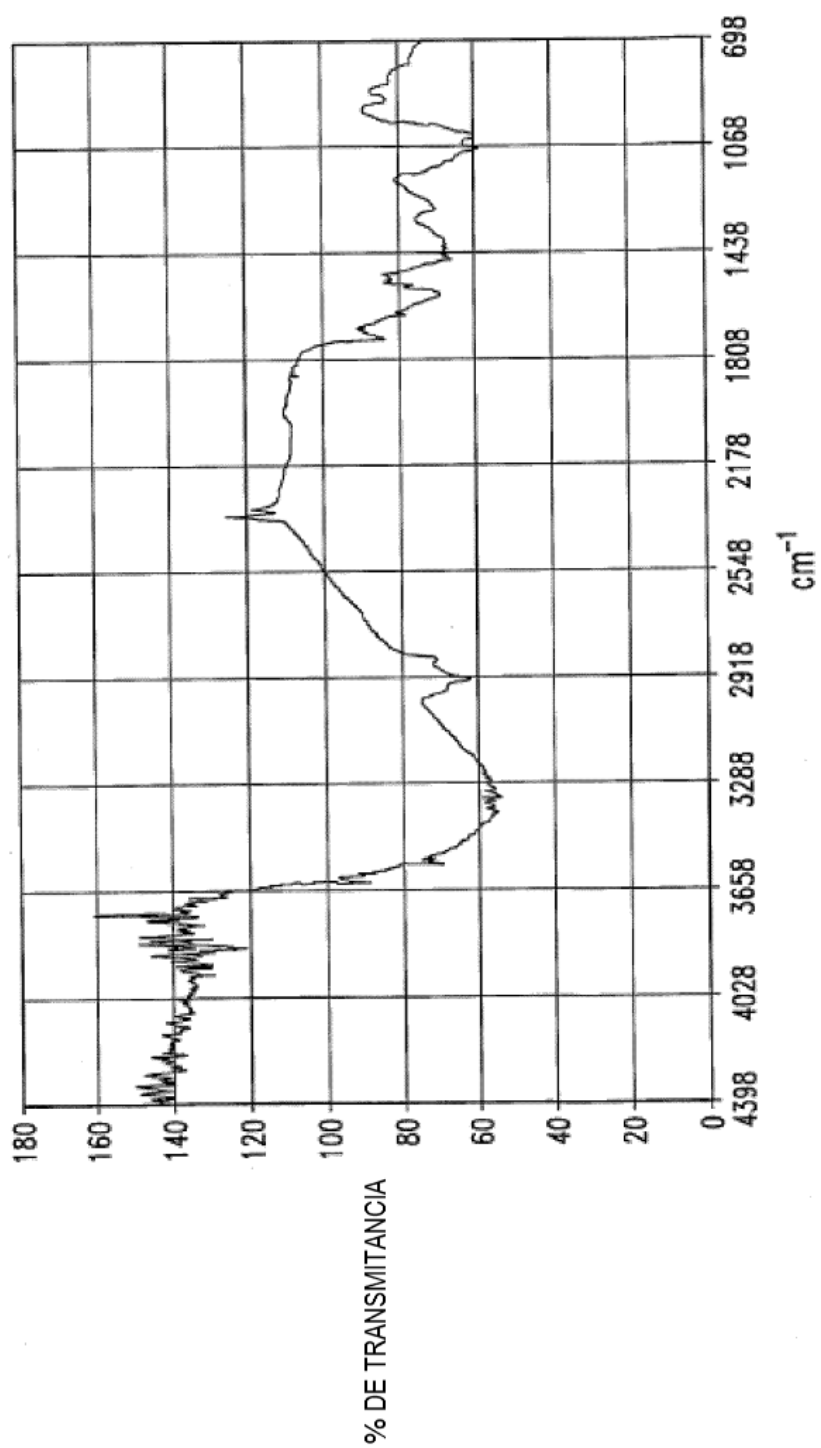


Fig. 3

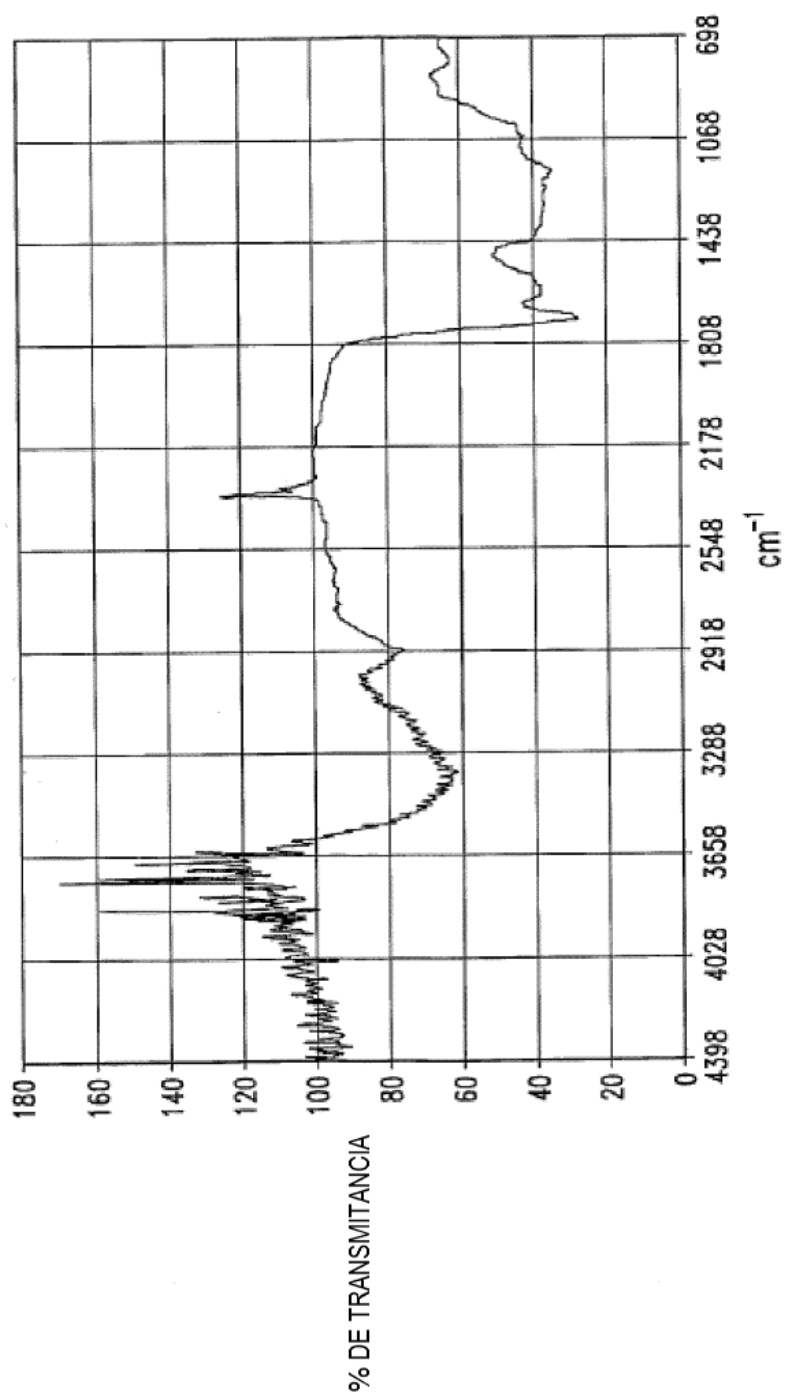


Fig. 4

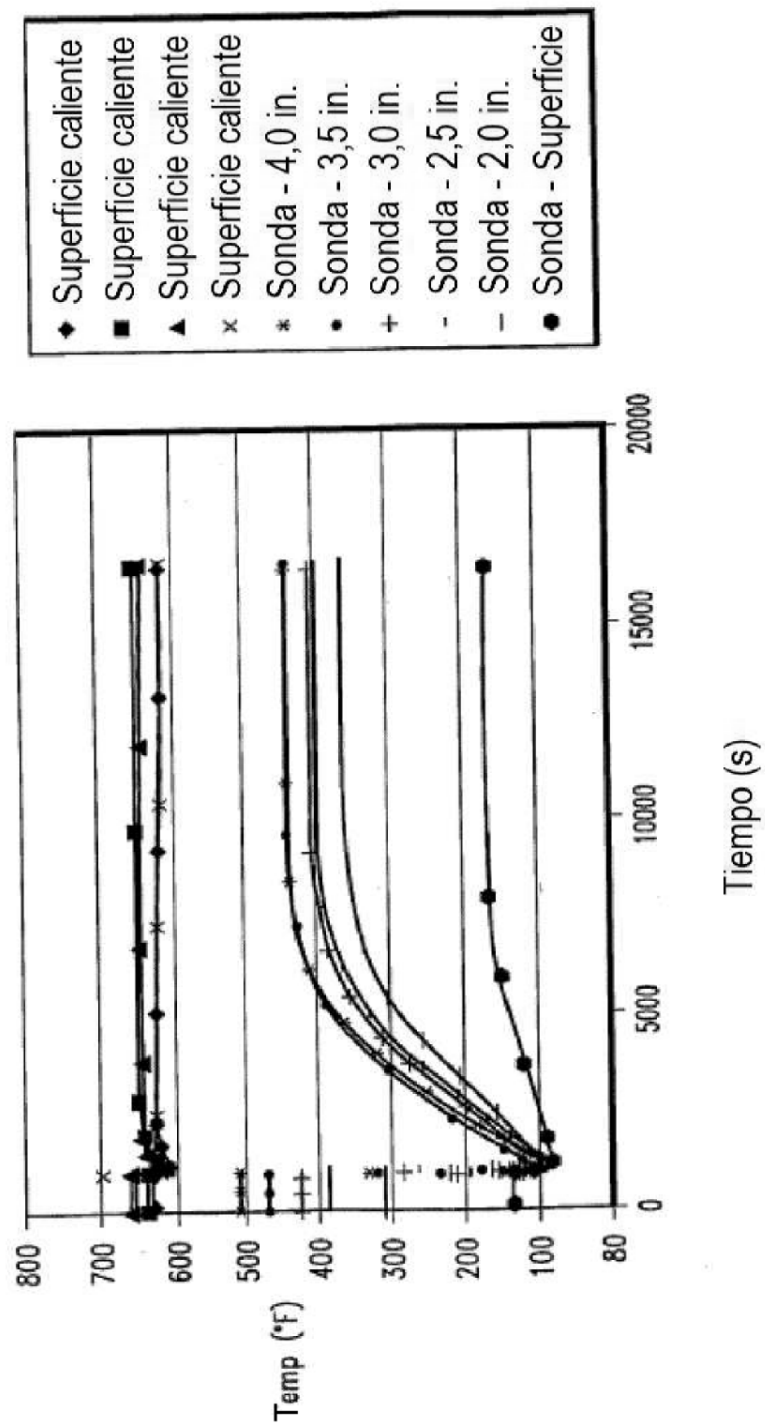


Fig. 5

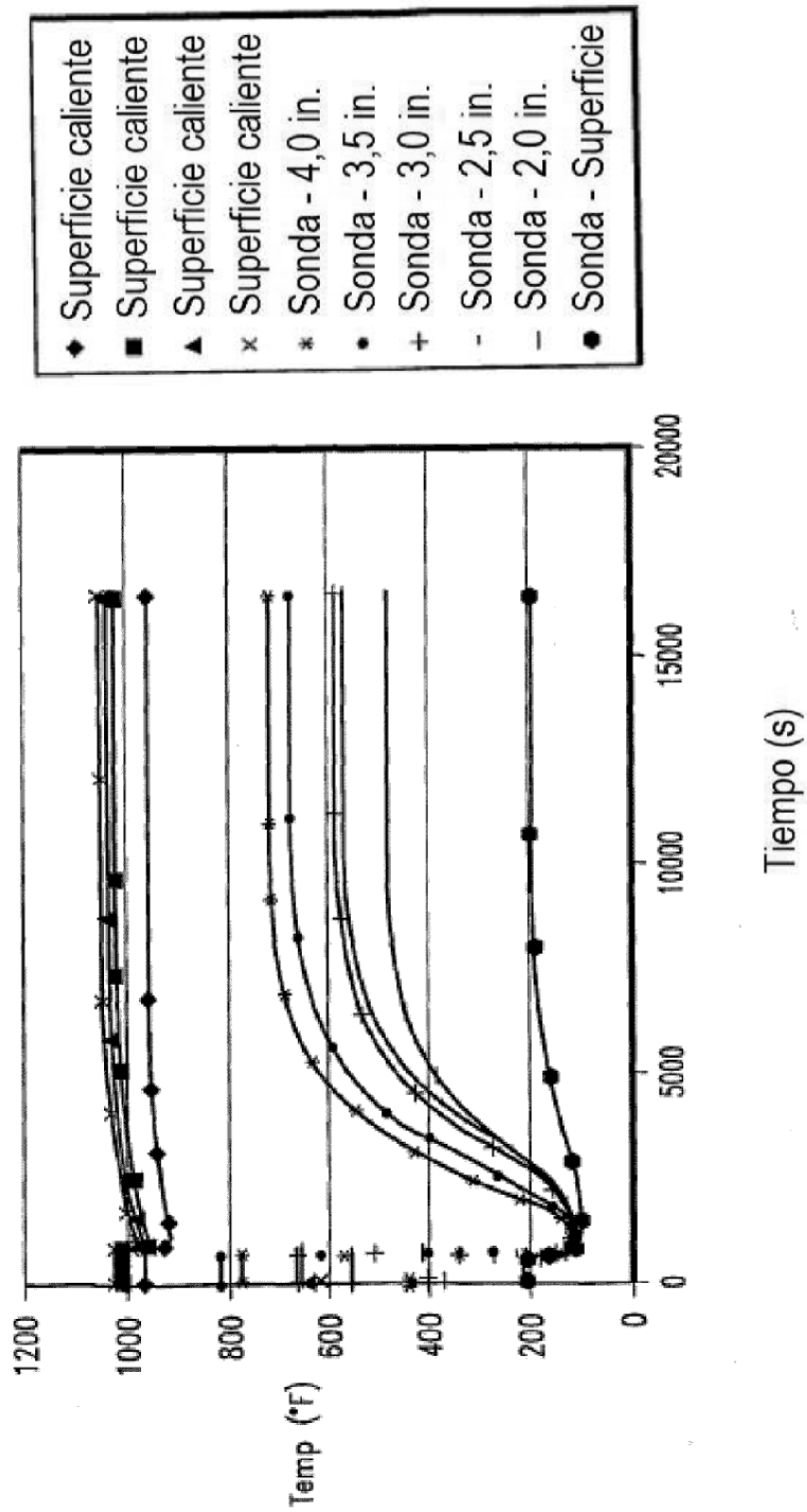


Fig. 6