

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 983 334**

51 Int. Cl.:

**C08G 65/36** (2006.01)

**D06M 15/53** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2018 PCT/FR2018/050612**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.09.2018 WO18167429**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2018 E 18714313 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2024 EP 3596154**

54 Título: **Procedimiento para fabricar un producto a base de fibras minerales u orgánicas**

30 Prioridad:

**15.03.2017 FR 1752107**

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

**22.10.2024**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)  
Tour Saint-Gobain, 12 place de l'Iris  
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**SALOMON, PIERRE y  
JAFFRENNOU, BORIS**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

**ES 2 983 334 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

Procedimiento para fabricar un producto a base de fibras minerales u orgánicas

5 La presente invención se refiere a una disolución concentrada de oligómeros de alcohol furfurílico que es estable durante el almacenamiento. También se refiere al uso de una disolución concentrada de este tipo para la fabricación de composiciones de encolado para fibras minerales u orgánicas y también a un procedimiento para la fabricación de productos a base de fibras minerales u orgánicas unidas por un aglutinante a base de poli (alcohol furfurílico).

10 El alcohol furfurílico se fabrica industrialmente mediante la reducción del furfural obtenido de determinados materiales de celulosa o residuos vegetales, tales como el bagazo de caña de azúcar, el salvado de cereales, el orujillo de aceitunas o la madera blanda. Se ha usado durante varias décadas para fabricar moldes de colada en arena. El alcohol furfurílico, que es muy líquido, muestra una buena afinidad por la arena, que penetra fácilmente. En presencia de un ácido, tal como el ácido fosfórico, se polimeriza y cura rápidamente para formar una red polimérica tridimensional que  
15 aglomera los granos de arena.

La volatilidad, inflamabilidad y toxicidad del alcohol furfurílico requieren precauciones de uso. Hasta la fecha, no se ha descubierto su uso como aglutinante mediante aplicación directa mediante pulverización sobre fibras.

20 Se ha previsto el uso de resinas de polifurano, es decir, composiciones líquidas que contienen oligómeros o (co)polímeros de alcohol furfurílico como aglutinantes para fibras minerales, para reemplazar parcial o completamente las resinas a base de formaldehído (urea-formaldehído, fenol-formaldehído, melamina-formaldehído) utilizadas convencionalmente en la fabricación de productos aislantes a base de lana mineral (véanse, por ejemplo, los documentos WO 93/25490, WO94/26676, WO94/26677 y WO94/26798). Las resinas de "furano" o "polifurano"  
25 descritas en estos documentos son mezclas de monómeros, oligómeros y polímeros obtenidas por policondensación, en un medio ácido, de monómeros que tienen un núcleo de "furano" y opcionalmente de otros comonómeros, tales como anhídridos, aldehídos, cetonas, urea, fenol y similares.

30 Dos resinas de furano se describen con más detalle, en particular en el documento WO94/26677, como productos comerciales, a saber, los productos

- Farez™ M (QO Chemicals), una resina de alcohol furfurílico y urea-formaldehído que contiene un 6 % de alcohol furfurílico residual y también desde el 0,4 % hasta el 1,1 % de formaldehído, y

35 - Quacorr™ 1300 (QO Chemicals), una resina obtenida por policondensación de alcohol furfurílico con un contenido residual de alcohol furfurílico de entre el 2 % y el 18 %.

40 Estas dos resinas presentan un pH ácido (pH 4 - 7), no pueden diluirse infinitamente con agua y forman composiciones turbias más allá de un determinado contenido de agua (punto de enturbiamiento). Para poder preparar aglutinantes monofásicos de viscosidad aceptable, es necesario añadirles disolventes orgánicos.

45 Además, para obtener composiciones aglutinantes que sean suficientemente reactivas, se añaden sistemáticamente ácidos orgánicos o minerales a las composiciones aglutinantes diluidas antes de la aplicación a las fibras minerales y el curado del aglutinante en un horno de secado.

50 Otra resina de furano disponible comercialmente es la resina BioRez™ (TransFurans Chemicals, Bélgica) obtenida por policondensación de alcohol furfurílico en presencia de un catalizador ácido. Presenta un pH ácido entre aproximadamente 4,5 y 5,5, un bajo contenido de alcohol furfurílico (menos del 1 % de la composición acuosa comercial) y una viscosidad a 25 °C de menos de 1000 mPa.s con un contenido de sólidos del 75 %.

55 La empresa solicitante, cuando quiso usar esta resina en la preparación de composiciones de encolado, también conocidas como aglutinantes, se enfrentó a la inestabilidad de la resina. Esto se debe a que la viscosidad de la disolución concentrada aumentaba continuamente, lo que la hacía inadecuada para el almacenamiento, lo que hacía necesario consumirla en un periodo de tiempo muy corto, de unas pocas horas o solo días, o almacenarla en un ambiente refrigerado. Esta inestabilidad es particularmente perjudicial para un uso industrial a gran escala porque las composiciones aglutinantes tienen que transportarse a grandes distancias entre la estación de almacenamiento y la estación de uso, y pueden permanecer en las tuberías en caso de una parada del procedimiento.

60 La empresa solicitante ha atribuido este aumento de la viscosidad a la presencia del catalizador ácido de policondensación todavía presente en la resina comercial y considerado esencial para una buena reactividad de la resina después de la aplicación.

65 La presente invención se basa en el descubrimiento de que la estabilidad durante el almacenamiento de la disolución acuosa concentrada de poli(alcohol furfurílico) podría aumentarse espectacularmente mediante la simple neutralización y basificación de la disolución por encima de pH 7. La adición de una disolución acuosa de amoníaco (NH<sub>4</sub>OH) hasta obtener una disolución básica permitió ralentizar, incluso detener, el aumento de la viscosidad y

transportar la resina en forma concentrada a temperatura ambiental y luego almacenarla durante varias semanas en un ambiente no refrigerado.

5 La empresa solicitante se ha sorprendido particularmente al descubrir que la resina concentrada estabilizada podría, a pesar de su pH básico, usarse tal cual en la preparación de composiciones de encolado para fibras minerales u orgánicas mediante simple dilución con agua, sin que sea necesario añadirle un catalizador ácido para compensar la pérdida de reactividad resultante del aumento del pH.

10 Este descubrimiento va en contra de la fuerte convicción que prevalece en el campo técnico de moldes y aglutinantes de colada para fibras minerales, según la cual la polimerización y el curado de composiciones basadas en alcohol furfurílico o en oligómeros de alcohol furfurílico requieren necesariamente un medio ácido, es decir, la presencia de una alta concentración de protones.

15 Por tanto, un objeto de la presente solicitud de patente es un procedimiento que usa una composición acuosa concentrada de oligómeros de alcohol furfurílico, que presenta un pH básico y, por este motivo, es estable durante el almacenamiento, y también un procedimiento para la fabricación de productos a base de fibra usando una composición de encolado obtenida por dilución de esta composición concentrada.

20 Más específicamente, la composición es una disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) que carece de formaldehído y contiene:

- desde el 40 % hasta el 85 % en peso de poli(alcohol furfurílico),
- desde el 15 % hasta el 60 % en peso de agua y
- 25 - menos del 1,5 % en peso de alcohol furfurílico,

30 caracterizándose dicha disolución porque presenta un pH comprendido un valor mayor de 7,0 y 10,0, preferentemente de entre 7,2 y 10,0.

La disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) que se usa en la presente invención está preferiblemente compuesta esencialmente por:

- 35 - agua,
- oligómeros de alcohol furfurílico, en lo sucesivo conocidos como poli(alcohol furfurílico),
- alcohol furfurílico residual sin reaccionar,
- 40 - una sal resultante de la neutralización del ácido orgánico o mineral que se ha utilizado como catalizador de policondensación,
- un exceso de base (pH alcalino).

45 Por supuesto, es imposible proporcionar aquí una lista exhaustiva de los componentes que no están presentes en la composición de resina de la presente invención. La empresa solicitante pretende más particularmente proteger las disoluciones de resina que carecen de formaldehído y, preferiblemente, las disoluciones de resina que carecen de formaldehído y además de los reactivos monoméricos utilizados convencionalmente en la preparación de resinas a base de formaldehído, tales como fenol, cresoles, urea, aminas y alcanolaminas, y melamina.

50 Esta ausencia de aminas no excluye, por supuesto, la neutralización del catalizador con una amina orgánica (base débil). En este caso, la cantidad de amina añadida a la disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) es generalmente inferior al 5 % en peso, preferiblemente inferior al 4 % en peso, con respecto al peso seco total de la disolución.

55 La disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) usada en la presente invención podría, por otro lado, contener un determinado número de aditivos presentes convencionalmente en las composiciones aglutinantes diluidas destinadas a aplicarse a las fibras. Estos aditivos se añaden normalmente en el momento de la dilución de la composición, pero en principio nada impide que ya se añadan a la composición concentrada, que bastará posteriormente con diluir simplemente con agua. Por supuesto, estos aditivos deben ser químicamente estables y no reaccionar con los  
60 componentes de la disolución de resina de la presente invención durante el transporte y almacenamiento de esta última.

Pueden citarse a modo de ejemplo de tales aditivos:

- 65 - agentes de acoplamiento elegidos de grupos funcionales; un silano funcional generalmente comprende al menos uno, preferiblemente dos o tres grupos funcionales alcoxisililo hidrolizables y al menos un grupo funcional

reactivo (oxirano, amina, hidroxilo, grupo funcional haluro) portado por un grupo orgánico no hidrolizable unido al átomo de silicio por un enlace Si-C;

- agentes hidrofobizantes, por ejemplo, siliconas;

- agentes de prevención de polvo, en particular aceites minerales añadidos generalmente en forma de una emulsión acuosa, opcionalmente en presencia de uno o más agentes tensioactivos;

- colorantes.

La disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) usada en la presente invención está, sin embargo, preferiblemente desprovista de tales aditivos y el poli(alcohol furfurílico) y el agua juntos representan ventajosamente al menos el 95 % en peso de la disolución, preferiblemente al menos el 96 % en peso de la disolución, en particular al menos el 97 % en peso de la disolución e idealmente al menos el 98 % en peso de la disolución.

Su concentración de poli(alcohol furfurílico) está preferiblemente entre el 50 % y el 80 % en peso y, en particular, entre el 60 % y el 77 % en peso, expresándose estos porcentajes con respecto al peso total de la disolución y no abarcan el contenido residual del monómero de alcohol furfurílico.

Como se indicó anteriormente, el poli(alcohol furfurílico) indica en este caso un producto de la autocondensación del alcohol furfurílico que existe en forma de oligómeros que comprenden al menos dos unidades de furano, si es apropiado de una mezcla de oligómeros de peso molecular variable.

El contenido residual de monómero de alcohol furfurílico de la solución de la presente invención es preferiblemente tan bajo como sea posible. Esto se debe a que el alcohol furfurílico (número CAS 98-00-0) es un compuesto orgánico volátil (VOC - volatile organic compound) considerado como perjudicial por el contacto con la piel, la inhalación y la ingestión.

Por tanto, la disolución de resina concentrada usada en la presente invención contiene preferiblemente menos del 1,0 % en peso, más preferiblemente menos del 0,5 % en peso e idealmente menos del 0,2 % en peso de alcohol furfurílico.

Su pH es básico, es decir, estrictamente superior a 7,0, preferiblemente entre 7,2 y 10, más preferiblemente entre 7,3 y 9,5, en particular entre 7,4 y 9,0 e idealmente entre 7,5 y 8,5.

La disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) preferiblemente no es una disolución tamponada.

Cuando el alcohol poli (furfurílico) se obtiene mediante una reacción en catálisis ácida, la cantidad de base añadida es al menos igual a la cantidad necesaria para neutralizar el ácido residual en el producto de reacción no purificado.

El pH de la disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) se ajusta mediante la simple adición de una base orgánica o mineral volátil o no volátil, por ejemplo, mediante la adición de amoníaco (NH<sub>4</sub>OH) o de una amina, por ejemplo de una amina primaria o secundaria. Se hace uso preferiblemente de amoníaco acuoso y/o aminas primarias o secundarias. En una realización ventajosa, la amina es una poliamina que comprende preferiblemente de 2 a 5 grupos funcionales de amina primaria/secundaria, o un polímero aminado, tal como la polietilenimina.

La viscosidad de la disolución puede variar dentro de amplios límites. Depende no solo del grado de polimerización del oligómero de alcohol furfurílico sino también de otros parámetros, tales como la temperatura y la concentración de la disolución. La viscosidad de Brookfield de las disoluciones de resina de poli(alcohol furfurílico) se mide a 20 °C usando un viscosímetro Brookfield, después del ajuste del contenido de materia seca, mediante la adición de agua desionizada, al 40 % en peso. En estas condiciones, es preferiblemente de entre 1 y 1000 mPa.s, más preferiblemente entre 2 y 500 mPa.s, en particular entre 3 y 100 mPa.s.

Normalmente, las viscosidades por encima de unas pocas decenas de mPa.s son demasiado altas para hacer posible la aplicación de la disolución de poli(alcohol furfurílico) como tal a fibras orgánicas o minerales mediante pulverización, inmersión o recubrimiento. Por tanto, la disolución acuosa concentrada tiene que prediluirse, preferiblemente mediante la adición de agua, generalmente mediante la adición de 5 a 100 volúmenes de agua por volumen de disolución concentrada, sin que aparezca una turbidez (punto de enturbiamiento) que corresponde a una separación de fases.

La capacidad de diluirse, o “capacidad de dilución”, de una disolución concentrada de resina, se define como el volumen de agua desionizada que es posible añadir, a una temperatura dada, a un volumen unitario de la disolución acuosa de resina antes de la aparición de turbidez permanente. En general, se considera que una resina es capaz de usarse como encolado cuando su capacidad de dilución es igual o superior al 1000 %, a 20 °C.

La disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) presenta ventajosamente una capacidad de dilución superior al 1000 %, preferiblemente superior al 2000 %.

Otro objeto de la invención es un procedimiento para la fabricación de una disolución de poli(alcohol furfúrico) como se describió anteriormente, que comprende una etapa de autocondensación del alcohol furfúrico en la fase acuosa en presencia de un catalizador ácido, caracterizándose dicho procedimiento porque se añade una base al producto de la reacción de autocondensación para ajustar su pH a un valor superior a 7,0. La reacción de autocondensación se lleva a cabo preferiblemente hasta que el contenido de monómero de alcohol furfúrico libre sea inferior al 3,7 %, con respecto al peso total de los sólidos, en particular inferior al 1 %, ventajosamente inferior al 0,5 %, de hecho incluso inferior al 0,3 %, con respecto al peso total de los sólidos.

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la fabricación de un producto a base de fibras minerales u orgánicas que están unidas por un aglutinante orgánico, comprendiendo dicho procedimiento:

- (a) la preparación de una composición aglutinante que presente un pH comprendido entre un valor superior a 7,0 y 10,0, mediante la dilución con agua de una disolución acuosa de poli(alcohol furfúrico) que carece de formaldehído y tal como se describió anteriormente,
- (b) la aplicación de la composición aglutinante a fibras minerales u orgánicas,
- (c) antes o después de la etapa (b), la formación de un conjunto de fibras minerales u orgánicas,
- (d) calentar el conjunto de fibras minerales u orgánicas encoladas hasta el curado de la composición aglutinante.

La etapa (a) de preparación de la composición aglutinante preferiblemente no comprende la adición de un ácido a la disolución acuosa de poli (alcohol furfúrico). Esto se debe a que la empresa solicitante ha descubierto que, contrariamente a las ideas técnicas preconcebidas existentes, la policondensación de los oligómeros de alcohol furfúrico presentes en la composición aglutinante tiene lugar satisfactoriamente en el momento de la fase de curado, incluso en ausencia de catalizador ácido, es decir, a pH básico.

Esto se debe a que los productos basados en fibras y en un aglutinante de polifurano obtenidos a partir de una disolución de encolado básica presentan propiedades mecánicas que son muy similares, incluso idénticas, a las de los productos equivalentes obtenidos con una disolución de encolado ácida.

La etapa (a) puede comprender adicionalmente la adición de diferentes adyuvantes específicos para los usos previstos para el producto final.

En el campo de las lanas de vidrio o roca, los adyuvantes se eligen en particular entre agentes de acoplamiento (por ejemplo, (aminoalquil)alcoxisilanos o (epoxialquil)alcoxisilanos), agentes que previenen el polvo (aceites, en particular aceites minerales) y agentes hidrofobizantes (especialmente siliconas).

También pueden usarse colorantes, agentes suavizantes o acondicionadores, por ejemplo, tensioactivos, cargas solubles químicamente inertes y también aditivos sólidos particulados, tales como agentes opacificantes. El contenido total de adyuvantes y aditivos generalmente no supera del 20 % al 25 % en peso de la fracción sólida de la composición aglutinante.

La composición aglutinante diluida a partir de la disolución de poli(alcohol furfúrico) presenta ventajosamente un contenido de materia seca de entre el 2 % y el 20 % en peso, preferiblemente entre el 2,5 % y el 15 % en peso y, en particular, entre el 3 % y el 10 % en peso. Estos porcentajes abarcan los adyuvantes opcionales añadidos.

La disolución acuosa de poli(alcohol furfúrico) de la presente invención puede usarse para unir fibras orgánicas o minerales. Las fibras orgánicas pueden ser fibras naturales, artificiales (es decir, fibras naturales que se han sometido a una modificación química) o sintéticas.

Las fibras minerales se eligen entre fibras de vidrio o fibras de roca.

Las fibras se pueden ensamblar:

- en esteras flexibles, por ejemplo, esteras de lana de vidrio o lana de roca, que pueden enrollarse y pueden comprimirse,
- en tableros de fibras que son más densos y más rígidos que las esteras que pueden enrollarse,
- en productos moldeados a base de fibras, por ejemplo, revestimientos de conductos o tuberías,
- en textiles no tejidos, tales como esteras no tejidas de fibras de vidrio u orgánicas.

En una realización preferida del procedimiento de la invención, la aplicación de la composición aglutinante a fibras minerales u orgánicas (etapa (b)) se lleva a cabo mediante pulverización por medio de boquillas pulverizadoras.

5 Esta etapa (b) de aplicación de la composición aglutinante a las fibras minerales u orgánicas precede preferiblemente a la etapa (c) de ensamblaje de las fibras, es decir, la composición aglutinante diluida se aplica a las fibras, preferiblemente mediante pulverización, antes de juntar las fibras encoladas, por ejemplo en un molde o en un transportador, y posteriormente calentarlas para reticular y curar el aglutinante.

10 En una realización preferida del procedimiento según la invención, las fibras son fibras minerales y el conjunto de fibras minerales presenta, después de la etapa de curado (d), una pérdida por ignición (LOI) de entre el 1 % y el 20 %, preferiblemente entre el 1 % y el 7 %, en peso.

15 La etapa (d) comprende el calentamiento del conjunto de fibras a una temperatura preferiblemente de entre 120 y 250 °C durante un tiempo de calentamiento de entre 1 y 10 minutos, preferiblemente en una cámara regulada térmicamente, tal como un horno de secado con aire forzado, en el que se introducen gases calientes de temperatura controlada en uno o más compartimentos, un horno de secado por microondas o un molde de calentamiento que tiene circulación de fluido o resistencia al calentamiento.

### 20 Ejemplo 1

Se preparan tres disoluciones acuosas de poli(alcohol furfurílico) que tienen un contenido de materia seca del 30 % mediante dilución de resina BioRez™ (TransFurans Chemicals, Bélgica) y, a continuación, su pH se ajusta mediante la adición de amoníaco acuoso (NH<sub>4</sub>OH) a un valor de 4,9, 7,1 y 9,0, respectivamente.

25 Un rectángulo de 55 mm x 6 mm cortado de un filtro de microfibras de vidrio no aglutinadas (Whatman, referencia 1822-150) se impregna con aproximadamente 300 mg de cada una de estas disoluciones.

30 Estos rectángulos impregnados con disolución de resina se introducen en un dispositivo de análisis mecánico-térmico dinámico (DMTA) y la temperatura del portamuestras se aumenta gradualmente (4 °C/minuto), comenzando desde 25 °C, hasta 250 °C, midiendo continuamente el módulo de almacenamiento (E') en flexión de tres puntos (frecuencia de 1 Hz, deformación del 0,1 %).

35 La figura 1 muestra el cambio en el módulo de almacenamiento en función de la temperatura de cada una de las tres muestras (pH 4,9, pH 7,1, pH 9,0).

Puede observarse que la temperatura de reticulación es esencialmente la misma para las tres muestras, es decir, que una muestra según la invención que presenta un pH de 7,1 o 9,0 se reticula a la misma temperatura que una muestra comparativa a pH 4,9. Los módulos de almacenamiento de las dos muestras a pH 4,9 y 9,0 también son prácticamente idénticos.

40 Por otro lado, la estabilidad durante el almacenamiento a temperatura ambiental de estas tres disoluciones depende en gran medida del pH. A 25 °C, la viscosidad de la disolución a pH 4,9 se duplica en aproximadamente 21 días, mientras que la de la disolución a pH 7,1 aumenta solo un 7 % durante este tiempo y la de la disolución a pH 9,0 aumenta menos del 4 % en 21 días.

### 45 Ejemplo 2

50 Se preparan disoluciones acuosas de poli(alcohol furfurílico) que tienen un contenido de materia seca del 20 % mediante dilución de resina BioRez™ y, a continuación, su pH se ajusta mediante la adición de amoníaco acuoso (NH<sub>4</sub>OH), de hexametildiamina (HMDA) o de polietilenimina (PEI, Lupasol FG) hasta pH básico (véase la tabla 1).

55 La temperatura de comienzo de la reticulación se determina mediante un análisis mecánico-térmico dinámico (DMTA), que permite caracterizar el comportamiento viscoelástico de un material polimérico. Se recortan y superponen dos tiras de papel fabricado de microfibras de vidrio. Se depositan homogéneamente treinta miligramos de disolución acuosa con un contenido de materia seca del 20 % sobre las tiras, que luego se unen horizontalmente entre dos mordazas de un dispositivo RSAIII (Texas Instruments). Un componente oscilante provisto de un dispositivo para medir el esfuerzo en función de la deformación aplicada se dispone en la cara superior de la muestra. El dispositivo permite determinar el módulo de elasticidad E'. Se calienta la muestra hasta una temperatura que varía desde 20 hasta 250 °C a una velocidad de 4 °C/min. La curva de variación del módulo de elasticidad E' (en MPa) en función de la temperatura (en °C) se representa a partir de las mediciones, y el aspecto general de la curva se muestra en la figura 1.

Las curvas DMTA se modelan en tres segmentos de línea recta:

- 65 1) tangente a la curva antes del comienzo de la reacción,
- 2) pendiente de la línea recta durante el aumento del módulo durante la reacción,

3) tangente a la curva después del final del aumento del módulo.

La temperatura de comienzo de la reticulación (CST) es la temperatura en la intersección de las dos primeras líneas rectas.

La temperatura de comienzo de la reticulación para cada una de las muestras preparadas se muestra en la tabla 1 siguiente.

Tabla 1

Base añadida	pH	Temperatura de comienzo de la reticulación (DMTA, en °C)
Ninguna	4,6	119
NH <sub>4</sub> OH	7,1	121
NH <sub>4</sub> OH	8,8	125
HMDA	7,1	119
HMDA	9,0	122
PEI	7,1	116
PEI	9,0	112

Se observa que las temperaturas de comienzo de la reticulación no aumentan significativamente mediante la adición de base. De ese modo, el sistema conserva su reactividad en condiciones de calor, a la vez que se estabiliza a temperatura ambiental.

### Ejemplo 3

Se preparan disoluciones acuosas de poli(alcohol furfúrico) que tienen un contenido de materia seca del 20 % mediante dilución de resina BioRez™ y, a continuación, su pH se ajusta mediante la adición de amoníaco acuoso (NH<sub>4</sub>OH), de hexametildiamina (HMDA) o de polietilenimina (PEI, Lupasol FG) hasta pH básico (véase la tabla 2).

Se impregnan respectivamente dos series de materiales textiles de vidrio con estas composiciones aglutinantes acuosas y, a continuación, los materiales textiles se hacen pasar por un dispositivo de succión que permite eliminar el exceso de disolución. Se curan posteriormente los materiales textiles de vidrio impregnados en un horno de secado controlado termostáticamente a 220 °C. Después de cocer a 220 °C durante 120 y 150 segundos, una muestra se somete a una determinación de la resistencia a la tracción. Para ello, los tejidos se cortan en bandas (250 mm x 50 mm) y sus extremos se insertan en las mordazas de un dispositivo de ensayo de tracción.

La fuerza máxima (en Newton) medida en el momento del fallo se muestra en la tabla 2.

Tabla 2

	pH	Tiempo de cocción	Fuerza máxima en el momento del fallo (N)
Biorez	4,6	120 s	93,6
Biorez	4,6	150 s	93,5
Biorez + NH <sub>3</sub>	7,1	120 s	92,6
Biorez + NH <sub>3</sub>	7,1	150 s	91,9
Biorez + NH <sub>3</sub>	8,8	120 s	79,6
Biorez + NH <sub>3</sub>	8,8	150 s	85,2
Biorez + HMDA	7,1	120 s	84,2
Biorez + HMDA	7,1	150 s	85,6
Biorez + HMDA	9,0	120 s	80,7
Biorez + HMDA	9,0	150 s	81,3
Biorez + PEI	7,1	120 s	101,8
Biorez + PEI	7,1	150 s	94,7
Biorez + PEI	8,8	120 s	98,4
Biorez + PEI	8,8	150 s	100,6

Se ha descubierto que todas las muestras preparadas presentan resistencias a la tracción satisfactorias. Por tanto, la estabilización de las composiciones aglutinantes mediante la adición de una base hasta un pH básico no se refleja en un deterioro de las propiedades mecánicas de los productos terminados.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la fabricación de un producto a base de fibras minerales u orgánicas que están unidas por un aglutinante orgánico, comprendiendo dicho procedimiento:
- 5
- (a) la preparación de una composición aglutinante que presenta un pH comprendido entre un valor superior a 7,0 y 10,0, mediante dilución con agua de una disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) que carece de formaldehído y contiene desde el 40 % hasta el 85 % en peso de poli(alcohol furfurílico), desde el 15 % hasta el 60 % en peso de agua y menos del 1,5 % en peso de alcohol furfurílico, que presenta un pH comprendido entre un valor superior a 7,0 y 10,0, ajustándose el pH mediante la adición de amoníaco acuoso (NH<sub>4</sub>OH) o de una amina,
- 10
- (b) la aplicación de la composición aglutinante a fibras minerales u orgánicas,
- (c) antes o después de la etapa (b), la formación de un conjunto de fibras minerales u orgánicas,
- 15
- (d) calentar el conjunto de fibras minerales u orgánicas encoladas hasta el curado de la composición aglutinante.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la etapa (a) de preparación de la composición aglutinante comprende además la adición de adyuvantes elegidos preferiblemente entre agentes de acoplamiento, agentes que previenen el polvo o agentes hidrofobizantes.
- 20
3. El procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, caracterizado por que la etapa (a) no comprende la adición de un ácido a la disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico).
4. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la etapa (b) precede a la etapa (c).
- 25
5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el conjunto de fibras minerales u orgánicas es un textil tejido o no tejido, una estera de fibras, un tablero de fibras o un producto moldeado a base de fibras.
- 30
6. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la composición aglutinante presenta un contenido de materia seca de entre el 2 % y el 20 % en peso.
7. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que las fibras son fibras minerales y porque el conjunto de fibras minerales presenta, después de la etapa de curado (d), una pérdida por ignición (LOI) de entre el 1 % y el 20 %, preferiblemente entre el 1 % y el 7 %, en peso.
- 35
8. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la etapa (d) comprende el calentamiento del conjunto de fibras a una temperatura de entre 120 °C y 250 °C durante un tiempo de entre 1 minuto y 10 minutos, preferiblemente en una cámara regulada térmicamente.
- 40
9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el poli(alcohol furfurílico) y el agua juntos representan al menos el 95 % en peso de la disolución, preferiblemente al menos el 96 % en peso de la disolución, en particular al menos el 97 % en peso de la disolución e idealmente al menos el 98 % en peso de la disolución.
- 45
10. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) contiene desde el 50 % hasta el 80 % en peso, preferiblemente desde el 60 % hasta el 77 % en peso, de poli(alcohol furfurílico).
- 50
11. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el contenido de alcohol furfurílico es inferior al 1,0 % en peso, preferiblemente inferior al 0,5 % en peso, idealmente inferior al 0,2 % en peso.
- 55
12. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la disolución acuosa de poli(alcohol furfurílico) presenta un pH de entre 7,3 y 9,5, preferiblemente entre 7,4 y 9,0 e idealmente entre 7,5 y 8,5.
- 60

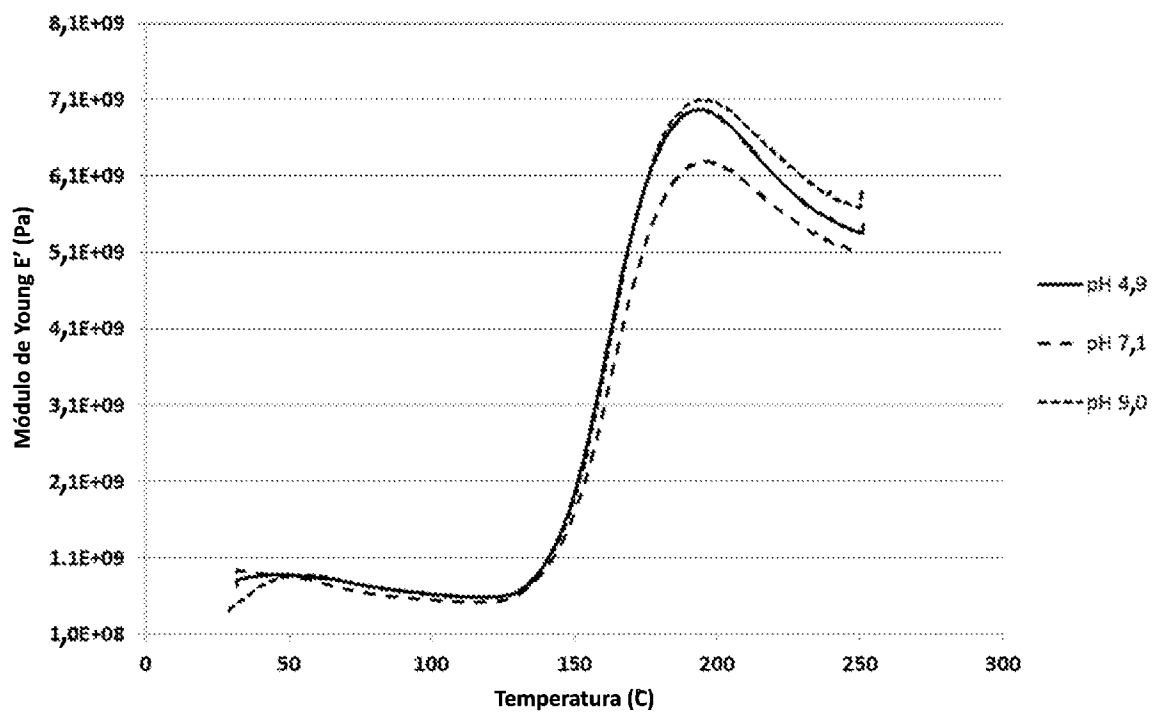


Figura 1