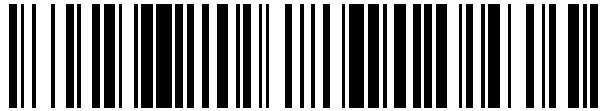


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 564 031**

51 Int. Cl.:

C08K 13/02

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.12.2013** **E 13199351 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.12.2015** **EP 2746329**

54 Título: **Composición de resina acuosa termoestable y empleo de la misma como aglutinante para lana mineral**

30 Prioridad:

21.12.2012 DE 102012224285

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

17.03.2016

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)
Les Miroirs 18 avenue d'Alsace
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**HÜNIG, HAGEN y
STRÄTKER, MONIKA**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 564 031 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).

DESCRIPCION

Composición de resina acuosa termoestable y empleo de la misma como aglutinante para lana mineral

5 La presente inversión se refiere a composiciones acuosas de resina, termoestables, de acuerdo con la reivindicación 1, al empleo de una composición de resina de acuerdo con la reivindicación 8 y la reivindicación 9, a un aglutinante para lana mineral de acuerdo con la reivindicación 10, y a un producto de lana mineral unido al mismo, de acuerdo con la reivindicación 11.

10 El empleo de ignífugos en los plásticos de empleo diario, de todas clases, durante un largo tiempo ha sido un método común con el fin de adaptar el sistema respectivo a las necesidades de una clasificación específica de protección contra el fuego. Varios métodos han demostrado ser eficientes. Los ignífugos de materiales polímeros están basados en dos principios básicos y/o una combinación de los mismos. Así, se añaden compuestos halogenados a materiales corrientes, como el poliestireno o el poliuretano, los cuales compuestos, al calentarlos
15 sufren una descomposición en halógeno o hidruro de halógeno, desplazando de esta manera el oxígeno del sistema. Además, se forma una capa con carbonos que adicionalmente protege el plástico del oxígeno. Una desventaja del método es que solamente un porcentaje específico de aquellos aditivos pueden ser empleados para no influenciar demasiado las propiedades del plástico. Además, muchos de estos compuestos típicamente muy estables son sospechosos de acumularse en las cadenas alimenticias. Por esta razón se ha efectuado un intenso trabajo en las
20 últimas décadas sobre compuestos de desarrollo que no presentan dichas propiedades adversas.

El empleo de fósforo en forma de compuestos químicos o en forma elemental como por ejemplo el fósforo rojo, resultó ser particularmente apropiado. El principio de dicho ignífugo se basa en la formación de óxidos de fósforo, es decir la eliminación del oxígeno en el lugar del fuego y formación de una capa de carbono fosfórico que protege el
25 material del oxígeno.

Un camino muy similar es el empleo de hidróxidos y carbonatos metálicos, respectivamente. El principio de la protección contra el fuego se basa en este caso en el agua de disociación o el dióxido de carbono y la formación de una capa de óxido metálico. El magnesio, el aluminio y los compuestos de zirconio han resultado ser particularmente
30 apropiados. El empleo de todos estos métodos es especialmente eficaz en el caso de piezas de plástico compacto. Una desventaja, particularmente de los dos últimos métodos, es las típicas grandes cantidades de material que deben emplearse, de manera que las propiedades del plástico resultan afectadas en gran manera.

De acuerdo con ZWEIFEL, H., Plastic Additives Handbook ("Manual de aditivos para plástico" de H. Zweifel) 5ª edición, editorial Carl Hanser, Munich 2001, 12.4, página 688, se emplean como ignífugos para plásticos termoestables, particularmente epóxidos, poliéster insaturado y poliuretanos, dos tipos diferentes de compuestos, a saber aquellos que por una parte reaccionan químicamente con un precursor de resina, y, por otra parte aquellos basados puramente en un aditivo que no forma parte de una reacción de polimerización del precursor de la resina.
35

40 En contraste a la industria del procesado de plásticos y a la fabricación de plásticos para la producción de artículos hechos de plástico, un aislante mineral, sin embargo, comprende algunas características particulares que hacen que el empleo de todos estos métodos, por otra parte muy efectivos, sean más difíciles o totalmente ineficaces. Así por ejemplo, debe tenerse en cuenta que el plástico aglutinante está extremadamente disperso en el material. Así por lo tanto, la superficie es muy grande mientras que el grueso de la capa es pequeño, lo cual hace que una eliminación
45 del oxígeno del material sea más o menos imposible y al mismo tiempo evita la formación de una capa barrera efectiva puesto que las capas del plástico aglutinante usualmente no son más gruesas que aproximadamente unos 15 micrómetros.

Además, el porcentaje de plástico empleado como aglutinante, es habitualmente sólo entre un 2 y un 10 % del total de la masa del aislante, pero en una gran extensión, las propiedades mecánicas y en particular la estabilidad del compuesto son producidas por el mismo.
50

Aunque los productos minerales aislantes con pérdidas normales de brillo de aproximadamente un 5 %, pasan sin problemas la prueba de acuerdo con la norma DIN EN ISO 1182 para la evaluación de su reacción frente el fuego, y, alcanzan la clasificación de A1 frente al fuego de acuerdo con la norma DIN 13501-1, son ciertamente no inflamables, unos pocos tests de fuego estandarizados, en particular pruebas de resistencia al fuego, por ejemplo, para conductos de ventilación de acuerdo con la norma DIN EN 1366-1, requieren adicionalmente que se mantenga una temperatura máxima en la cara oculta del fuego. Cuando se excede dicha temperatura se considera generalmente que es el tiempo máximo que el material resiste la incidencia de la llama; en ello no tiene ningún significado si el material aislante todavía existe.
55
60

En el caso de altos contenidos de aglutinante, la temperatura máxima respectiva de dichas pruebas de resistencia al fuego, se sobrepasa en un tiempo muy corto, debido a un pico de temperatura que resulta de la combustión del aglutinante. Dicho efecto puede observarse bien en el valor de un pico térmico al calentar el material de acuerdo con un escenario de fuego dado. Aunque dicho pico de temperatura puede ser reducido o incluso totalmente evitado
65

mediante la reducción del contenido de aglutinante, ello puede dar como resultado, un considerable debilitamiento de las propiedades mecánicas.

Si dicho efecto adverso de las propiedades mecánicas no puede ser aceptado, deben emplearse ignífugos. Sin embargo, deben emplearse correspondientes grandes cantidades de aditivos ignífugos, que generalmente exceden la capacidad de absorción del plástico por lo cual se obtiene como resultado un efecto adverso sobre las propiedades mecánicas del plástico para su acabado.

Este impacto sobre las propiedades mecánicas tiene un efecto particularmente drástico en el caso de pequeños porcentajes de plástico como por ejemplo, en un aglutinante para lana mineral en la cual el aditivo puede rápidamente ser de un 30 a un 40 % en masa en un sistema aglutinante.

Esto es igualmente cierto en el caso de los compuestos halogenados, o durante el curado del sistema aglutinante, en los compuestos de fósforo totalmente inertes. Los sistemas que no se incorporan al plástico tienen mucho menos impacto sobre la calidad del mismo, pero son liberados del material en el curso del tiempo por evaporación o elución. Además de la pérdida de ignífugo esto representa una fuente de emisión adicional. El empleo de compuestos halogenados conduce generalmente a un aumento en la cantidad de halógeno extraíble y de esta forma a un fallo en el AGI Q - 132 (estándar de calidad creado por el Arbeitsgemeinschaft Industriebau ("Asociación de la industria de la construcción industrial") y/o la norma DIN EN 13468 que fija una cantidad admisible de 15 mg/kg de halógeno para un aislamiento técnico.

El empleo de metales es igualmente difícil. Si estos metales están presentes como compuestos disueltos, su efecto se basa simplemente en la formación de una capa barrera en el caso de un fuego. Sin embargo, existe además un impacto incontrolado sobre la reactividad del sistema aglutinante en el proceso de fabricación durante el curado que puede asumir un grado tal que el aglutinante cura durante el pulverizado o ya no retícula más durante el flujo de gas caliente. Los contraiones ocasionan además que la resistencia en húmedo del plástico o sistema compuesto, disminuya abiertamente. En el caso de que se empleen compuestos insolubles como por ejemplo, los carbonatos o los hidróxidos, el resultado será que los compuestos se descomponen en el polímero fundido, conduciendo de esta forma a un fuerte impacto sobre las propiedades del plástico. La formación de sales produce sistemas que, aunque muy duros, no presentan ninguna resistencia en húmedo.

Por esta razón, la provisión de sistemas aglutinantes para aislantes minerales, quedó limitada simplemente a unos pocos empleos especiales sin una particular demanda de resistencia mecánica y resistencia al envejecimiento respectivamente, dado que en principio, tuvo que tomarse el compromiso de una baja pérdida de brillo o altas concentraciones de aditivos.

Aunque en los aditivos de protección es muy bien conocido que hasta un tanto por ciento específico, son incorporados en los plásticos mediante reacción, estos compuestos existen libremente después de alcanzar su capacidad de recepción en el caso de que hayan tenido que emplearse en exceso. De esta manera, el plástico aglutinante es sometido típicamente a un ablandamiento, o bien los compuestos pueden mostrarse mediante extracción con disolventes. Además, debe observarse que los aditivos ignífugos tienen una descomposición determinada, es decir, las temperaturas de curado están limitadas.

En la patente WO2007/060236 se describe un aglutinante para lana mineral.

En base a la técnica anterior descrita al principio, es por lo tanto un objetivo de la presente invención, el proporcionar un aglutinante para aglutinar la lana mineral que garantice un comportamiento ignífugo efectivo, de los productos aislantes sobre una base de lana mineral unida con un aglutinante, el cual sea compatible con los estándares correspondientes, mientras que al mismo tiempo, se mantengan las propiedades mecánicas del producto aislante.

Con respecto a la composición y al aglutinante, dicho objetivo se logra mediante las propiedades caracterizantes de las reivindicaciones 1 y 10.

En cuanto a su empleo, el objetivo indicado más arriba se logra mediante las materias objetivo de las reivindicaciones 8 y 9.

Dicho objetivo se logra también mediante un producto de lana mineral de acuerdo con la reivindicación 11.

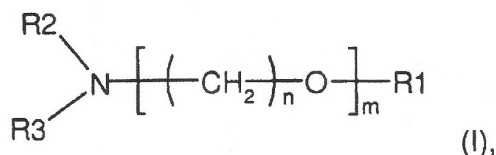
Para los fines de la presente invención, mediante el término "composición de resina" se entiende esencialmente una mezcla acuosa precursora que puede incluir monómeros, oligómeros y polímeros reactivos, los cuales bajo la influencia del calor en una atmósfera envolvente reaccionan con la resina real, es decir, un producto final altamente polimerizado que, en general, es sólido. En contraste con un producto de lana mineral sin aglutinante del mismo tipo, el producto final polimerizado, por ejemplo, imparte sus propiedades mecánicas a un producto de lana mineral aglutinado con el mismo.

Mediante el término "lana mineral" se entiende en la presente invención una acumulación solidificada de fibras estiradas en fibras de un mineral fundido, en el cual quedan incluidos todos los tipos de lana mineral artificial.

Así, el término "lana mineral" incluye también en particular la lana de roca, la lana de basalto, la lana de escoria y la lana de vidrio.

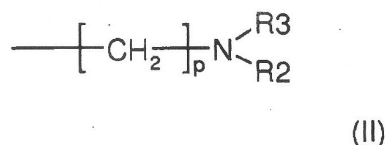
5 El problema explicado al principio puede resolverse básicamente si el aditivo de acuerdo con la presente invención forma parte del sistema aglutinante, mediante reacciones de reticulación, o bien es el mismo aglutinante. De acuerdo con la invención, una composición de resina acuosa termoestable ha demostrado que es particularmente ventajosa, incluyendo dicha composición de resina:

- 10 a) por lo menos un ácido carboxílico polímero termoestable seleccionado del grupo formado por los ácidos poliacrílicos con una masa molecular de 5.000 a 250.000 D; así como también los copolímeros de ácido maleico - ácido acrílico con una masa molecular de 5.000 a 250.000 D;
- 15 b) por lo menos una base amina orgánica, estando seleccionada dicha base amina del grupo formado por las alcanolaminas, especialmente la etanolamina; las alquil diaminas de 2 a 20 átomos de carbono lineales o ramificadas; así como también un compuesto de amina expresado por la fórmula general (I) de:



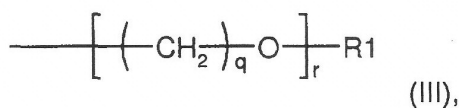
en donde:

- 20 n tiene un valor de 2 - 10 y m tiene un valor de 1 - 50;
R1 es igual a H, ó R1 corresponde a la fórmula general (II) de:



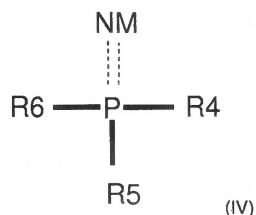
25 en donde p es un valor de 1 - 10;

R2 y R3 son iguales a H, independientemente entre sí, o corresponden a la fórmula general III:



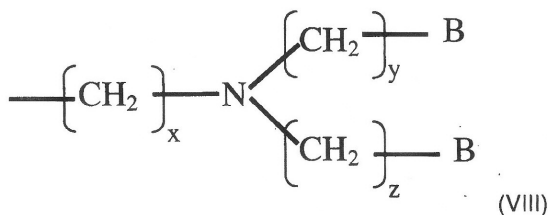
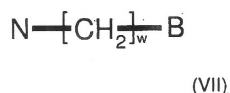
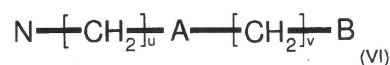
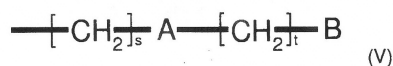
30 en donde q puede ser un valor de 2 - 10 y r puede ser un valor de 1 - 50; y la masa molecular del compuesto de amina no sobrepasa un valor aproximado de 20.000 D;

- 35 c) por lo menos un compuesto de fósforo que puede estar reticulado con el ácido carboxílico polimérico mediante un éster o un enlace amida, de acuerdo con la fórmula general IV:



en donde NM si es conveniente, puede ser O ó S;
R4 corresponde a la fórmula general de V, VI, VII, ó VIII:

40



A = O ó NH

en donde s, t, u, v, w, x, y y z son de 1 a 8, independientemente entre sí;

B = OH, NH₂ ó NHR₇ ó NR₇₂,

R₅, R₆ son alcoxilo de 1 a 8 átomos de carbono, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono, fenilo, oxifenilo, OH, NH₂, H ó R₄, independientemente entre sí;

R₇ = alquilo de 1 a 8 átomos de carbono ó hidroxialquilo de 1 a 8 átomos de carbono;

d) en donde la suma de la base amina y el compuesto de fósforo basado en 100 partes por masa de ácido carboxílico polimérico está dentro del margen de 30 - 100 partes por masa y en donde el ratio de la masa de la base amina y el compuesto de fósforo está dentro de un margen de 3 : 1 a 1 : 3;

y

e) por lo menos entre 0,5 y 20 partes por masa basado sobre el ácido carboxílico polimérico de una sal metálica seleccionada del grupo formado por las sales de aluminio, magnesio, y zirconio, en particular los carbonatos de aluminio, magnesio y zirconio Zr(CO₃)₂, ZrOCO₃, carbonato de zirconio alcalino, (NH₄)₂CO₃ * Zr (CO₃)₂; así como también las mezclas de los mismos.

Dicha composición de resina acuosa termoestable es adecuada como aglutinante para la lana mineral constituyendo por una parte un excelente ignífugo, mientras que por otra parte no tiene un impacto esencial sobre las propiedades mecánicas del producto de lana mineral producido con la misma.

La composición de resina de acuerdo con la invención, sin embargo es también adecuada como aditivo ignífugo para los llamados aglutinantes convencionales basados sobre el fenol formaldehído y el fenol formaldehído urea.

Una composición de resina preferida tiene un valor del pH entre 6,5 y 9,5 de preferencia entre 7,0 y 8, 5, y un valor particularmente preferido es aproximadamente 7,0.

Además, se prefiere que la composición de resina incluya una suma de base amina y compuesto de fósforo, basado sobre 100 partes de masa, de ácido carboxílico polimérico entre un margen de 40 - 90 partes de masa, 50 - 85 partes de masa, y de preferencia de 70 - 85 partes de masa.

La versión preferida de la presente invención es una composición de resina en la cual el ratio entre la masa de la base amina y el compuesto de fósforo está dentro del margen de aproximadamente 2 : 1 aproximadamente 1 : 2.

Como composición de resina preferida se emplea una en la cual se utiliza la hexametilendiamina (registro CAS nº 124-09-4) como base amina y el dietil bis(hidroxietyl) aminometilfosfonato (registro CAS nº 2781-11-5) se utiliza como compuesto de fósforo. Ambas sustancias son excelentemente apropiadas para la obtención del deseado efecto ignífugo sobre la llama y virtualmente no muestran ninguna influencia sobre las propiedades mecánicas. Además, se encuentran fácilmente en el comercio y son baratas.

Además puede preferirse, dentro del marco de otra versión de la composición de la resina de acuerdo con la invención, la adición por lo menos de un ácido carboxílico monómero adicional. Son particularmente adecuados los ácidos alcanocarboxílicos orgánicos inferiores, particularmente el ácido acético, así como también el ácido hidroxiacético, el ácido acrílico, el ácido cinámico, el ácido mandélico, o el ácido adípico. La adición de ácido

carboxílico, sin estar obligado a ello, tiene las ventajas de que la formación de reticulación de las sales metálicas empleadas, por ejemplo las sales de zirconio, con los otros componentes de la composición de resina está catalizada mediante una descomposición de los carbonato primarios, y que el metal en cuestión se estabiliza temporalmente en la solución mediante la formación de sales dobles.

Sin estar obligado al mecanismo discutido a continuación, pueden mantenerse posiblemente las siguientes reflexiones: como particularmente ventajoso, se ha demostrado experimentalmente que una composición de resina particularmente adecuada de acuerdo con la presente invención incluye un carbonato de zirconio, de aluminio o de magnesio y pequeñas cantidades de un ácido orgánico. Hablando con propiedad, es una cuestión de las sales dobles de los correspondientes metales, siendo el metal presumiblemente eficaz para que se activen los correspondientes enlaces para posteriores reacciones de condensación del sistema de resina.

Una particular ventaja de las composiciones de resina de la presente invención es que pueden mezclarse con aglutinantes típicamente empleados para aglutinar las fibras de vidrio y las fibras minerales que incluyen los aglutinantes de fenol formaldehído y de fenol formaldehído urea. Mediante esto, es posible que los aglutinantes convencionales puedan ser empleados en una línea de producto existente sin renunciar a la química de los aglutinantes mientras al mismo tiempo se mejora su comportamiento ignífugo.

Además, la composición de resina de acuerdo con la presente invención puede también emplearse como un aditivo para un aglutinante para la lana mineral o fibras de vidrio; además de los aglutinantes más recientes exentos de formaldehído, por ejemplo, los llamados aglutinantes verdes basados en materiales crudos renovables, dicho aglutinante puede también ser un sistema aglutinante fenol formaldehído convencional.

El ratio de mezcla del aglutinante y la composición de acuerdo con la presente invención no está sujeto en principio a ningún límite y puede cubrir todo el margen de ratios de mezclado posibles, es decir 100 : 0 por ciento hasta 0 : 100 por ciento. El ratio de mezclado específico depende de la demanda para el comportamiento a la protección contra el fuego y a las propiedades mecánicas. Lo que se prefiere es un ratio de mezcla del aglutinante y la composición de acuerdo con la invención, inferior a 1 : 1, siendo específicamente preferido un ratio de mezcla inferior al 1 : 2, y todavía más preferido es un ratio de mezcla inferior a 1 : 3.

Una particular ventaja de la composición de resina acuosa termoestable de acuerdo con la invención se basa en el hecho de que puede ser empleada directamente, es decir sin otros aditivos, como un aglutinante para la fabricación de lana mineral o lana de vidrio, puesto que está compuesto de componentes poliméricos que aseguran el aglutinado de las fibras sueltas de la masa fundida, de acuerdo con los procesos ya bien conocidos por una persona experta en la materia, en la superposición de los puntos de cruce de las fibras después del curado.

La presente invención se refiere también a un aglutinante para la lana mineral o la lana de vidrio. Dicho aglutinante incluye la composición de resina acuosa termoestable de acuerdo con la presente invención, o la propia composición de resina puede ser empleada como un aglutinante.

Finalmente, la presente invención se refiere también a un producto de lana mineral que está unida con un aglutinante de acuerdo con la presente invención.

Estos productos de lana mineral presentan excelentes propiedades mecánicas a la vez que poseen una alta resistencia al fuego.

Por supuesto, es bien conocido por una persona experta en la materia, que un aglutinante para lana mineral puede incluir, en base al empleo deseado, otros aditivos que son comunes en la técnica anterior. Estos aditivos pueden ser, por ejemplo, los silanos substituidos, como por ejemplo, los aril o alquil silanos, los aminoalquilsilanos, los aminoalcoxilsilanos, por ejemplo, el 3-aminopropiltrióxidosilano, los compuestos de carbonilo como por ejemplo la dihidroxiacetona, agentes hidrofóbicos, agentes de unión con el polvo, por ejemplo, basados en aceite mineral o aceite de silicona, auxiliares para taladrar agujeros, etc.

En este contexto, la presente invención, como se reivindica en las reivindicaciones, describe también por ejemplo, composiciones de acuerdo con la invención, que incluyen por lo menos uno o varios aditivos entre los arriba indicados. Lo mismo ocurre en el caso de los aglutinantes de acuerdo con la invención, las aplicaciones y un producto de lana mineral con la composición.

Otras ventajas y características de la presente invención, se encontrarán en la descripción de los ejemplos.

Ejemplos

Teniendo en cuenta el principio generalmente aplicable, los ejemplos indicados aquí, constituyen solamente una pequeña parte de los compuestos de posible aplicación y deben ser considerados como principio de demostración, pero no como restrictivos. Así, el fosfato 1 fácilmente accesible a partir del diglicol y el oxicluro de fósforo, es representativo de aditivos muy similares con una excelente eficacia como ya es conocido, por ejemplo bajo el

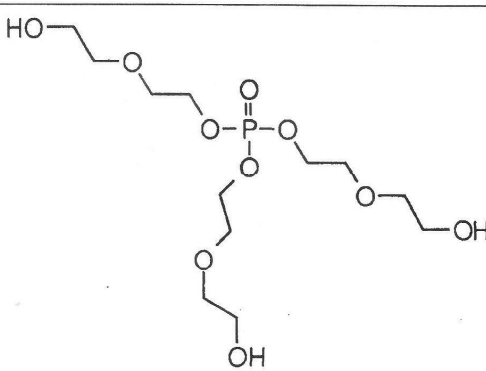
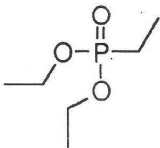
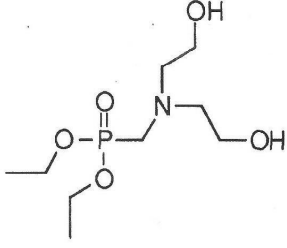
nombre comercial de OP550 de Clariant ó PLF140 de Thor. El fosfonato 2 por ejemplo, es conocido con el nombre comercial de PLF280 de Thor. En contraste con otros compuestos no tiene ningún substituyente correspondiente. Así, se incorpora en el plástico simplemente mediante una solución, y hay que demostrar como un ejemplo, que en el caso de dichas clases de compuestos hay que observar la capacidad de recepción de la matriz de plástico.

Si no se indica otra cosa, todas las indicaciones en % se refieren a % en masa.

La presente invención utiliza las siguientes abreviaturas:

- B : aditivo ignífugo
- BM : aglutinante
- M : sal metálica
- P : compuesto de fósforo
- PF : fenol formaldehído

Tabla 1. Compuestos de fósforo

Número	Estructura
P1	 <p>(C₁₂H₂₇PO₁₀ 458,306 g/mol)</p>
P2	 <p>(C₆H₁₅PO₃ 166,157 g/mol)</p>
P3	 <p>(C₉H₂₂NPO₅ 255,251 g/mol)</p>

empleados

Tabla 2: Aglutinantes PF empleados

Número	Composición
BM1	146 kg de resina PF catalizada con sodio con un 40 % de urea (contenido en sólidos de 46 %), 0,36 kg de 3-aminopropiltriétoxissilano, 0,34 kg de ácido hidroxiacético 70 %, 2 kg de etanolamina (5 %)
BM2	128 kg de resina PF catalizada con sodio modificada con resorcinol con un 51 % de contenido en sólidos, 0,73 de 3-aminopropiltriétoxissilano, 0,27 kg de dihidroxiacetona, 0,28 kg de ácido hidroxiacético 70 %, 1,3 kg de etanolamina (98,5 %)

Tabla 3: sales metálicas empleadas

Número	Sal
M1	Carbonato de zirconio

ES 2 564 031 T3

M2	Hidrato alcalino de carbonato de aluminio
M3	Carbonato ácido de magnesio

Examen para la reacción de incorporación en la matriz de plástico

Para el aglutinante de ensayo 1 con el compuesto de fósforo 1, el compuesto de fósforo 2 y un aditivo ignífugo 1 basado sobre el compuesto de fósforo 3 (composición: 27 kg de compuesto de fósforo 3, 0,72 kg de ácido hidroxiacético, 1,74 kg de sal metálica 1), añadiendo un 40 % de un aditivo para obtener al 100 % del aglutinante 1, se curó durante 2 horas a 150 °C. El plástico así obtenido se pulverizó y un gramo de cada uno de ellos se sumergió en 10 g de agua a 50 °C ó en 10 g de 2-propanol a 40 °C durante 18 horas, respectivamente.

Tabla 4

Cantidades empleadas de aglutinante 1 (contenido en sólidos de 55 %) con el correspondiente aditivo como 100 % de sustancia (exentos de agua)					
Mezcla	Masa de aglutinante 1 en g	Masa de aditivo en g	Cantidad de sustancia de aditivo en moles	Contenido teórico de fósforo por muestra en mg	Concentración de fósforo en moles/kg
BM1 + P1	50	11	24,0	743,4	0,62
BM1 + P2	50	11	66,2	2050,5	1,72
BM1 + B1	50	11	32,7	1217,3	1,02

Tabla 5. Concentración de fósforo después de la inmersión en agua durante la fase acuosa

Mezcla	Concentración de fósforo* en mg/kg de disolvente	Alteración respecto al contenido inicial en el plástico, en %
BM1 + P1	1632,3	85
BM1 + P2	n.n.	---
BM1 + B1	n.n.	---

* Determinación como fosfato y conversión en fósforo elemental

Tabla 6: Concentración del correspondiente compuesto de fósforo en 2-propanol. Determinación mediante GC-MS

Mezcla	Concentración del compuesto de fósforo en mg/kg de disolvente	Alteración con respecto al contenido inicial en el plástico, en %
BM1 + P1*	n.n.	---
BM1 + P2	25704	90
BM1 + B1	343	2

*Evidencia de que el extracto acuoso no es apropiado para la GC

Como se demuestra mediante las mediciones indicadas como ejemplo, las sustancias sin un modelo de sustitución adecuado están unidas en el plástico solamente en un grado muy bajo.

Ejemplos de procesado/ejemplos comparativos

Los aglutinantes PF mostrados en la tabla 2, fueron diluidos con agua hasta un contenido total en sólidos del 17%.

Tabla 7. Aglutinantes PF

Aglutinante	Composición para un aglutinante con un contenido en sólidos del 17%
BM1*	BM1; 250 kg de agua
BM2*	BM2; 269 kg de agua

Los correspondientes aglutinantes PF se mezclan con un ratio sólido de 71 (aglutinante) : 29 (aditivo ignífugo), es decir 27,2 kg del correspondiente aditivo ignífugo por 400 kg de aglutinante.

Tabla 8

Composición de los aditivos ignífugos con respecto a 400 kilos de aglutinante con un contenido en sólidos del 17%	
Aditivo ignífugo	Composición
B2	25 kg de compuesto de fósforo 3; 0,7 kg de ácido hidroxiacético (70%), 1,6 kg de sal metálica 1
B3	24,4 kg de compuesto de fósforo 3; 1,1 kg de ácido hidroxiacético (70%), 1,7 kg de sal metálica 2
B4	24,7 kg de compuesto de fósforo 3; 1,1 kg de ácido hidroxiacético (70%), 1,5 kg de sal metálica 3
B5	25,5 kg de compuesto de fósforo 3; 0,55 kg de ácido hidroxiacético (70%), 1,1 kg de sal metálica 1

En las composiciones de aglutinante de aglutinantes no-fenol formaldehído mostrados en la tabla 9, en la resina respectiva, se sustituyen 40 moles por ciento de hexametildiamina por el correspondiente aditivo.

Tabla 9. Aglutinantes no PF

Aglutinante	Composición
BM3	1, 000 kg de ácido poliacrílico (peso molecular de 10.000 g/mol 50%), 565,7 kg de hexametildiamina (70%), 10,1 kg de ácido adípico, 5 kg de 3-aminotrietoxisilano, 3,4 kg de dihidroxiacetona
BM4	1, 000 kg de ácido poliacrílico (peso molecular de 10.000 g/mol 50%), 565,7 kg de hexametildiamina (70%), 10,1 kg de ácido adípico, 5 kg de 3-aminotrietoxisilano, 3,4 kg de dihidroxiacetona, 15 kg de sal metálica 1
BM5	1, 000 kg de ácido poliacrílico (peso molecular de 10.000 g/mol 50%), 339 kg de hexametildiamina (70%), 8,3 kg de ácido adípico, 5 kg de 3-aminotrietoxisilano, 2,8 kg de dihidroxiacetona, 15 kg de sal metálica 1, 293 kg de compuesto de fósforo 3
BM6	1, 000 kg de ácido poliacrílico (peso molecular de 10.000 g/mol 50%), 339 kg de hexametildiamina (70%), 8,3 kg de ácido adípico, 5 kg de 3-aminotrietoxisilano, 2,8 kg de dihidroxiacetona, 12,6 kg de sal metálica 1, 293 kg de compuesto de fósforo 3
BM7	1, 000 kg de ácido poliacrílico (peso molecular de 10.000 g/mol 50%), 339 kg de hexametildiamina (70%), 8,3 kg de ácido adípico, 5 kg de 3-aminotrietoxisilano, 2,8 kg de dihidroxiacetona, 10,1 kg de sal metálica 3, 293 kg de compuesto de fósforo 3

5 En cada caso, el material se obtuvo con un peso volumétrico de 60 kg/m³, una fuerza de 60 mm, y una pérdida de brillo de un 2 % sin los correspondientes aditivos.

10 Tabla 10: Reacción al fuego en el ensayo de resistencia al fuego A60, de acuerdo con la norma DIN 4102/8, y una fuerza de compresión de un 10% de tensión, antes y después del autoclave, de acuerdo con la norma EN 826

	Aglutinante	Aditivo	Tiempo En min.	Fuerza de compresión kPa anterior al autoclave	Fuerza de compresión kPa después del autoclave
Comp. Ex	BM1*	---	20	4,7	2,4
Comp. Ex	BM1*	Compuesto de fósforo 1	70	4,4	0,4
Comp. Ex	BM1*	Compuesto de fósforo 2	73	3,9	2,8
Comp. Ex	BM1*	Aditivo ignífugo 2	70	5,3	4,0
Comp. Ex	BM1*	Aditivo ignífugo 3	68	5,1	2,8
Comp. Ex	BM1*	Aditivo ignífugo 4	69	4,7	2,2
Comp. Ex	BM1*	Aditivo ignífugo 5	63	4,5	2,8
Comp. Ex	BM2*	---	22	6,0	5,0
Comp. Ex	BM2*	Aditivo ignífugo 2	78	6,3	4,8
Comp. Ex	BM3	---	18	3,7	2,2
Comp. Ex	BM4	---	32	4,5	3,8
Versión	BM5	---	66	3,6	2,6
Versión	BM6	---	76	3,5	1,8
Versión	BM7	---	72	3,7	2,0

BM1* y BM2* con y sin aditivo, BM3 y BM4 son ejemplos comparativos (Comp. Ex), BM5, 5, 6 y 7 (sin aditivo) son versiones de acuerdo con la invención (versión)

15 Como puede deducirse fácilmente de la tabla 10, puede lograrse una alta resistencia mecánica, pero solamente una pequeña resistencia al fuego, empleando aglutinantes convencionales. En el caso de aglutinantes con una gran cantidad de aditivos, el valor de la resistencia al fuego es excelente lo cual acentúa la eficacia de los compuestos empleados, pero reduce la resistencia al envejecimiento.

La tabla 11 resume los resultados de los ensayos de varias mezclas de aglutinantes incluyendo la composición de resina de acuerdo con la presente invención, es decir, mezclas en las cuales la composición de resina de acuerdo con la presente invención ha sido añadida como aditivo al correspondiente aglutinante.

20

ES 2 564 031 T3

Tabla 11: Reacción al fuego en el ensayo de resistencia al fuego A60 de acuerdo con la norma DIN 4102/8 y fuerza de compresión al 10% de fuerza antes y después del autoclave, de acuerdo con la norma EN 826 para mezclas de aglutinante y composición de resina de acuerdo con la presente invención.

Aglutinante	Composición de la resina	Ratio de masa	Tiempo en min	Fuerza de compresión kPa antes del autoclave	Fuerza de compresión kPa Después del autoclave
BM1*	BM5	1:1	68	4,3	3,6
BM1*	BM5	2:1	59	4,4	3,3
BM1*	BM5	1:2	75	4,1	3,5
BM1*	BM6	1:1	69	4,2	3,7
BM1*	BM7	1:1	70	4,3	3,3
BM1*	BM7	5:1	35	4,7	3,2
BM1*	BM7	1:5	75	4,2	2,7
BM2*	BM5	1:1	67	5,9	4,9
BM2*	BM6	1:1	67	5,7	4,8
BM2*	BM7	1:1	67	5,2	4,9
BM3	BM5	1:1	68	4,2	2,8
BM3	BM5	2:1	59	4,4	3,2
BM3	BM5	3:1	55	4,6	3,1

5

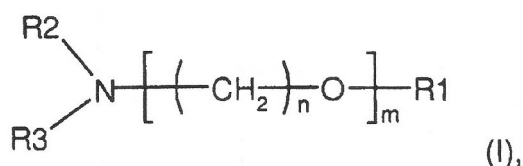
Las incompatibilidades del aglutinante y la composición de la resina no se determinaron.

REIVINDICACIONES

5 1. Composición de resina acuosa termoestable, la cual incluye:

a) por lo menos un ácido carboxílico polímero termoestable seleccionado del grupo formado por los ácidos poliacrílicos con una masa molecular de 5.000 a 250.000 D; así como también los copolímeros de ácido maleico - ácido acrílico con una masa molecular de 5.000 a 250.000 D;

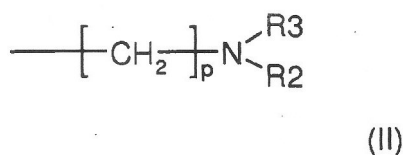
10 b) por lo menos una base amina orgánica, estando seleccionada dicha base amina entre el grupo formado por: alcanolaminas, especialmente la etanolamina; alquildiaminas lineales o ramificadas de 2 a 20 átomos de carbono; así como también un compuesto de amina expresado por la fórmula general (I) de:



15 en donde:

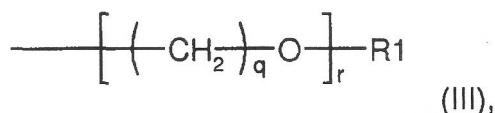
n tiene un valor de 2 - 10 y m tiene un valor de 1 - 50;

R1 es igual a H, ó R1 corresponde a la fórmula general (II) de:



20 en donde p tiene un valor de 1 - 10;

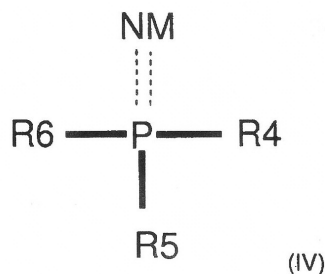
R2 y R3 son iguales a H, independientemente entre sí, o corresponden a la fórmula general III:



en donde q puede ser un valor de 2 - 10 y r puede ser un valor de 1 - 50; y

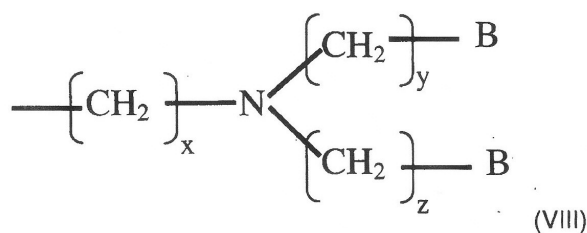
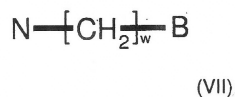
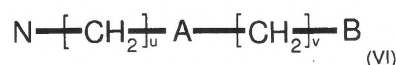
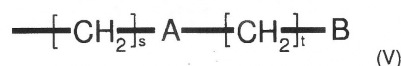
25 la masa molecular del compuesto de amina no sobrepasa un valor aproximado de 20.000 D;

a) por lo menos un compuesto de fósforo que puede estar reticulado con el ácido carboxílico polimérico mediante un éster o un enlace amida, de acuerdo con la fórmula general IV:



30 en donde NM según convenga, puede ser O ó S;

R4 corresponde a la fórmula general de V, VI, VII, VIII:



A = O ó NH;

en donde s, t, u, v, w, x, y, y z son 1 a 8, independientemente entre sí;

B = OH, NH₂ ó NHR₇ ó NR₇,₂,

R₅, R₆ son alcoxilo de 1 a 8 átomos de carbono, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono, fenilo, oxifenilo, OH, NH₂, H ó R₄;

R₇ = alquilo de 1 a 8 átomos de carbono o hidroxialquilo de 1 a 8 átomos de carbono;

10 d) en donde la suma de la base amina y el compuesto de fósforo basado en 100 partes por masa de ácido carboxílico polimérico está dentro del margen de 30 - 100 partes por masa y en donde el ratio entre la masa de la base amina y el compuesto de fósforo está dentro de un margen de 3 : 1 a 1 : 3;

y

15 e) por lo menos entre 0,5 y 20 partes por masa basada sobre el ácido carboxílico polimérico de una sal metálica seleccionada del grupo formado por las sales de aluminio, magnesio, y zirconio, en particular los carbonatos de aluminio, magnesio y zirconio Zr(CO₃)₂, ZrOCO₃, carbonato de zirconio alcalino, (NH₄)₂CO₃ * Zr (CO₃)₂; así como también mezclas de los mismos.

20 2. Composición de resina de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque tiene un valor del pH de 6,5 a 9,5, de preferencia de 7,0 a 8,5 y con particular preferencia, de aproximadamente 7,0.

3. Composición de resina de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque, la suma de la base amina y el compuesto de fósforo, basado en 100 partes por masa de ácido carboxílico polimérico está dentro del margen de 40 - 90 partes por masa, 50 - 85 partes por masa, y de preferencia 70 - 85 partes por masa.

25 4. Composición de resina de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, caracterizada porque, el ratio de masa entre la base amina y el compuesto de fósforo está dentro del margen de 2 : 1 a 1 : 2.

30 5. Composición de resina de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, caracterizada porque, como base amina se emplea la hexametildiamina (CAS nº 124-09-4) y como compuesto de fósforo se emplea el dietilbis(2-hidroxietyl)aminometilfosfonato (CAS nº 2781-11-5).

35 6. Composición de resina de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, caracterizada porque, incluye por lo menos un ácido carboxílico monómero adicional, particularmente el ácido acético, el ácido hidroxiacético, el ácido adípico, el ácido cinámico, el ácido mandélico o el ácido acrílico.

40 7. Composición de resina de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, caracterizada porque, puede ser mezclada con aglutinantes típicamente empleados para la unión de fibras de vidrio y fibras minerales, que incluyen los aglutinantes de fenol formaldehido y los aglutinantes de fenol formaldehido urea.

8. Empleo de una composición de resina de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque, se emplea como un aglutinante para lana mineral o fibras de vidrio.

45 9. Empleo de una composición de resina de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque, se emplea como aditivo para un aglutinante para lana mineral o fibras de vidrio.

ES 2 564 031 T3

10. Aglutinante para lana mineral y/o lana de vidrio, caracterizado porque incluye una composición de resina acuosa termoestable, de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 7.

5 11. Producto de lana mineral, caracterizado porque está aglutinado con un aglutinante de acuerdo con la reivindicación 10.