



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 158 624**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>: C03C 25/26  
C03C 25/34

⑫

TRADUCCION DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **98101836.9**  
⑧⑥ Fecha de presentación : **03.02.1998**  
⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **0 856 494**  
⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **05.08.1998**

⑤④ Título: **Agente de ligado para lana mineral y producto de lana mineral ligado con éste.**

③⑩ Prioridad: **03.02.1997 DE 197 03 940**  
**16.05.1997 DE 197 20 674**  
**04.09.1997 DE 197 38 771**

⑦③ Titular/es: **SAINT-GOBAIN ISOVER**  
**Les Miroirs, 18, rue d'Alsace**  
**92400 Courbevoie, FR**

④⑤ Fecha de la publicación de la mención BOPI:  
**01.09.2001**

⑦② Inventor/es: **Kummermehr, Hans y**  
**Bihy, Lothar**

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de patente:  
**01.09.2001**

⑦④ Agente: **Isern Jara, Jorge**

**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).

## DESCRIPCION

Agente de ligado para lana mineral y producto de lana mineral ligado con éste.

El presente invento se refiere a un agente de ligado para lana mineral de conformidad con la reivindicación 1 y a un producto de lana mineral ligado de conformidad con la reivindicación 13.

Para ligar lana mineral, en particular lana de roca y lana de vidrio, se conoce desde hace tiempo aplicar una resina de fenol-formaldehído a base de agente ligante sobre las fibras, de preferencia en el conducto de caída subsiguiente a la máquina de desfibrización.

Por tanto el agente ligante del arte anterior se rocía, de preferencia, sobre las fibras como una solución acuosa o una dispersión, respectivamente, con lo que la resina de fenol-formaldehído se polimeriza adicionalmente debido a temperaturas todavía relativamente altas de las fibras sobre la superficie de la fibra y une las fibras simples entre sí con el proceso de polimerización, en particular en puntos de cruce de las fibras, debido a que las fibras que se encuentran sobre otras en un punto de cruce son casi embebidas por gotas de resina solidificadas y por tanto, obstruyen o impiden el desplazamiento de las fibras simples de unas respecto a otras.

Como se sabe los productos de lana mineral se utilizan como una protección contra calor, frío, sonido o fuego y se clasifican, en la parte predominante, como no inflamables, de conformidad con DIN 4102. Para este fin el nivel de material orgánico - o sea combustible o quemable sin llama - precisa por tanto mantenerse a un mínimo.

Otro criterio junto con la no inflamabilidad es la resistencia de los productos de lana mineral al esfuerzo por fuego, que es de especial importancia para uso de estos productos como un elemento de protección de fuego.

Como se sabe la resistencia al fuego se define por el periodo de tiempo con el que, en una elevación particular de la temperatura en un lateral del elemento de protección de fuego, por ejemplo una puerta a prueba de fuego, el otro lateral del elemento de protección de fuego permanece por debajo de un límite de temperatura definido, por ejemplo 180°C. El tiempo de retención en minutos del elemento de protección de fuego hasta que alcanza la temperatura límite en el lateral frío resulta en la clase de resistencia de fuego, con lo que de conformidad con DIN 4102, parte 5, la clasificación por ejemplo de la clase T 30 de resistencia al fuego significa un tiempo de retención de 30 minutos, T60 un tiempo de retención de 60 minutos, etc.

En el pasado se utilizaron estructuras estratificadas para obtener altos niveles de protección de fuego, tal como, por ejemplo, en la DE-A 38 24 598, que utiliza como una capa de protección de fuego una mezcla de un hidróxido deshidratante, tal como hidróxido de aluminio, y agua vidrio o sol de sílice, que se dispone como capa conectiva entre dos cuerpos de lana mineral unida.

El modelo de utilidad alemán DE-U 295 07 498 describe una ilustración que extiende la anterior, que revela un elemento de protección de

fuego con una estructura de capas, que comprende una capa central de material inorgánico que libera agua con la influencia de la temperatura y permanece dimensionalmente estable y se dispone entre las capas externas de lana mineral unida como semiproducto.

La PE-A-748777, DE-A-1024727 y US-A-4073849 describe agentes de unión para fibras que comprende una resina termo-plástica y una resina fenólica.

La PE-A-668391 y PE-A-679418 describe agentes de unión para fibras de vidrio que comprenden una mezcla de polímero y un agente a prueba de llama.

Este arte anterior ha sido bien aprobado, pero naturalmente se requiere aumento del grosor de las capas para obtener niveles de resistencia de fuego satisfactorios.

En caso de omitirse las capas de protección de fuego citadas en el arte anterior se produce el riesgo de que la lana mineral del elemento de protección de fuego utilizado se sinterice a temperaturas de fuego posiblemente altas, con lo que el elemento de protección de fuego pierde su eficacia relativamente deprisa. Por otra parte, depende de la naturaleza de la lana mineral utilizada de que se produzcan temperaturas de sinterización de la lana mineral.

Por tanto es de gran interés especialmente una lana mineral que muestre una durabilidad biológica muy baja. El juicio de estas lanas minerales se define en las prescripciones del TRGS 905, que se ha publicado por el *Gundesministerium für Arbeit*. Estas fibras minerales pueden sinterizarse, por ejemplo, a temperaturas por encima de alrededor de 700°C.

Por consiguiente, constituye el objeto del presente invento tratar lana de punto de fusión inferior con medios simples de modo que, en particular comparado con lana mineral basáltica, sean producibles materiales aislantes y elementos de protección de fuego, respectivamente, cuya resistencia al fuego encuentren las exigencias de conformidad con DIN 4102, apartado 5.

El objeto anterior se resuelve con un agente ligante de conformidad con la reivindicación 1, así como con un producto de lana mineral de conformidad con la reivindicación 13.

Como sea que se incorpora en el agente ligante de conformidad con el invento por lo menos un homo- o copolímero termoplástico, que sea reticulable con resina fenólica, resina fenólica así como por lo menos un agente a prueba de llama se altos niveles de resistencia al fuego revelan que corresponde por lo menos a los que se obtienen con elementos de protección de fuego convencionales obtenidos de lana de basalto.

Sorprendentemente resulta evidente que, aún cuando se adicionan sustancias orgánicas, o sea homo- o copolímeros reticulables con resina fenólica, al agente ligante, con lo que un experto en el arte podría esperar un deterioro del comportamiento protector de fuego, con por ejemplo placas de lana mineral enlazadas con el agente ligante de conformidad con el invento que tiene un punto de fusión < 1000°C, por ejemplo una lana de vidrio o roca con  $KI \geq 40$  de conformidad con TRGS 905, resultan posibles temperaturas por encima

de 1000°C sin sinterizar o fundir las fibras como cabría esperar.

Actualmente el mecanismo no está todavía claro, pero no obstante parece, sin limitarse a ello, que productos de descomposición del termoplástico reticulado con la resina fenólica y agente a prueba de llama, llamado productos de cuarteado, reaccionan con las fibras a altas temperaturas por encima de 500°C, con lo que podría imaginarse que el carbono se incorpora en o se une a las fibras de modo que las fibras sufran una conversión química.

En caso de producirse placas de lana mineral que se unen con el agente ligante de conformidad con el invento, experimentos en serie para clasificar el tiempo de resistencia al fuego de conformidad con DIN 4102, apartado 5, revelan que se obtienen tiempos de retención sorprendentemente altos de hasta 90 minutos.

Es importante que se utiliza un homo- o copolímero termoplástico reticulable con resina fenólica que luego reticulan entre sí sobre las fibras todavía calientes rociándose sobre las fibras en el conducto de caída subsiguiente al aislamiento de fibras, de modo que se genere una resina mixta constituida por resina fenólica y polímero termoplástico.

Así pues, una mezcla constituida por homo- o copolímero termoplástico, reticulable con resina fenólica y la resina fenólica tiene también importancia de por sí, si bien no es parte del presente invento, debido a que un agente ligante de esta índole exhibe también resistencia a la temperatura aumentada sin agente a prueba de llama y, aparte de esto, resulta también en propiedades mejoradas de la lana mineral, debido a que se reduce la fragilidad del producto de lana mineral total y, por tanto, se proporciona una mejorada resistencia a la rotura de la fibra en los productos de lana mineral individuales.

Particularmente apropiados como homo- o copolímero termoplástico reticulable con una resina fenólica han resultado ser los expuestos en la reivindicación 2; aquí, en particular, son excelentemente apropiados para los fines del presente invento las resinas acrílicas, acetatos de polivinilo, poliuretanos, así como sus homo- y copolímeros, pero especialmente copolímeros a base de ésteres de ácido acrílico utilizando también acrilonitrilos.

Así pues, de conformidad con las reivindicaciones 3 y 4, pueden utilizarse como resinas fenólicas apropiadas para los fines del presente invento resinas fenólicas, o sea los productos de condensación de fenol-formaldehído conocidos convencionalmente, así como los productos de condensación de fenol-urea o productos de condensación de fenol-formaldehído-urea.

Los agentes a prueba de llama usuales conocidos en el arte anterior se utilizan de preferencia como agente a prueba de llama de conformidad con la reivindicación 5.

Estos han respondido muy bien en la práctica.

Además, pueden adicionarse aditivos de conformidad con la reivindicación 6, dependiendo de la aplicación prevista del producto de lana mineral que ha de producirse.

Aditivos particularmente efectivos para aumentar la resistencia a la temperatura de fibras

unidas, que están libre de sospecha de causar cáncer de conformidad con TRGS 905, por ejemplo  $\geq$  KI 40, han demostrado ser los llamados estabilizadores de fibras.

Los estabilizadores conocidos caolín y sol de sílice estabilizan las fibras de lana mineral e impiden el encogimiento en exceso a altas temperaturas, pero, sorprendentemente, en contexto con el presente invento, se ha encontrado que se proporciona una considerable estabilización aumentada de las fibras si se adiciona al agente ligante nanogel de óxido y/o polvo cerámico y de vidrio, respectivamente.

Debido a la interacción de las sustancias orgánicas contenidas en el agente ligante de conformidad con el presente invento, en particular los polímeros termoplásticos, las fibras de lana de roca, por ejemplo, cristalizan a temperaturas por encima de alrededor de 700°C. Las fibras mantienen esencialmente su forma, su superficie aparece algo áspera, y se presentan de por sí como cristalinidad en un microscopio de polimerización.

Esto podría ser una explicación mecánica por la que la lana mineral KI-40, que se une con un agente ligante conteniendo estabilizador, soporte temperaturas de hasta alrededor de 1000°C sin sinterizarse o aún fundirse.

Se ha demostrado que son particularmente ventajosos los estabilizadores que comprenden óxidos metálicos coloidales, especialmente nanogel y/o partículas de cerámica y/o vidrio de conformidad con las reivindicaciones 7 a 9, que se adicionan al agente ligante.

Un beneficio adicional de utilizar los estabilizadores de fibra de conformidad con las reivindicaciones 7 a 9 es que contra mayor es la proporción de estabilizadores menos agentes de prueba de llama se requieren para obtener la misma resistencia a la temperatura y resistencia al fuego de productos de lana mineral unida.

Una modalidad preferida del presente invento utiliza, por lo menos, 10% de resina fenólica de conformidad con la reivindicación 10, respecto a la masa seca del agente ligante.

Las subreivindicaciones 11 y 12 representan composiciones cuantitativas preferidas del agente ligante de conformidad con el presente invento.

Las subreivindicaciones 14 a 16 representan modalidades preferidas del producto de lana mineral del presente invento de conformidad con la reivindicación 13.

A continuación se exponen otros beneficios y características de la descripción de realizaciones del presente invento.

Ejemplo 1

Se mezclaron los componentes siguientes para la preparación de un agente ligante de conformidad con el presente invento:

165 partes de agua

50 partes de agente a prueba de llama de polifosfato amónico

60 partes de agente a prueba de llama de hidróxido de aluminio

60 partes de melamina como agente a prueba de llama y

60 partes de polivinil acetato.

El pH fue de alrededor de 7,4 y el contenido de sólidos de la mezcla de este compuesto llamado a prueba de llama fue de alrededor del 51 %.

Esta mezcla se combinó con el agente ligante como sigue:

100 partes de resina fenólica al 50 %

201 partes del compuesto a prueba de llama anterior

20 partes de sol de sílice al 40 %.

El agente ligante así obtenido de conformidad con el presente invento se diluyó todavía adicionalmente, de requerirse, y se roció sobre fibras de KI 40 en el conducto de caída en forma conocida, con lo que se obtuvo una concentración de alrededor de 0,1 % a 10 % de agente ligante en el producto de lana mineral, respecto a la masa de fibra.

En caso de procesarse fibras minerales unidas de esta índole para formar una placa de lana mineral y esta placa se probara en una prueba de resistencia al fuego de conformidad con DIN 4102, apartado 5, se obtendrían tiempos de retención de 60 a 90 minutos. Se encontró que utilizando el agente ligante de conformidad con el invento en la lana mineral de la modalidad ejemplificada antes se obtuvieron productos que soportaron 1000°C sin sinterizarse. Después de enfriamiento el producto de lana mineral meramente resultó de un color negruzco, lo que podría sugerir la importancia ya citada del carbón.

#### Ejemplo 2

Para la producción de un agente ligante adicional de conformidad con el presente invento se mezclaron en primer lugar los componentes siguientes para formar un compuesto a prueba de llama:

60 partes de agua

65 partes de agente a prueba de llama de amonio-polifosfato

50 partes de un copolímero a base de éster de ácido acrílico utilizando también acrilonitrilo como un polímero termo-plástico reticulable con resina fenólica, y luego se mezclaron

175 partes de dicho compuesto a prueba de llama con 50 partes de resina fenólica, de modo que se proporcionó un contenido de sólidos de alrededor del 40 %.

Después de esto se roció esta mezcla en forma conocida sobre las fibras KI 40 en el conducto de caída.

Placas de lana mineral para utilizarse como elementos de protección de fuego para puertas a prueba de fuego han mostrado tener, también

en la prueba de resistencia al fuego, un tiempo de retención de por lo menos 90 minutos según DIN 4102, apartado 5.

#### Ejemplo 3

Se produjeron dos dispersiones de agente ligante A y B, cuya composición cuantitativa se muestra en la Tabla 1.

TABLA 1

Componente	Agente ligante A	Agente ligante B
	%, basado en masa seca	%, basado en masa seca
Fosfato de amonio	26,8	16,8
Urea	12,8	7,7
Diciandiamida	6,9	5,7
Pentaeritritol	2,1	1,7
Polivinil acetato	22,9	22,9
Resina fenólica	28,5	28,5
Vidrio, tamaño del grano de alrededor de 5 $\mu\text{m}$		16,7

Si bien el agente ligante B (en comparación con A) tiene niveles reducidos de agentes a prueba de llama, fosfato amónico, urea, diciandiamida y pentaeritritol, placas de lana mineral unidas con éste, que han de utilizarse como elementos de protección de fuego en puertas a prueba de fuego, exhiben un tiempo de retención de por lo menos 90 minutos de conformidad con DIN 4102, apartado 5, en la prueba de resistencia al fuego.

El vidrio en el agente ligante B puede sustituirse por óxidos metálicos coloidales, llamados nanogeles de óxido metálico, por ejemplo  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BeO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{SiO}_2$  o  $\text{TiO}_2$ , estabilizados con acetato.

Puede utilizarse también otros contraiones a diferencia del acetato.

Utilizando el agente ligante, de conformidad con el invento, pueden procesarse, por primera vez, fibras minerales vítreas, por ejemplo fibras de KI 40, para elementos de protección de fuego, que pueden soportar temperaturas de mas de 1000°C sin ablandarse, sinterizarse o fundirse.

Así pues, estos productos son aptos para sustituir elementos de protección de fuego constituidos por lana de basalto convencional.

## REIVINDICACIONES

1. Un agente ligante para lana mineral, que contiene:

por lo menos un homo- o copolímero termoplástico reticulable con resina fenólica;

por lo menos una resina fenólica; y

por lo menos un agente a prueba de llama.

2. Un agente ligante, de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizado** porque los polímeros termoplásticos se eligen del grupo constituido por:

resinas acrílicas, polivinil acetatos, poliuretanos, así como sus homo- y copolímeros, en particular copolímeros a base de ésteres de ácido acrílico utilizando también acrilonitrilos.

3. Un agente ligante, de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque las resinas fenólicas son productos de condensación de fenol-formaldehído.

4. Un agente ligante, de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque las resinas fenólicas son productos de condensación de fenol-formaldehído-urea.

5. Un agente ligante, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque el agente a prueba de llama se elige del grupo constituido por:

hidróxidos, que son liberadores de agua a temperatura elevada, en particular hidróxido de aluminio, sustancias que son liberadoras de halógeno a temperatura aumentada, en particular parafinas halogenadas, sustancias excluidoras de oxígeno, fosfinas, fosfatos, en particular fosfatos amónicos, especialmente polifosfatos amónicos, ésteres de ácido fosfórico, óxidos de antimonio y/o sales de antimonio; melamina; y sus mezclas.

6. Un agente ligante, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** por contener aditivos que se eligen del grupo constituido por:

estabilizadores, en particular sol de sílice, arcillas, especialmente caolinitas, montmorillonitas, caolín y/o bentonita; agentes tixotrópicos, particularmente polisacáridos tal como almidón, almidón de patata, derivados polisacáridos tal como metil celulosa; dispersadores de pigmentos; y sus mezclas.

7. Un agente ligante, de conformidad con la reivindicación 6, **caracterizado** porque los estabilizadores se eligen del grupo constituido por:

óxidos, en particular óxidos coloidales, de aluminio, cerio, sílice, zinc, antimonio, estaño, itrio, zirconio, titanio, berilio, magnesio, boro, especialmente nanogeles de dichos óxidos metálicos, de preferencia nanogeles de óxido metálico estabilizados con acetato, así como polvos cerámicos, en particular polvo de vidrio, de preferencia polvo de vidrio con un diámetro de partícula medio entre alrededor de 1  $\mu\text{m}$  y 50  $\mu\text{m}$ , en particular comprendido entre alrededor de 5  $\mu\text{m}$  y 30  $\mu\text{m}$ , especialmente preferido alrededor de 5  $\mu\text{m}$  y sus mezclas.

8. Un agente ligante, de conformidad con la reivindicación 7, **caracterizado** porque los nanogeles de óxido metálico se eligen del grupo constituido por:

CeO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SnO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BeO, MgO, ZnO, SiO<sub>2</sub> o TiO<sub>2</sub>.

9. Un agente ligante, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, **caracterizado** porque el diámetro de partícula medio de los nanogeles es de alrededor de 1 nm a 150  $\mu\text{m}$ , en particular alrededor de 5 nm a 1  $\mu\text{m}$ , de preferencia alrededor de 5 nm a 200 nm, especialmente preferido de alrededor de 5 nm a 100 nm, particularmente preferido de alrededor de 5 nm a 50 nm, de preferencia alrededor de 5 nm a 20 nm, en particular preferido de alrededor de 5 nm a 10 nm.

10. Un agente ligante, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** por contener por lo menos alrededor de 10 % de resina fenólica, respecto a la masa seca del agente ligante.

11. Un agente ligante, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** por contener, respecto a su masa en seco:

alrededor de 2,5 a 70 % de polímero termoplástico,

alrededor de 10 a 95 % de resina fenólica, alrededor de 2,5 a 70 % de agente a prueba de llama, y

alrededor de 1 a 50 % de estabilizadores, particularmente nanogeles de óxido metálico y/o partículas de vidrio;

en particular

alrededor de 2,5 a 60 % de polímero termoplástico,

alrededor de 10 a 80 % de resina fenólica,

alrededor de 2,5 a 50 % de agente a prueba de llama, y

alrededor de 5 a 30 % de estabilizadores, particularmente nanogeles de óxido metálico y/o partículas de vidrio;

de preferencia

alrededor de 10 a 60 % de polímero termoplástico,

alrededor de 10 a 70 % de resina fenólica,

alrededor de 10 a 60 % de agente a prueba de llama, y

alrededor de 5 a 20 % de estabilizadores, particularmente nanogeles de óxido metálico y/o partículas de vidrio.

12. Un agente ligante, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque contiene respecto a su masa en seco:

alrededor del 25 %, de preferencia alrededor del 23 % de polímero termoplástico,

alrededor del 30 %, de preferencia alrededor del 29 % de resina fenólica, y

alrededor del 45 %, de preferencia alrededor del 48 % de agente a prueba de llama.

13. Un producto de lana mineral unida **caracterizado** por unirse con el agente ligante de conformidad con una de las reivindicaciones 1 a 12.

14. Un producto de lana mineral, de conformidad con la reivindicación 13, **caracterizado** porque comprende lana de roca o lana de vidrio, cumpliendo sus fibras con el criterio KI 40.

15. Un producto de lana mineral, de conformidad con la reivindicación 13 ó 14, **caracterizado**

porque se proporciona en forma de placa, estera o fieltro.

16. Un producto de lana mineral, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, **caracterizado** porque se proporciona como una placa de lana mineral KI 40 y que tiene un tiempo de resistencia al fuego de conformidad con DIN 4102, apartado 5, de por lo menos 60 minutos, de preferencia 90 minutos.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

---

**NOTA INFORMATIVA:** Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.

---