

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11 N° de publication : **2 951 189**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national : **09 57144**

51 Int Cl<sup>8</sup> : **C 09 J 101/08** (2006.01), C 09 J 103/02, 105/00, 1/00,  
11/06, C 03 C 25/14, 25/26, E 04 B 1/74, D 04 H 1/58

12 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

22 Date de dépôt : 13.10.09.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 15.04.11 Bulletin 11/15.

56 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

71 Demandeur(s) : SAINT-GOBAIN ISOVER — FR.

72 Inventeur(s) : JAFFRENOU BORIS, OBERT  
EDOUARD, PONS Y MOLL OLIVIER et LOHOU STE-  
PHANE.

73 Titulaire(s) : SAINT-GOBAIN ISOVER.

74 Mandataire(s) : SAINT GOBAIN RECHERCHE.

54 **COMPOSITION D'ENCOLLAGE POUR LAINE MINERALE COMPRENANT UN SUCRE REDUCTEUR ET UN  
SEL METALLIQUE D'ACIDE INORGANIQUE, ET PRODUITS ISOLANTS OBTENUS.**

57 La présente invention se rapporte à une composition  
d'encollage pour des produits isolants à base de laine miné-  
rale, notamment de verre ou de roche, qui comprend  
- au moins un sucre réducteur, et  
- au moins un sel métallique d'acide inorganique choisi  
parmi les sels de métal alcalin, de métal alcalino-terreux, de  
métal de transition ou de métal pauvre d'acide inorganique.  
Elle a également pour objet les produits isolants à base  
de fibres minérales obtenus et leur procédé de fabrication.

FR 2 951 189 - A1



5       **COMPOSITION D'ENCOLLAGE POUR LAINE MINERALE COMPRENANT  
UN SUCRE REDUCTEUR ET UN SEL METALLIQUE D'ACIDE  
INORGANIQUE, ET PRODUITS ISOLANTS OBTENUS**

10       La présente invention se rapporte au domaine des produits d'isolation, thermiques et/ou acoustiques, à base de laine minérale, notamment de verre ou de roche, et d'un liant exempt de formaldéhyde.

15       L'invention concerne plus particulièrement une composition d'encollage apte à réticuler pour former ledit liant, qui renferme au moins un sucre réducteur et au moins un sel métallique d'acide inorganique, le procédé de fabrication de produits d'isolation thermiques et/ou acoustiques et les produits d'isolation qui en résultent.

20       La fabrication de produits d'isolation à base de laine minérale comprend généralement une étape de fabrication de la laine elle-même, qui peut être mise en œuvre par différents procédés, par exemple selon la technique connue du fibrage par centrifugation interne ou externe.

25       La centrifugation interne consiste à introduire la matière en fusion (en général du verre ou une roche) dans un dispositif centrifuge comprenant une multitude de petits orifices, la matière étant projetée vers la paroi périphérique du dispositif sous l'action de la force centrifuge et s'en échappant sous la forme de filaments. A la sortie du dispositif centrifuge, les filaments sont étirés et entraînés par un courant gazeux ayant une température et une vitesse élevées vers un organe récepteur pour former une nappe de fibres (ou laine minérale).

30       La centrifugation externe consiste, elle, à déverser la matière en fusion à la surface périphérique externe d'organes rotatifs appelés rotors, d'où la fusion est éjectée sous l'action de la force centrifuge. Des moyens d'étirage par courant gazeux et de collecte sur un organe de réception sont également prévus.

      Pour assurer l'assemblage des fibres entre elles et permettre à la nappe d'avoir de la cohésion, on projette sur les fibres, sur le trajet allant de la

sortie du dispositif centrifuge vers l'organe récepteur, une composition d'encollage contenant une résine thermodurcissable. La nappe de fibres revêtues de l'encollage est soumise à un traitement thermique, à une température généralement supérieure à 100°C, afin d'effectuer la polycondensation de la résine et obtenir ainsi un produit d'isolation thermique et/ou acoustique ayant des propriétés spécifiques, notamment une stabilité dimensionnelle, une résistance à la traction, une reprise d'épaisseur après compression et une couleur homogène.

La composition d'encollage à projeter sur la laine minérale se présente généralement sous la forme d'une solution aqueuse renfermant la résine thermodurcissable et des additifs tels qu'un catalyseur de réticulation de la résine, un silane promoteur d'adhérence, une huile minérale anti-poussières, ... La composition d'encollage est le plus souvent appliquée sur les fibres par pulvérisation.

Les propriétés de la composition d'encollage dépendent en grande partie des caractéristiques de la résine. Du point de vue de l'application, il est nécessaire que la composition d'encollage présente une bonne aptitude à la pulvérisation et puisse se déposer à la surface des fibres afin de les lier efficacement.

La résine doit être stable pendant un laps de temps donné avant d'être utilisée pour former la composition d'encollage, laquelle composition est généralement préparée au moment de l'emploi en mélangeant la résine et les additifs mentionnés précédemment.

Sur le plan réglementaire, il est nécessaire que la résine soit considérée comme non polluante, c'est-à-dire qu'elle contienne – et qu'elle génère lors de l'étape d'encollage ou ultérieurement – le moins possible de composés pouvant nuire à la santé humaine ou à l'environnement.

Les résines thermodurcissables les plus couramment utilisées sont des résines phénoliques appartenant à la famille des résols. Outre leur bonne aptitude à réticuler dans les conditions thermiques précitées, ces résines sont solubles dans l'eau, possèdent une bonne affinité pour les fibres minérales, notamment en verre, et sont relativement peu coûteuses.

Ces résols sont obtenus par condensation de phénol et de formaldéhyde, en présence d'un catalyseur basique, dans un rapport molaire

formaldéhyde/phénol supérieur à 1 de manière à favoriser la réaction entre le phénol et le formaldéhyde et à diminuer le taux de phénol résiduel dans la résine. La réaction de condensation entre le phénol et le formaldéhyde est opérée en limitant le degré de condensation des monomères, afin éviter la formation de chaînes longues peu hydrosolubles qui réduisent la diluabilité. En conséquence, la résine contient une certaine proportion de monomère n'ayant pas réagi, en particulier le formaldéhyde dont la présence n'est pas souhaitée à cause de ses effets nocifs avérés.

Pour cette raison, les résines à base de résol sont généralement traitées par de l'urée qui réagit avec le formaldéhyde libre en le piégeant sous forme de condensats urée-formaldéhyde non volatils. La présence d'urée dans la résine apporte en outre un avantage économique certain du fait de son faible coût, car on peut l'introduire en relativement grande quantité sans affecter les qualités d'emploi de la résine, notamment sans nuire aux propriétés mécaniques du produit final, ce qui abaisse notablement le coût total de la résine.

Il a néanmoins été observé que, dans les conditions de températures auxquelles la nappe est soumise pour obtenir la réticulation de la résine, les condensats urée-formaldéhyde ne sont pas stables ; ils se décomposent en redonnant du formaldéhyde et de l'urée, à son tour dégradée au moins partiellement en ammoniac, qui sont libérés dans l'atmosphère de l'usine.

La réglementation en matière de protection de l'environnement devenant plus contraignante oblige les fabricants de produits d'isolation à rechercher des solutions permettant d'abaisser encore les niveaux d'émissions indésirables, en particulier de formaldéhyde.

Des solutions de remplacement des résols dans les compositions d'encollage sont connues.

Une première solution se fonde sur l'emploi d'un polymère d'acide carboxylique, notamment d'acide acrylique.

Dans US 5 340 868, l'encollage comprend un polymère polycarboxylique, un  $\beta$ -hydroxylamide et un acide carboxylique monomérique au moins trifonctionnel.

D'autres compositions d'encollage ont été proposées qui comprennent un polymère polycarboxylique, un polyol et un catalyseur, lequel catalyseur

pouvant être un composé contenant du phosphore (US 5 318 990, US 5 661 213, US 6331 350, US 2003/0008978), un fluoroborate (US 5 977 232) ou bien un cyanamide, un dicyanamide ou une cyanoguanidine (US 5 932 689).

Les compositions d'encollage à base d'un polymère polycarboxylique et  
5 d'un polyol peuvent en outre comprendre un tensioactif cationique, amphotère ou non ionique (US 2002/0188055), un agent de couplage de type silane (US 2004/0002567) ou une dextrine en tant que co-liant (US 2005/0215153).

Il a aussi été décrit des compositions d'encollage comprenant une  
alcanolamine renfermant au moins deux groupements hydroxyle et un polymère  
10 polycarboxylique (US 6 071 994, US 6 099 773, US 6 146 746) associé à un copolymère (US 6 299 936).

Une deuxième solution de remplacement des résols se fonde sur l'association d'un saccharide et d'un acide polycarboxylique.

Dans US 5 895 804, il est décrit une composition adhésive à base de  
15 polysaccharides thermoréticulables pouvant être utilisée en tant qu'encollage pour de la laine minérale. La composition renferme un polymère polycarboxylique ayant au moins deux groupes fonctionnels acide carboxylique et un poids moléculaire au moins égal à 1000, et un polysaccharide ayant un poids moléculaire au moins égal à 10000.

20 Dans WO 2009/080938, la composition d'encollage comprend un monosaccharide et/ou un polysaccharide et un acide organique polycarboxylique de masse molaire inférieure à 1000.

On connaît également une composition d'encollage aqueuse sans formaldéhyde qui comprend un produit de réaction de Maillard, en particulier  
25 associant un sucre réducteur, un acide carboxylique et de l'ammoniaque (WO 2007/014236). Dans WO 2009/019232 et WO 2009/019235, il est proposé de substituer l'acide carboxylique par un précurseur d'acide dérivé d'un sel inorganique, notamment un sel d'ammonium qui présente l'avantage supplémentaire de pouvoir remplacer tout ou partie de l'ammoniaque.

30 Ces dernières compositions d'encollage contiennent néanmoins des composés renfermant de l'azote qui sont susceptibles de se dégrader, notamment en ammoniac, au cours du traitement thermique mis en œuvre pour que les fibres minérales puissent être liées entre elles et former le produit d'isolation final.

La présente invention a pour but de proposer une composition d'encollage pour des produits isolants à base de laine minérale, notamment de verre ou de roche, qui est exempte de formaldéhyde et de composés azotés.

Pour atteindre ce but, la présente invention propose une composition  
5 d'encollage, qui comprend

- au moins un sucre réducteur, et

- au moins un sel métallique d'acide inorganique choisi parmi les sels de métal alcalin, de métal alcalino-terreux, de métal de transition ou de métal pauvre d'acide inorganique.

10 Le sucre réducteur conforme à la présente invention est un monosaccharide, un oligosaccharide, un polysaccharide ou un mélange de ces composés.

A titre d'exemple de monosaccharide, on peut citer le glucose, le galactose, le mannose et le fructose.

15 Par « oligosaccharide » on entend un saccharide renfermant 2 à 10 motifs d'oses, de préférence au plus 5.

A titre d'exemple d'oligosaccharide, on peut citer le lactose, le maltose, l'isomaltose et le cellobiose.

20 Les polysaccharides conformes à l'invention sont choisis parmi les polysaccharides ayant une masse molaire moyenne en nombre inférieure à 100000, de préférence inférieure à 50000 et avantageusement inférieure à 10000.

A titre d'exemple de polysaccharide préféré, on peut citer les dextrans. Les dextrans sont des composés répondant à la formule générale  $(C_6H_{10}O_5)_n$   
25 obtenus par hydrolyse partielle d'amidon. Les procédés de préparation des dextrans sont connus. Par exemple, les dextrans peuvent être préparées en chauffant ou en séchant à sec un amidon, généralement en présence d'un catalyseur acide, ce qui conduit à la rupture des molécules d'amylose et d'amylopectine qui constituent ledit amidon en produits de masse molaire plus  
30 faible. Les dextrans peuvent aussi être obtenues en traitant l'amidon par voie enzymatique avec une ou plusieurs amylases, notamment microbiennes, aptes à hydrolyser les liaisons de l'amidon. La nature du traitement (chimique ou enzymatique) et les conditions d'hydrolyse ont une incidence directe sur la masse molaire moyenne et la distribution des masses molaires de la dextrine.

Les dextrines selon la présente invention présente un équivalent en dextrose DE (« Dextrose Equivalent » en anglais) supérieur ou égal à 5, de préférence supérieur ou égal à 15.

De manière conventionnelle, l'équivalent en dextrose DE est défini par la relation suivante :

$$DE = 100 \times \left( \frac{\text{nombre de liaisons glycosidiques rompues}}{\text{nombre de liaisons glycosidiques dans l'amidon initial}} \right)$$

Les dextrines conformes à l'invention peuvent être obtenues à partir d'amidon ou de dérivés d'amidon d'origine végétale variée, par exemple issues de tubercules tels que la pomme de terre, le manioc, le maranta et la patate douce, issues de graines telles que le blé, le maïs, le seigle, le riz, l'orge, le millet, l'avoine et le sorgho, issues de fruits tels que le marron, la châtaigne, et la noisette, ou issues de légumineuses telles que le pois et le haricot.

De préférence, le sucre réducteur est choisi parmi le glucose, les polysaccharides composés majoritairement (à plus de 50 % en poids) de motifs de glucose et les mélanges de ces composés.

Le sel métallique d'acide inorganique joue le rôle de précurseur d'acide inorganique, lequel acide réagit avec le sucre réducteur sous l'effet de la chaleur pour former un réseau polymérique qui constitue le liant final. Le réseau polymérique ainsi formé permet d'établir des liaisons au niveau des points de jonction des fibres dans la laine minérale.

Comme déjà indiqué, le sel métallique d'acide inorganique est choisi parmi les sels de métal alcalin, de métal alcalino-terreux, de métal de transition ou de métal pauvre d'acide inorganique. De préférence, il s'agit d'un sel de sodium, de magnésium, de fer, de cobalt, de nickel, de cuivre, de zinc ou d'aluminium, avantageusement d'aluminium.

Le sel métallique d'acide inorganique est avantageusement choisi parmi les sulfates, les chlorures, les nitrates, les phosphates et les carbonates, et mieux encore parmi les sulfates et les chlorures.

On préfère le sulfate d'aluminium, le sulfate de cuivre, le sulfate double d'aluminium et de potassium (ou alun de potassium) et le chlorure d'aluminium, en particulier le sulfate d'aluminium.

Dans la composition d'encollage, le sel métallique d'acide inorganique représente 1 à 30 % en poids du poids total du mélange constitué par le sucre réducteur et le sel métallique d'acide inorganique, de préférence 3 à 20 %, et avantageusement 5 à 15 %.

5 La composition d'encollage conforme à l'invention peut encore comprendre les additifs conventionnels ci-après dans les proportions suivantes calculées sur la base de 100 parts en poids de sucre réducteur et de sel métallique d'acide inorganique :

- 0 à 2 parts de silane, en particulier un aminosilane,
- 10 - 0 à 20 parts d'huile, de préférence 4 à 15 parts,
- 0 à 20 parts de glycérol, de préférence 0 à 10 parts,
- 0 à 5 parts d'un silicone,
- 0 à 30 parts d'un « extendeur ».

Le rôle des additifs est connu et brièvement rappelé : le silane est un  
15 agent de couplage entre les fibres et le liant, et joue également le rôle d'agent anti-vieillessement ; les huiles sont des agents anti-poussières et hydrophobes ; le glycérol jouent le rôle de plastifiants et permettent d'éviter la prégélification de la composition d'encollage ; le silicone est un agent hydrophobe qui a pour  
20 fonction de réduire l'absorption d'eau par le produit d'isolation ; l'« extendeur » est une charge organique ou inorganique, soluble ou dispersable dans la composition d'encollage aqueuse qui permet notamment de diminuer le coût de la composition d'encollage.

La composition d'encollage présente un pH qui varie dans une large  
25 mesure selon la nature du sel métallique d'acide inorganique utilisé, en général de 2 à 10, avantageusement acide, notamment inférieur ou égal à 5.

La composition d'encollage est destinée à être appliquée sur des fibres minérales, notamment des fibres de verre ou de roche.

De manière classique, la composition d'encollage est projetée sur les  
30 fibres minérales à la sortie du dispositif centrifuge et avant leur collecte sur l'organe récepteur sous la forme d'une nappe de fibres qui est ensuite traitée à une température permettant la réticulation de l'encollage et la formation d'un liant infusible. La réticulation de l'encollage selon l'invention se fait à une température de l'ordre de 100 à 200°C, généralement à une température

comparable à celle d'une résine formophénolique classique, notamment supérieure ou égale à 110°C, de préférence inférieure ou égale à 170°.

Les produits isolants acoustiques et/ou thermiques obtenus à partir de ces fibres encollées constituent aussi un objet de la présente invention.

5 Ces produits se présentent généralement sous la forme d'un matelas ou d'un feutre de laine minérale, de verre ou de roche, ou encore d'un voile de fibres minérales, également de verre ou de roche, destiné notamment à former un revêtement de surface dudit matelas ou dudit feutre.

10 Les exemples qui suivent permettent d'illustrer l'invention sans toutefois la limiter.

Dans ces exemples, on mesure :

- la température de début de réticulation ( $T_R$ ) et la vitesse de réticulation ( $V$ ) par la méthode Dynamic Mechanical Analysis (DMA) qui permet de caractériser le comportement viscoélastique d'un matériau polymérique. On procède comme suit : un échantillon de papier Whatmann est imprégné de la composition d'encollage (teneur en matières solides organiques de l'ordre de 40 %) puis est fixé horizontalement entre deux mors. Un élément oscillant muni d'un dispositif de mesure de la contrainte en fonction de la déformation appliquée est disposé sur la face supérieure de l'échantillon. Le dispositif permet de calculer le module d'élasticité  $E'$ . L'échantillon est chauffé à une température variant de 20 à 250°C à la vitesse de 4°C/min. A partir des mesures, on établit la courbe de variation du module d'élasticité  $E'$  (en MPa) en fonction de la température (en °C) dont l'allure générale est donnée dans la Figure 1. On détermine sur la courbe les valeurs correspondant à la température de début de réticulation ( $T_R$ ), en °C, et la pente correspondant à la vitesse de réticulation ( $V$ ) en MPa/°C.

- l'angle de contact de la composition d'encollage, sur un support en verre.

- la résistance en traction selon la norme ASTM C 686-71T sur un échantillon découpé par estampage dans le produit isolant. L'échantillon a la  
5 forme d'un tore de 122 mm de longueur, 46 mm de largeur, un rayon de courbure de la découpe du bord extérieur égal à 38 mm et un rayon de courbure de la découpe du bord intérieur égal à 12,5 mm.

L'échantillon est disposé entre deux mandrins cylindriques d'une machine d'essais dont l'un est mobile et se déplace à vitesse constante. On  
10 mesure la force de rupture  $F$  (en gramme-force) de l'échantillon et on calcule la résistance en traction  $RT$  définie par le rapport de la force de rupture  $F$  à la masse de l'échantillon.

La résistance en traction est mesurée après la fabrication (résistance en traction initiale) et après un vieillissement accéléré dans un autoclave à une  
15 température de 105°C sous 100 % d'humidité relative pendant 15 minutes (RT15).

- l'épaisseur initiale du produit d'isolation et l'épaisseur après 1 heure, 24 heures et 30 jours sous compression avec un taux de compression (défini  
20 comme étant le rapport de l'épaisseur nominale à l'épaisseur sous compression) égal à 4,8/1. Les mesures d'épaisseur permettent d'évaluer la bonne tenue dimensionnelle du produit.

- le coefficient de conductivité thermique  $\lambda$  selon la norme EN 13162, exprimé en  $W/(m \times ^\circ K)$ .

### **EXEMPLES 1 A 8**

On prépare des compositions d'encollage comprenant les constituants figurant dans le tableau 1 exprimé en parts pondérales.

Les compositions d'encollage sont préparées en introduisant successivement, dans un récipient contenant de l'eau, le sucre réducteur, le sel métallique d'acide inorganique sous une agitation vigoureuse jusqu'à dissolution complète des constituants.

En tant que sucre réducteur, on utilise les dextrines suivantes :

- sirop de glucose 74/968<sup>®</sup> qui a une teneur massique en glucose supérieure à 95 % et présente un équivalent en dextrose DE égal à 99 (commercialisée par ROQUETTE FRERES ; extrait sec : 75 %) ;

- Flolys<sup>®</sup> B6080S qui a une masse molaire moyenne en poids égale à 1520 et un équivalent en dextrose DE égal à 62 (commercialisée sous la référence par ROQUETTE FRERES ; extrait sec : 81 %).

Les propriétés des compositions d'encollage figurant dans le tableau 1 sont évaluées comparativement à une composition d'encollage classique renfermant une résine formophénolique et de l'urée (Référence) préparée conformément à l'exemple 2, essai 1 de WO 01/96254 A1 et à une composition ne contenant que le sucre réducteur (C1).

Les compositions d'encollage des exemples 1 à 8 présentent une température de début de réticulation ( $T_R$ ) inférieure à celle de la Référence. Ces compositions présentent aussi une vitesse de réticulation (V) proche de celle de la Référence, et même significativement plus élevée (exemples 2 et 3).

Les compositions d'encollage des exemples 1 à 8 possèdent en outre une viscosité faible, inférieure à celle de la Référence à teneur en matières solides identique, ce qui autorise une bonne application sur les fibres minérales, notamment par pulvérisation.

Les compositions d'encollage selon l'invention présentent encore un angle de contact faible sur un support en verre qui dénote une bonne aptitude au mouillage des fibres.

### **EXEMPLE 9**

Cet exemple illustre la fabrication de produits isolants dans une ligne industrielle.

On prépare une composition d'encollage comprenant les constituants suivants (en parts pondérales) :

	- sirop de glucose 74/968 <sup>®</sup>	92,5
	- sulfate d'aluminium	7,5
5	- $\gamma$ -aminopropyltriéthoxsilane	1,0
	- huile minérale	8,0
	- silicone	1,5

On fabrique de la laine de verre par la technique de la centrifugation interne dans laquelle la composition de verre fondu est transformée en fibres au moyen d'un outil dénommé assiette de centrifugation, comprenant un panier formant chambre de réception de la composition fondue et une bande périphérique percée d'une multitude d'orifices : l'assiette est mue en rotation autour de son axe de symétrie disposé verticalement, la composition est éjectée à travers les orifices sous l'effet de la force centrifuge et la matière s'échappant des orifices est étirée en fibres avec l'assistance d'un courant de gaz d'étirage.

De façon classique, une couronne de pulvérisation d'encollage est disposée au-dessous de l'assiette de fibrage de façon à répartir régulièrement la composition d'encollage sur la laine de verre venant d'être formée.

La laine minérale ainsi encollée est collectée sur un convoyeur à bande de 2,4 m de large équipé de caissons d'aspiration internes qui retiennent la laine minérale sous forme d'une nappe à la surface du convoyeur. La nappe passe en continu dans une étuve maintenue à 270°C où les constituants de l'encollage polymérisent pour former un liant. Le produit d'isolation final a une densité égale à 17,5 kg/m<sup>3</sup>.

Lors de la fabrication du produit d'isolation, les émissions d'azote au niveau de la cheminée sont restées à un niveau minimal.

Le produit d'isolation présente les propriétés suivantes :

	<b>Résistance en traction (gf/g)</b>	
30	avant vieillissement	206
	après vieillissement	150
	perte (%)	27
	<b>Epaisseur (mm)</b>	
	après 1 heure	83,5

après 24 heures	81,6
après 30 jours	79,5
<b>Perte au feu (%)</b>	6,0
<b><math>\lambda</math> (W/(m x °K))</b>	0,035

- 5 Le produit d'isolation est stable en épaisseur et conserve une cohésion mécanique après vieillissement. Ce produit peut être utilisé notamment dans des applications où la sollicitation mécanique est peu importante, par exemple pour l'isolation des combles perdus.

Tableau 1

Exemple	1	2	3	4	5	6	7	8	C1	Référence
<b>Composition d'encollage</b>										
Sucre réducteur										
Sirop de glucose 74/968®	95	90	-	92,5	85	85	92,5	85	100	-
Flolys® BS6080S	-	-	85	-	-	-	-	-	-	-
Sel métallique d'acide inorganique										
Sulfate d'aluminium	5	10	15	-	-	-	-	-	-	-
Sulfate de cuivre	-	-	-	7,5	15	-	-	-	-	-
Alun de potassium	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-
Chlorure d'aluminium	-	-	-	-	-	-	7,5	15	-	-
<b>Propriétés</b>										
Temp. début réticulation T <sub>R</sub> (°C)	122	115	102	126	119	121	116	110	234	151
Vitesse réticulation V (MPa/°C)	128	293	345	100	150	163	141	129	16	161
Viscosité à 25°C (mPa.s) <sup>(1)</sup>	6,4	6,5	7,0	5,8	6,1	6,4	6,3	6,7	6,1	8,0
Angle de contact (°) <sup>(2)</sup>	28	16	30	32	31	28	32	33	27	10,0
pH	2,9	2,8	2,8	3,2	3,1	2,8	2,4	2,2	3,6	6,0

<sup>(1)</sup> solution à 30 % de matières solides<sup>(2)</sup> solution à 40 % de matières solides

**REVENDEICATIONS**

- 5 1. Composition d'encollage pour des produits isolants à base de laine minérale, notamment de roche ou de verre, **caractérisée en ce qu'elle** comprend
- au moins un sucre réducteur, et
  - au moins un sel métallique d'acide inorganique choisi parmi les sels de métal alcalin, de métal alcalino-terreux, de métal de transition ou de métal pauvre d'acide inorganique.
- 10 2. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** le sucre réducteur est un monosaccharide, un oligosaccharide, un polysaccharide ou un mélange de ces composés.
- 15 3. Composition selon la revendication 2, **caractérisée en ce que** le sucre réducteur est le glucose, le galactose, le mannose, le fructose, le lactose, le maltose, l'isomaltose, le cellobiose ou une dextrine.
- 20 4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisée en ce que** le sucre réducteur est choisi parmi le glucose, les polysaccharides contenant plus de 50 % en poids de motifs de glucose et les mélanges de ces composés.
- 25 5. Composition selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisée en ce que** le sel métallique d'acide inorganique est un sel de sodium, de magnésium, de fer, de cobalt, de nickel, de cuivre, de zinc ou d'aluminium, de préférence d'aluminium.
- 30 6. Composition selon la revendication 5, **caractérisée en ce que** le sel métallique d'acide inorganique est choisi parmi les sulfates, les chlorures, les nitrates, les phosphates et les carbonates, de préférence les sulfates et les chlorures.
- 35 7. Composition selon la revendication 5 ou 6, **caractérisée en ce que** le sel métallique d'acide inorganique est le sulfate d'aluminium, le sulfate de cuivre, le sulfate double d'aluminium et de potassium (ou alun de potassium) et le chlorure d'aluminium, de préférence le sulfate d'aluminium.
- 40 8. Composition selon l'une des revendications 1 à 7, **caractérisée en ce que** le sel métallique d'acide inorganique représente 1 à 30 % en poids du

poids total du mélange constitué par le sucre réducteur et le sel métallique d'acide inorganique, de préférence 3 à 20 %, et avantageusement 5 à 15 %.

5 9. Composition selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisée en ce qu'elle** comprend en outre les additifs ci-après dans les proportions suivantes calculées sur la base de 100 parts en poids de sucre réducteur et de sel métallique d'acide inorganique :

- 0 à 2 parts de silane, en particulier un aminosilane,
- 0 à 20 parts d'huile, de préférence 4 à 15 parts,
- 0 à 20 parts de glycérol, de préférence 0 à 10 parts,
- 10 - 0 à 5 parts d'un silicone,
- 0 à 30 parts d'un « extendeur ».

10. Produit isolant acoustique et/ou thermique à base laine minérale, notamment de verre ou de roche, encollée à l'aide de la composition d'encollage selon l'une des revendications 1 à 9.

15 11. Voile de fibres minérales, notamment de verre ou de roche, encollées à l'aide de la composition d'encollage selon l'une des revendications 1 à 9.

20 12. Procédé de fabrication d'un produit isolant acoustique et/ou thermique à base de laine minérale selon la revendication 10 ou d'un voile de fibres minérales selon la revendication 11, selon lequel on fabrique la laine minérale ou les fibres minérales, on projette sur ladite laine ou lesdites fibres une composition d'encollage et on traite ladite laine ou lesdites fibres à une température permettant la réticulation de l'encollage et la formation d'un liant infusible, **caractérisé en ce que** la composition d'encollage comprend

- 25 - au moins un sucre réducteur, et
- au moins un sel métallique d'acide inorganique choisi parmi les sels de métal alcalin, de métal alcalino-terreux, de métal de transition ou de métal pauvre d'acide inorganique.

1/1

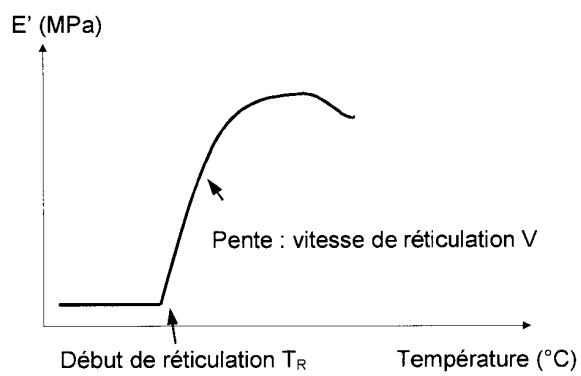


Figure 1



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FA 728181  
FR 0957144

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2 657 163 A (ERICKS WALTER P) 27 octobre 1953 (1953-10-27) * colonne 1, ligne 18-22; exemples I-III * * colonne 1, ligne 50 - colonne 2, ligne 4 *	1-9	C09J101/08 C09J103/02 C09J105/00 C09J1/00 C09J11/06 C03C25/14 C03C25/26 E04B1/74 D04H1/58
X	US 2 544 714 A (MOORE EDWARD E) 13 mars 1951 (1951-03-13) * exemples 1-4 *	1-9	
X	DE 10 2004 011231 A1 (WTB BIOTECH GMBH [DE]; GEF NATURPRODUKTE GMBH [DE]) 11 août 2005 (2005-08-11) * revendication 10 *	1-9	
X	GB 116 620 A (TUNNELL RAYMOND WELCH [US]) 20 juin 1918 (1918-06-20) * le document en entier *	1-9	
X	GB 01937 A A.D. 1912 (ALEXANDRE LOUIS [FR]) 23 janvier 1913 (1913-01-23) * le document en entier *	1-9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
X	GB 421 456 A (JAMES GRAHAM; EDMUND BOWDEN CATLOW) 20 décembre 1934 (1934-12-20) * le document en entier *	1-9	C09J C03C D04H D06M E04B
X	FR 2 576 603 A1 (ENIGMA NV [NL]) 1 août 1986 (1986-08-01) * revendications 1, 2, 10-12 *	1-9	
X	US 4 369 173 A (CAUSLAND ROBERT H ET AL) 18 janvier 1983 (1983-01-18) * revendications 1-19 *	1-9	
	----- -/--		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
6 mai 2010		Gerber, Myriam	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul                      Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie                      A : arrière-plan technologique                      O : divulgation non-écrite                      P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention                      E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.                      D : cité dans la demande                      L : cité pour d'autres raisons</p> <p>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

1 EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FA 728181  
FR 0957144

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 2009/080938 A2 (SAINT GOBAIN ISOVER [FR]; JAFFRENOU BORIS [FR]; SERUGHETTI DOMINIQUE) 2 juillet 2009 (2009-07-02) * page 7, ligne 21-33; revendications 1-44 *	1-12	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
X	WO 2009/019232 A1 (KNAUF INSULATON LTD [GB]; HAMPSON CARL [GB]; MUELLER GERT [US]; APPELEY) 12 février 2009 (2009-02-12) * page 2, ligne 18 - page 3, ligne 2; revendications 1-44 *	1-12	
X	WO 96/26164 A1 (ROCKWOOL LAPINUS BV [NL]; HUIJS MATHIJS JOHANNUS ANTHONI [NL]; CUYPERS) 29 août 1996 (1996-08-29) * revendications 7, 8 *	1-12	
X	EP 1 382 642 A1 (ROCKWOOL INT [DK]) 21 janvier 2004 (2004-01-21) * alinéa [0028]; revendication 13 *	1-12	
X	WO 2008/089850 A1 (KNAUF INSULATON LTD; JACKSON ROGER [GB]; AINDOW TONY [GB]; BAYBUTT GEO) 31 juillet 2008 (2008-07-31) * revendications 1-12 *	1-12	
X	US 2005/214519 A1 (CLEMENTS CHRISTOPHER J [US]) 29 septembre 2005 (2005-09-29) * revendication 19 *	1-12	
X	DE 42 22 444 A1 (SCHIWEK HELMUT [DE]) 13 janvier 1994 (1994-01-13) * colonne 1, ligne 57-63 *	1-12	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
6 mai 2010		Gerber, Myriam	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul                      Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie                      A : arrière-plan technologique                      O : divulgation non-écrite                      P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention                      E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.                      D : cité dans la demande                      L : cité pour d'autres raisons                      &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0957144 FA 728181**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 06-05-2010  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2657163	A	27-10-1953	AUCUN	
US 2544714	A	13-03-1951	AUCUN	
DE 102004011231	A1	11-08-2005	AUCUN	
GB 116620	A	20-06-1918	AUCUN	
GB 191201937	A	23-01-1913	AUCUN	
GB 421456	A	20-12-1934	AUCUN	
FR 2576603	A1	01-08-1986	AU 5215286 A DE 3602086 A1 DK 40086 A FI 860266 A GB 2170208 A JP 2015060 C JP 7053819 B JP 61241348 A NL 8600129 A NO 860140 A NZ 214809 A SE 8600376 A SU 1838356 A3 US 4761184 A	07-08-1986 31-07-1986 30-07-1986 30-07-1986 30-07-1986 02-02-1996 07-06-1995 27-10-1986 18-08-1986 30-07-1986 30-06-1988 30-07-1986 30-08-1993 02-08-1988
US 4369173	A	18-01-1983	AUCUN	
WO 2009080938	A2	02-07-2009	FR 2924719 A1	12-06-2009
WO 2009019232	A1	12-02-2009	AR 067799 A1 AU 2008285696 A1 CA 2695407 A1 EP 2176183 A1 EP 2176184 A1 WO 2009019235 A1 GB 2451719 A	21-10-2009 12-02-2009 12-02-2009 21-04-2010 21-04-2010 12-02-2009 11-02-2009
WO 9626164	A1	29-08-1996	AT 209168 T AU 716075 B2 AU 4940496 A BG 62251 B1 BG 101844 A CN 1179140 A CZ 9702652 A3	15-12-2001 17-02-2000 11-09-1996 30-06-1999 30-04-1998 15-04-1998 14-01-1998

EPO FORM P0465

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0957144 FA 728181**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 06-05-2010  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication			
WO 9626164	A1		DE 69617212 D1	03-01-2002			
			DE 69617212 T2	27-06-2002			
			DK 0810981 T3	21-05-2002			
			EE 9700180 A	16-02-1998			
			ES 2163616 T3	01-02-2002			
			FI 973410 A	20-08-1997			
			HU 9801245 A2	28-08-1998			
			JP 3784067 B2	07-06-2006			
			JP 11500497 T	12-01-1999			
			NO 973811 A	20-10-1997			
			PL 321897 A1	22-12-1997			
			SK 112497 A3	04-02-1998			
			US 5919528 A	06-07-1999			
		-----					
EP 1382642	A1	21-01-2004	AT 319778 T	15-03-2006			
			AU 2003250055 A1	02-02-2004			
			CA 2489817 A1	22-01-2004			
			CN 1668700 A	14-09-2005			
			DE 60303949 T2	16-11-2006			
			DK 1521807 T3	03-07-2006			
			WO 2004007615 A1	22-01-2004			
			ES 2259148 T3	16-09-2006			
			HR 20041133 A2	30-06-2005			
			JP 2005533145 T	04-11-2005			
			UA 80138 C2	27-08-2007			
			US 2006111480 A1	25-05-2006			
			-----				
			WO 2008089850	A1	31-07-2008	CN 101668713 A	10-03-2010
EP 2125650 A1	02-12-2009						
US 2010086726 A1	08-04-2010						
-----							
US 2005214519	A1	29-09-2005	AUCUN				
-----							
DE 4222444	A1	13-01-1994	DE 4324897 A1	28-07-1994			
-----							