

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 313**

51 Int. Cl.:

C03C 3/091 (2006.01)

C03C 3/097 (2006.01)

C03C 13/06 (2006.01)

C03C 25/26 (2006.01)

C03C 25/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.01.2013 E 13704172 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016 EP 2804840**

54 Título: **Composición de encolado para fibras, en particular minerales, basadas en ácido húmico y/o fúlvico, y productos aislantes resultantes**

30 Prioridad:

17.01.2012 FR 1250463

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

05.09.2016

73 Titular/es:

SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)

18 Avenue d'Alsace

92400 Courbevoie, FR

72 Inventor/es:

DIDIER, BENOÎT

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 581 313 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

Composición de encolado para fibras, en particular minerales, basadas en ácido húmico y/o fúlvico, y productos aislantes resultantes

5 La presente invención se refiere al campo de los productos basados en fibras, en particular minerales, aglutinadas por un aglutinante exento de formaldehído.

Aunque la invención describe especialmente productos de aislamiento, térmicos y/o acústicos, en donde las fibras están en forma de lana mineral, en particular de vidrio o de roca, no excluye otros productos basados en fibras, en particular velos, mallas, fieltros y telas.

10 La invención tiene también como objeto una composición de encolado susceptible de reticularse para formar un aglutinante, que contiene al menos un ácido húmico y/o fúlvico, al menos un sacárido y al menos una sal de amonio de ácido inorgánico, el proceso de fabricación de productos basados en fibras y los productos resultantes, en particular aislantes térmicos y/o acústicos.

15 La fabricación de productos de aislamiento basados en lana mineral comprende generalmente una etapa de fabricación de la lana, que puede implementarse por diferentes procesos, por ejemplo según la técnica conocida de formación de fibras por centrifugación interna o externa.

20 La centrifugación interna consiste en introducir la masa fundida (en general de vidrio o de roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de pequeños orificios, proyectándose el material hacia la pared periférica del dispositivo por la acción de la fuerza centrífuga y escapando en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos se estiran y son arrastrados por una corriente gaseosa, que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, hacia un elemento receptor para formar una capa de fibras (o lana mineral).

25 La centrifugación externa consiste en verter la masa fundida en la superficie periférica externa de elementos rotativos denominados rotores, desde donde dicho material se eyecta por la acción de la fuerza centrífuga. Se proporcionan también medios de estirado por corriente gaseosa y de recogida sobre un elemento de recepción.

30 Para asegurar el ensamblaje de las fibras entre ellas y permitir que la capa tenga cohesión, se aplica sobre las fibras, sobre la trayectoria que lleva desde la salida del dispositivo centrífugo hasta el elemento receptor, una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible. La capa de fibras revestidas con el encolado se somete a un tratamiento térmico, a una temperatura generalmente superior a 100°C, con el fin de efectuar la policondensación de la resina y obtener así un producto de aislamiento térmico y/o acústico que tiene propiedades específicas, en particular una estabilidad dimensional, una resistencia a la tracción, una recuperación del espesor después de la compresión y un color homogéneo.

35 La composición de encolado que se va proyectar sobre la lana mineral generalmente está presente en forma de una disolución acuosa que incluye la resina termoendurecible y aditivos tales como un catalizador de reticulación de la resina, un promotor de la adherencia de silano, un aceite mineral anti-polvo, ... La composición de encolado, lo más frecuentemente, se aplica sobre las fibras por pulverización.

40 Las propiedades de la composición de encolado dependen en gran medida de las características de la resina. Desde el punto de vista de la aplicación, es necesario que la composición de encolado presente una buena capacidad de pulverización y pueda depositarse sobre la superficie de las fibras con el fin de aglutinarlas eficazmente.

La resina debe ser estable durante un lapso de tiempo dado antes de su uso para formar la composición de encolado, composición que generalmente se prepara en el momento de su empleo mezclando la resina y los aditivos mencionados anteriormente.

45 Conforme al plan regulador, es necesario que la resina se considere como no contaminante, es decir, que contiene - y que genera durante la etapa de encolado o posteriormente - la menor cantidad posible de compuestos que puedan dañar la salud humana o el medio ambiente.

50 Las resinas termoendurecibles usadas más comúnmente son las resinas fenólicas que pertenecen a la familia de los resoles. Aparte de su buena capacidad para reticularse en las condiciones térmicas citadas previamente, estas resinas son solubles en agua, poseen una buena afinidad por las fibras minerales, en particular de vidrio, y son relativamente baratas.

55 Estos resoles se obtienen por condensación de fenol y de formaldehído, en presencia de un catalizador básico, a una razón molar formaldehído/fenol superior a 1, de manera que se favorezca la reacción entre el fenol y el formaldehído y se disminuya la tasa de fenol residual en la resina. La reacción de condensación entre el fenol y el formaldehído se lleva a cabo mediante la limitación del grado de condensación de los monómeros, con el fin de evitar la formación de cadenas largas poco hidrosolubles que reduzcan la solubilidad. En consecuencia, la resina contiene una cierta proporción de monómero que

no ha reaccionado, en particular el formaldehído, cuya presencia no se desea por causa de sus efectos nocivos probados.

5 Por esta razón, las resinas basadas en resol generalmente se tratan con urea, que reacciona con el formaldehído libre capturándolo en forma de condensados urea-formaldehído no volátiles. La presencia de urea en la resina aporta, entre otros, una cierta ventaja económica debido a su bajo coste, ya que se puede introducir en una cantidad relativamente grande sin afectar a las calidades de empleo de la resina, en particular sin dañar las propiedades mecánicas del producto final, lo que reduciría significativamente el coste total de la resina.

10 Sin embargo, se ha observado que, en las condiciones de temperatura a las que se somete la capa para obtener la reticulación de la resina, los condensados urea-formaldehído no son estables; se descomponen volviendo a dar formaldehído y urea (a su vez, degradada al menos parcialmente en amoníaco) que se liberan en la atmósfera de la fábrica.

15 La reglamentación en materia de protección del medio ambiente cada vez más restrictiva, obliga a los fabricantes de productos de aislamiento a buscar soluciones que permitan bajar aún más los niveles de emisiones indeseables, en particular de formaldehído.

Se conocen soluciones de sustitución de los resoles en las composiciones de encolado.

Una primera disolución se basa en el empleo de un polímero de ácido carboxílico, en particular de ácido acrílico.

20 En el documento US 5 340 868, el encolado comprende un polímero policarboxílico, una β -hidroxilamida y un ácido carboxílico monomérico al menos trifuncional.

Se han propuesto otras composiciones de encolado que comprenden un polímero policarboxílico, un poliol y un catalizador, catalizador que puede ser un compuesto que contiene fósforo (documentos US 5 318 990, US 5 661 213, US 6331 350, US 2003/0008978), un fluoroborato (documento US 5 977 232) o bien una cianamida, una dicianamida o una cianoguanidina (documento US 5 932 689).

25 Las composiciones de encolado basadas en un polímero policarboxílico y un poliol pueden comprender, entre otros, un tensioactivo catiónico, anfótero o no iónico (documento US 2002/0188055), un agente de acoplamiento de tipo silano (documento US 2004/0002567) o una dextrina como co-aglutinante (documento US 2005/0215153).

30 Se han descrito también composiciones de encolado que comprenden una alcanolamina que incluye al menos dos agrupamientos hidroxilo y un polímero policarboxílico (documentos US 6 071 994, US 6 099 773, US 6 146 746) asociado a un copolímero (documento US 6 299 936).

Una segunda disolución de sustitución de los resoles se basa en la asociación de un sacárido y otro compuesto.

El otro compuesto puede ser un ácido policarboxílico.

35 En el documento US 5 895 804, se describe una composición adhesiva basada en polisacáridos termoreticulables que pueden utilizarse como encolado para la lana mineral. La composición contiene un polímero policarboxílico que tiene al menos dos grupos funcionales ácido carboxílico y un peso molecular al menos igual a 1.000, y un polisacárido que tiene un peso molecular al menos igual a 10.000.

40 En el documento WO 2009/080938, la composición de encolado comprende un monosacárido y/o un polisacárido y un ácido orgánico policarboxílico de masa molar inferior a 1.000.

45 Se conoce igualmente una composición de encolado acuosa sin formaldehído que comprende un producto de reacción de Maillard, en particular la combinación de un azúcar reductor, un ácido carboxílico y amoníaco (documento WO 2007/014236). En los documentos WO 2009/019232 y WO 2009/019235, se propone sustituir el ácido carboxílico por un precursor de ácido derivado de una sal inorgánica, en particular una sal de amonio que presenta la ventaja complementaria de poder reemplazar todo o parte del amoníaco.

El otro compuesto puede ser también un agente de reticulación polifuncional que está asociado con un azúcar hidrogenado (documento WO 2010/029266).

50 En el documento WO 2011/045531, el otro compuesto es una sal metálica de ácido inorgánico y el sacárido es un azúcar reductor.

Existe una necesidad de disponer de composiciones de encolado alternativas, sin formaldehído, que permitan fabricar productos de aislamiento acústico y/o térmico a partir de fibras minerales de cualquier naturaleza, en particular fibras de vidrio, que toleren difícilmente las composiciones de encolado de

carácter ácido debido a que causan una corrosión del vidrio.

La presente invención tiene como objetivo proponer una composición de encolado para fibras, en particular en forma de lana mineral, de vidrio o de roca, que solucione los inconvenientes citados previamente.

5 La composición de encolado conforme a la invención comprende:

- al menos un ácido húmico y/o un ácido fúlvico o una sal de estos ácidos,
- al menos un sacárido, y
- al menos una sal de amonio de ácido inorgánico.

10 Los ácidos húmicos y los ácidos fúlvicos son ácidos complejos que están contenidos en las sustancias húmicas en general, sean orgánicas tales como la turba o el compost, o mineraloides y minerales tales como la hulla y el lignito, en particular la leonardita.

15 Los ácidos húmicos y fúlvicos generalmente se extraen a partir de las sustancias húmicas citadas previamente, por un proceso que incluye un tratamiento mediante una base fuerte tal como la sosa o la potasa, que permite solubilizar los dos ácidos, seguido de un tratamiento de aplicación de un ácido fuerte que hace precipitar los ácidos húmicos y mantiene los ácidos fúlvicos en disolución en el ácido. Se describe un proceso de obtención de este tipo para estos ácidos, por ejemplo, en el documento WO 2009/065018.

20 Los ácidos húmicos y fúlvicos pueden obtenerse también a partir de una composición húmica artificial producida a partir de materiales ligno-celulósicos (madera, tallos y mazorcas de maíz, paja de cereales, ...) según un proceso de tratamiento mixto que incluye etapas térmicas y mecánicas (documento WO 2007/031625).

25 Los ácidos húmicos tienen una masa molar del orden de 300.000 g/mol, más elevada que la de los ácidos fúlvicos, que es del orden de 2.000 g/mol. Los ácidos húmicos y fúlvicos están compuestos de anillos aromáticos que llevan sustituyentes fenólicos y carboxílicos, así como funciones alcohol, aldehído y cetona. Debido a su longitud de cadena molecular y a sus numerosas funciones reactivas, estos ácidos son materias primas ventajosas como punto de partida de un sistema adhesivo a partir de recursos renovables.

30 Los ácidos húmicos y fúlvicos producidos comercialmente generalmente están en forma de sales de sodio, de potasio, eventualmente de amonio. Las sales de estos ácidos (humatos y fulvatos) son solubles en agua.

El sacárido conforme a la presente invención es un monosacárido o un oligosacárido.

35 Por "oligosacárido" se entiende todo tipo de sacárido, reductor o no reductor, que incluye como máximo 50 unidades de sacárido. Preferiblemente, el número de unidades de sacárido es como máximo igual a 20, ventajosamente como máximo igual a 10 con el fin de que la composición de encolado final presente una viscosidad no demasiado elevada que la permita ser aplicada correctamente sobre las fibras minerales.

40 El sacárido puede elegirse también entre monosacáridos tales como glucosa, galactosa y manosa, disacáridos tales como fructosa, lactosa, maltosa, isomaltosa, celobiosa, trehalosa, isotrehalosas, sacarosa e isosacarosas ("isosucroses" en inglés), trisacáridos tales como melecitosa, gentianosa, rafinosa, erlosa y umbeliferosa, tetrasacáridos tales como estaquiosa, y pentahalósidos tales como verbascosa. Se prefieren glucosa, sacarosa y fructosa.

El sacárido está presente en la composición de encolado en una proporción de 10 a 95 partes en peso por 100 partes en peso de la mezcla de ácido húmico y/o fúlvico o de sales de este(os) ácido(s), preferiblemente de 20 a 90 partes, y ventajosamente de 30 a 80 partes.

45 La sal de amonio de ácido inorgánico, por efecto del calor, deshidrata al menos parcialmente el sacárido que reacciona con el ácido húmico y/o fúlvico o sus sales para formar una red polimérica que constituye el aglutinante final. La red polimérica así formada permite establecer conexiones entre las fibras minerales, en particular al nivel de los puntos de unión de las fibras en la lana mineral, lo que confiere al producto final una cierta "elasticidad" apropiada para asegurar una buena recuperación del espesor después de desempaquetar el producto.

50 La sal de amonio de ácido inorgánico se elige entre sulfatos de amonio, en particular hidrogenosulfato de amonio NH_4HSO_4 y sulfato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, fosfatos de amonio, en particular fosfato monoamónico $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, fosfato diamónico $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ y fosfato de amonio $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$, nitratos de amonio y carbonatos de amonio, en particular bicarbonato de amonio NH_4HCO_3 y carbonato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

La sal de amonio de ácido inorgánico se elige preferiblemente entre sulfatos y fosfatos, ventajosamente sulfatos.

En la composición de encolado, la sal de amonio de ácido inorgánico representa de 1 a 30% en peso del peso total de la mezcla constituida por el ácido húmico y/o fúlvico o la(s) sal(es) de este(os) ácido(s) y el

5 sacárido, preferiblemente de 3 a 20%, ventajosamente de 3 a 16% y aún mejor de 5 a 15%.

De manera ventajosa, la composición de encolado comprende, entre otros, un agente plastificante, por ejemplo urea.

La cantidad de urea puede llegar hasta el 20% en peso del peso total de la mezcla constituida por el ácido húmico y/o fúlvico o la(s) sal(es) de este(os) ácido(s) y el sacárido.

10 La composición de encolado puede comprender, entre sus compuestos mencionados, los aditivos convencionales a continuación en las siguientes proporciones, calculadas en base a 100 partes en peso de la mezcla constituida por el ácido húmico y/o fúlvico o la(s) sal(es) de este(os) ácido(s) y el sacárido:

- de 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
- de 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente de 4 a 15 partes,
- 15 - de 0 a 20 partes de urea, preferiblemente de 0 a 10 partes,
- de 0 a 5 partes de una silicona,
- de 0 a 30 partes de un "diluyente".

El papel de los aditivos es conocido y se recuerda aquí brevemente: el silano es un agente de acoplamiento entre las fibras y el aglutinante, que desempeña igualmente el papel de agente anti-envejecimiento; los aceites son agentes anti-polvo e hidrófobos; la urea desempeña el papel de

20 plastificante y permite evitar la pregelificación de la composición de encolado; la silicona es un agente hidrófobo que tiene como función reducir la absorción de agua por el producto, en particular cuando se trata de un producto de aislamiento; el "diluyente" es una carga orgánica o inorgánica, soluble o dispersable en la composición de encolado que permite en particular disminuir el coste de la composición

25 de encolado.

La composición de encolado presenta un pH que varía según la naturaleza del ácido húmico y/o fúlvico o de las sales de este(os) ácido(s) y de la sal de amonio del ácido inorgánico utilizado, en general de 7 a 9.

La composición de encolado según la invención está destinada a ser aplicada sobre fibras, en particular minerales, para fabricar productos tales como velos, mallas, fieltros y todo tipo de productos aislantes

30 térmicos y/o acústicos basados en lana mineral, en particular de vidrio o de roca. Los productos que incorporan lana mineral son particularmente adecuados para la presente invención.

Las fibras que constituyen la lana de vidrio pueden estar constituidas de un vidrio, sea cual sea su naturaleza, en particular, un vidrio con contenido elevado de aluminio, en particular del orden de 15 a 30% en peso, que presenta una baja resistencia a la corrosión por los compuestos ácidos. Se describe un

35 vidrio de este tipo, por ejemplo, en el documento WO 00/17117, que comprende los constituyentes a continuación en las siguientes proporciones, expresadas en porcentaje en peso:

	SiO ₂	39-55%, preferiblemente 40-52%
	Al ₂ O ₃	16-27%, preferiblemente 16-25%
	CaO	3-35%, preferiblemente 10-25%
40	MgO	0-15%, preferiblemente 0-10%
	Na ₂ O	0-15%, preferiblemente 6-12%
	K ₂ O	0-15%, preferiblemente 3-12%
	R ₂ O (Na ₂ O + K ₂ O)	10-17%, preferiblemente 12-17%
	P ₂ O ₅	0-3%, preferiblemente 0-2%
45	Fe ₂ O ₃	0-15%,
	B ₂ O ₃	0-8%, preferiblemente 0-4%
	TiO ₂	0-3%,

estando comprendido el contenido de MgO entre 0 y 5% cuando el contenido de R₂O es inferior o igual a 13,0%.

Ventajosamente, el vidrio tiene la composición descrita en el documento WO 2005/033032 que comprende los constituyentes a continuación en las siguientes proporciones (en % en peso):

5	SiO ₂	39-44%, preferiblemente 40-43%
	Al ₂ O ₃	16-27%, preferiblemente 16-26%
	CaO	6-20%, preferiblemente 8-18%
	MgO	1-5%, preferiblemente 1-4,9%
	Na ₂ O	0-15%, preferiblemente 2-12%
10	K ₂ O	0-15%, preferiblemente 2-12%
	R ₂ O (Na ₂ O + K ₂ O)	10-14,7%, preferiblemente 10-13,5%
	P ₂ O ₅	0-3%, en particular 0-2%
	Fe ₂ O ₃	1,5-15%, en particular 3,2-8%
	B ₂ O ₃	0-2%, preferiblemente 0-1%
15	TiO ₂	0-2%, preferiblemente 0,4-1%.

Se describen otras composiciones de vidrio, con contenido elevado de aluminio, destinadas a la fabricación de fibras, en los documentos WO 99/57073, WO 99/56525 y WO 2006/103376.

Las composiciones útiles para la elaboración de fibras de roca, igualmente con contenido elevado de aluminio, se describen en particular en el documento WO 96/14274, que comprenden preferentemente los constituyentes a continuación en las siguientes proporciones, expresadas en porcentaje en peso:

20	SiO ₂	32-48%
	Al ₂ O ₃	10-30%
	CaO	10-30%
	MgO	2-20%
	FeO	2-15%,
25	Na ₂ O + K ₂ O	0-12%
	TiO ₂	0-6%
	Otros elementos	0-15%.

30 De forma clásica, la composición de encolado se aplica sobre las fibras minerales a la salida del dispositivo de formación de fibras y antes de su recogida sobre el elemento receptor en forma de una capa de fibras que a continuación se trata a una temperatura que permite la reticulación del encolado y la formación de un aglutinante infusible. La reticulación del encolado según la invención se realiza a una temperatura del orden de 100 a 200°C, generalmente a una temperatura comparable a la de una resina formofenólica clásica, en particular superior o igual a 110°C, preferiblemente inferior o igual a 170°C.

35 Los productos obtenidos por encolado de las fibras, en particular minerales, con ayuda de la composición de encolado citada previamente también constituyen un objeto de la presente invención.

Estos productos pueden ser velos (también denominados "no tejidos" o "sin tejer"), mallas, fieltros o tejidos revestidos o impregnados, en particular basados en fibras minerales tales como fibras de vidrio o de roca.

40 Los velos de fibras minerales encuentran uso, en particular, como revestimiento de la superficie de productos de aislamiento térmico y/o acústico basados en lana mineral o espuma.

Como ya se ha mencionado, los productos aislantes acústicos y/o térmicos compuestos de lana mineral son particularmente adecuados para la presente invención.

Estos productos de aislamiento térmico y/o acústico se presentan generalmente en forma de colchón,

fieltro, pannaguax, bloques, conchas u otras formas moldeadas basadas en lana mineral, de vidrio o de roca.

La invención tiene también como objeto un proceso de fabricación de un producto aislante térmico y/o acústico basado en lana mineral según el cual se fabrica la lana mineral, se aplica sobre dicha lana la composición de encolado según la invención y se trata dicha lana a una temperatura que permite la reticulación del encolado y la formación de un aglutinante infusible, por ejemplo en las condiciones térmicas descritas anteriormente.

La aplicación de la composición de encolado puede efectuarse por cualquier medio apropiado, por ejemplo por proyección, pulverización, atomización, inducción o impregnación, y preferentemente por pulverización.

Los siguientes ejemplos permiten ilustrar la invención sin limitarla de ninguna manera.

En estos ejemplos, se mide:

- la temperatura de inicio de la reticulación (T_R) por el método de Análisis Mecánico Dinámico (DMA) que permite caracterizar el comportamiento viscoelástico de un material polimérico. Se procede de la siguiente manera: se impregna una muestra de papel Whatmann con la composición de encolado (contenido de materias sólidas orgánicas del orden de 30%), después se fija horizontalmente entre dos mordazas. Se dispone un elemento oscilante provisto de un dispositivo de medición de la tensión en función de la deformación aplicada sobre la cara superior de la muestra. El dispositivo permite calcular el módulo de elasticidad E' . La muestra se calienta a una temperatura que varía de 20 a 250°C a una velocidad de 4°C/min. A partir de estas mediciones, se establece la curva de variación del módulo de elasticidad E' (en MPa) en función de la temperatura (en °C), dándose el aspecto general en la Figura 1. Se determina sobre la curva el valor de la temperatura, en °C, de inicio de la reticulación (T_R),
- la resistencia a la tracción según la norma ASTM C 686-71T en una muestra cortada por estampado en el producto aislante. La muestra tiene la forma de un toro de 122 mm de longitud, 46 mm de anchura, un radio de curvatura del corte del borde exterior igual a 38 mm y un radio de curvatura del corte del borde interior igual a 12,5 mm.

La muestra se dispone entre dos mandriles cilíndricos de una máquina de ensayo, de los cuales uno es móvil y se desplaza a velocidad constante. Se mide la fuerza de ruptura (en Newton) de la muestra y se calcula la resistencia a la tracción RT definida por la relación de la fuerza de ruptura F a la masa de la muestra (en N/g).

La resistencia a la tracción se mide después de la fabricación (resistencia a la tracción inicial) y después de un envejecimiento acelerado en un autoclave a una temperatura de 105°C al 100% de humedad relativa durante 15 minutos (RT15).

- la pérdida por combustión consiste en someter la muestra a una temperatura de 500°C hasta que la masa de la muestra no varía más. La pérdida por combustión (en%) se calcula según la fórmula: $100 \times (\text{masa inicial} - \text{masa después del tratamiento}) / \text{masa inicial}$.

EJEMPLOS 1 A 17

Se preparan composiciones de encolado que comprenden los constituyentes mostrados en la tabla 1, estando expresadas las cantidades como partes en peso.

Estas composiciones se preparan introduciendo los constituyentes en un recipiente que contiene agua con agitación hasta la disolución completa de los constituyentes.

Las composiciones de encolado presentan un contenido de materias sólidas (extracto seco) igual a 30%.

La temperatura de inicio de la reticulación (T_R) de los ejemplos 1 a 17 es como máximo igual a 167°C, temperatura que sigue siendo compatible con las condiciones de fabricación de productos de aislamiento térmico y/o acústico basados en lana mineral.

La temperatura de inicio de la reticulación es casi idéntica sea cual sea la naturaleza de la sal (K o Na) de ácido húmico utilizada (ejemplos 2, 3, 5, 6 y 8 comparados con los ejemplos 9, 10, 12, 13 y 15, respectivamente). Los ejemplos 16 y 17 que contienen una mezcla de ácido húmico y ácido fúlvico presentan una temperatura de inicio de la reticulación igualmente comparable a la de los ejemplos citados previamente.

Los ejemplos 2 y 9 que contienen sulfato de amonio se prefieren porque presentan una temperatura de inicio de la reticulación inferior a la de los ejemplos 3 y 10, que contienen fosfato diamónico.

EJEMPLOS 18 A 20

Estos ejemplos ilustran la fabricación de productos aislantes en una línea a escala industrial.

5 Se utilizan las composiciones de encolado que comprenden los constituyentes mostrados en la tabla 2, en cantidades expresadas en partes en peso, para formar productos basados en lana mineral que presentan una densidad nominal igual a $10,6 \text{ kg/m}^3$ y un espesor nominal igual a 144 mm. A modo de comparación, se utiliza igualmente una composición de encolado que contiene una pre-mezcla que incluye 80 partes en peso de una resina fenol-formaldehído-monoetanolamina (ejemplo 1 del documento WO 2008/043960) y 20 partes en peso de urea, y los aditivos mencionados en la tabla 2 (Referencia 1).

10 Se fabrica la lana de vidrio en una línea piloto por la técnica de centrifugación interna en la que la composición de vidrio fundido se transforma en fibras por medio de una herramienta denominada disco de centrifugación, que comprende un cestillo que forma una cámara de recepción de la composición fundida y una banda periférica perforada con una multitud de orificios: el disco se mueve en rotación alrededor de su eje de simetría dispuesto verticalmente, la composición se eyecta a través de los orificios por efecto de la fuerza centrífuga y el material que escapa por los orificios se estira en fibras con la ayuda de una corriente de gas de estirado.

15 De forma clásica, se dispone una corona de pulverización de encolado por debajo del disco de formación de fibras de manera que reparta regularmente la composición de encolado sobre la lana de vidrio que se acaba de formar.

20 La lana mineral encolada de esta manera se recoge sobre una cinta transportadora equipada con cajones de aspiración internos que retienen la lana mineral en forma de una capa a la superficie del transportador. La capa se pone en una estufa a 230°C durante 10 minutos.

El vidrio contiene los siguientes constituyentes, en las siguientes proporciones, expresadas en % en peso:

	SiO_2	65,40
	Al_2O_3	2,05
25	CaO	8,05
	MgO	2,55
	Na_2O	16,80
	K_2O	0,23
	B_2O_3	4,65
30	Otros (Fe_2O_3 , ZrO_2 , Cr_2O_3 , TiO_2 , MnO)	0,27

Las propiedades de los productos de aislamiento obtenidos se dan en la tabla 2.

EJEMPLOS 21 A 23

Se procede en las condiciones de los ejemplos 18 a 20, modificadas en tanto que se utilizan composiciones de encolado como las definidas en la tabla 3 y un vidrio de alto contenido de aluminio.

35 La composición de encolado utilizada a modo de comparación (Referencia 2) contiene una premezcla que incluye 60 partes en peso de una resina fenol-formaldehído (ejemplo 2 del documento WO 01/96254) y 40 partes en peso de urea, y los aditivos mencionados en la tabla 3.

El vidrio contiene los siguientes constituyentes, en las siguientes proporciones, expresadas en % en peso:

	SiO_2	41,50
40	Al_2O_3	23,30
	CaO	14,10
	MgO	2,00
	BaO	0,30
	SrO	0,38
45	Na_2O	5,50

ES 2 581 313 T3

	K ₂ O	5,40
	MnO	0,20
	Fe ₂ O ₃	5,35
	TiO ₂	0,70
5	P ₂ O ₅	0,80

Las propiedades de los productos de aislamiento obtenidos se dan en la tabla 3.

EJEMPLOS 24 y 25

Estos ejemplos ilustran la fabricación de productos aislantes en una línea industrial.

10 Se utilizan las composiciones de encolado que comprenden los constituyentes mostrados en la tabla 4, en cantidades expresadas en partes en peso, para formar productos basados en lana mineral. A modo de comparación, se utiliza igualmente una composición de encolado que contiene un pre-mezcla que incluye 80 partes en peso de una resina fenol-formaldehído-monoetanolamina (ejemplo 1 del documento WO 2008/043960) y 20 partes en peso de urea, y los aditivos mencionados en la tabla 4 (Referencia 1).

15 Se fabrica la lana de vidrio en una línea industrial de 2,4 m de longitud por la técnica de centrifugación interna utilizando un vidrio que tiene la composición dada en los ejemplos 18 a 20.

20 De forma clásica, la composición de vidrio fundido se transforma en fibras por medio de una herramienta denominada disco de centrifugación, que comprende un cestillo que forma una cámara de recepción de la composición fundida y una banda periférica perforada por una multitud de orificios: el disco se mueve en rotación alrededor de su eje de simetría dispuesto verticalmente, la composición se eyecta a través de los orificios por efecto de la fuerza centrífuga y el material que escapa por los orificios se estira en fibras con la ayuda de una corriente de gas de estirado.

Se dispone una corona de pulverización de encolado por debajo del disco de formación de fibras de forma que se reparta regularmente la composición de encolado sobre la lana de vidrio que se acaba de formar.

25 La lana mineral encolada de esta manera se recoge sobre una cinta transportadora equipada con cajones de aspiración internos que retienen la lana mineral en forma de un fieltro o de una capa en la superficie del transportador. El transportador circula a continuación dentro de una estufa mantenida a 250°C donde los constituyentes del encolado se polimerizan para formar un aglutinante. El producto obtenido posee una densidad nominal igual a 17,5 kg/m³ y un espesor nominal igual a 75 mm.

Las propiedades de los productos de aislamiento obtenidos se dan en la tabla 4.

30

35

40

45

Tabla 1

Ejemplo	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Composición de encolado																	
Humin®-P 775 ⁽¹⁾	40	40	40	50	40	20	80	20	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Humin®-S 775 ⁽²⁾	-	-	-	-	-	-	-	-	40	40	50	40	20	40	20	-	-
SH B Hydro Nectar ⁽³⁾	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	40	20
Glucosa	60	60	60	-	-	-	-	-	60	60	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	50	60	80	-	-	-	-	50	60	80	-	-	60	80
Fructosa	-	-	-	-	-	-	20	80	-	-	-	-	-	60	80	-	-
Sulfato de amonio	10	10	-	7,5	10	-	10	15	10	-	10	10	-	10	15	10	15
Fosfato diamónico	-	-	10	-	-	15	-	-	-	10	-	-	15	-	-	-	-
Urea	-	10	10	-	8	5	20	10	10	10	10	8	5	10	10	10	5
Propiedades																	
Temp. inicio retic. T _R (°C)	130	132	144	150	160	156	156	131	126	145	162	167	163	144	135	153	146
pH ⁽⁴⁾	8,2	8,2	8,4	8,4	8,6	8,3	8,4	7,3	8,7	8,7	9,0	8,6	8,6	8,0	7,6	8,5	8,3

⁽¹⁾ comercializado por la empresa Humintech; humato de potasio; polvo 100% hidrosoluble⁽²⁾ comercializado por la empresa Humintech; humato de sodio; gránulos 100% hidrosolubles⁽³⁾ comercializado por la empresa Boisvaloir; mezcla de ácido húmico (55% en peso) y de ácido fúlvico (45% en peso); líquido⁽⁴⁾ contenido de materia sólida: 30%

Tabla 2

Ejemplo	18	19	20	Ref. 1
Composición de encolado				
Humin®-P 775 ⁽¹⁾	40	-	-	-
Humin®-S 775 ⁽²⁾	-	40	20	-
Sacarosa	60	60	80	-
Sulfato de amonio	10	10	15	-
Urea	10	-	5	-
γ -aminopropiltriethoxisilano	1	1	1	0,5
aceite mineral	9	9	9	9
Propiedades del producto				
Resistencia a la tracción (N/g)				
- Inicial	1,2	1,1	1,3	3,1
- Después del envejecimiento (RT15)	1,3	1,2	1,5	2,9
Pérdida por combustión (%)	3,2	4,0	3,8	5,1
⁽¹⁾ comercializado por la empresa Humintech; humato de potasio; polvo 100% hidrosoluble				
⁽²⁾ comercializado por la empresa Humintech; humato de sodio; gránulos 100% hidrosolubles				

Tabla 3

Ejemplo	21	22	23	Ref. 2
Composición de encolado				
Humin®-S 775 ⁽²⁾	10	10	10	-
Sacarosa	90	-	-	-
Glucosa	-	90	-	-
Roclys® C 3072 S ⁽⁵⁾	-	-	90	-
Sulfato de amonio	14	14	14	-
Urea	2	2	2	-
γ -aminopropiltriethoxisilano	0,5	0,5	0,5	0,5
aceite mineral	9	9	9	9
Propiedades del producto				
Resistencia a la tracción (N/g)				
- Inicial	1,6	2,1	1,1	3,3
- Después del envejecimiento (RT15)	1,1	1,4	1,1	2,7
Pérdida por combustión (%)	4,5	3,7	5,0	4,5
⁽¹⁾ comercializado por la empresa Humintech; humato de potasio; polvo 100% hidrosoluble				
⁽²⁾ comercializado por la empresa Humintech; humato de sodio; gránulos 100% hidrosolubles				
⁽⁵⁾ comercializado por la empresa Roquette; dextrinas de almidón de maíz; dextrosa equivalente (DE): 30				

Tabla 4

Ejemplo	24	25	Ref. 1
Composición de encolado			
SHB 105 ⁽⁶⁾	22,7	11,6	-
Sacarosa	77,3	88,4	-
Sulfato de amonio	13,6	15,6	-
γ -aminopropiltietoxisilano	0,5	0,5	0,5
aceite mineral	9,5	9,5	9,5
Propiedades del producto			
Resistencia a la tracción (N/g)			
- Inicial	2,8	3,5	4,5
- Después del envejecimiento (RT15)	2,7	3,4	4,4
Pérdida por combustión (%)	4,4	5,0	4,4
⁽⁶⁾ comercializado por la empresa Boisvaloir; mezcla de ácido húmico (55% en peso) y de ácido fúlvico (45% en peso); líquido			

REIVINDICACIONES

1. Composición de encolado exenta de formaldehído, para fibras, concretamente en forma de lana mineral, en particular de vidrio o de roca, caracterizada por que comprende
 - al menos un ácido húmico y/o un ácido fúlvico o una sal de estos ácidos,
- 5
 - al menos un sacárido, y
 - al menos una sal de amonio de ácido inorgánico.
2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que el ácido húmico y/o fúlvico está en forma de una sal de potasio, de sodio o de amonio, preferiblemente de potasio o de sodio.
3. Composición según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que el sacárido es un monosacárido o un oligosacárido que incluye como máximo 50 unidades de sacárido, preferiblemente como máximo 20 y ventajosamente como máximo 10.
- 10
4. Composición según la reivindicación 3, caracterizada por que el sacárido se elige entre monosacáridos tales como glucosa, galactosa y manosa, disacáridos tales como fructosa, lactosa, maltosa, isomaltosa, celobiosa, trehalosa, isotrehalosas, sacarosa e isosacarosas, trisacáridos tales como melecitosa, gentianosa, rafinosa, erlosa y umbelífera, tetrasacáridos tales como estaquiosa, y pentahalósidos tales como verbascosa.
- 15
5. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que el sacárido está presente en una proporción de 10 a 95 partes en peso por 100 partes en peso de la mezcla de ácido húmico y/o fúlvico o de sales de este(os) ácido(s), preferiblemente de 20 a 90 partes, y ventajosamente de 30 a 80.
- 20
6. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que la sal de amonio de ácido inorgánico es un sulfato de amonio, un fosfato de amonio, un nitrato de amonio o un carbonato de amonio, preferiblemente un sulfato o un fosfato de amonio.
7. Composición según la reivindicación 6, caracterizada por que la sal de amonio de ácido inorgánico es un sulfato de amonio.
- 25
8. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada por que la sal de amonio de ácido inorgánico representa de 1 a 30% en peso del peso total de la mezcla constituida por el ácido húmico y/o fúlvico o la(s) sal(es) de este(os) ácido(s) y el sacárido, preferiblemente de 3 a 20%, ventajosamente de 3 a 16% y aún mejor de 5 a 15%.
- 30
9. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada por que comprende además los aditivos a continuación en las siguientes proporciones, calculadas en base a 100 partes en peso de la mezcla constituida por el ácido húmico y/o fúlvico o la(s) sal(es) de este(os) ácido(s) y el sacárido:
 - de 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
 - de 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente de 4 a 15 partes,
 - de 0 a 20 partes de urea, preferiblemente de 0 a 10 partes,
- 35
 - de 0 a 5 partes de una silicona,
 - de 0 a 30 partes de un "diluyente".
10. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizada por que presenta un pH que varía de 7 a 9.
- 40
11. Producto basado en fibras, concretamente minerales, en particular de vidrio o de roca, encoladas con ayuda de la composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 10.
12. Producto según la reivindicación 11, caracterizado por que se trata de un producto de aislamiento térmico y/o acústico, cuyas fibras están en forma de lana mineral, en particular de vidrio o de roca.
13. Producto según la reivindicación 12, caracterizado por que las fibras están constituidas por un vidrio que comprende los constituyentes a continuación en las siguientes proporciones, expresadas en porcentaje en peso:
- 45

SiO ₂	39-55%, preferiblemente 40-52%
Al ₂ O ₃	16-27%, preferiblemente 16-25%
CaO	3-35%, preferiblemente 10-25%

	MgO	0-15%, preferiblemente 0-10%
	Na ₂ O	0-15%, preferiblemente 6-12%
	K ₂ O	0-15%, preferiblemente 3-12%
	R ₂ O (Na ₂ O + K ₂ O)	10-17%, preferiblemente 12-17%
5	P ₂ O ₅	0-3%, preferiblemente 0-2%
	Fe ₂ O ₃	0-15%,
	B ₂ O ₃	0-8%, preferiblemente 0-4%
	TiO ₂	0-3%,
10	estando comprendido el contenido de MgO entre 0 y 5% cuando el contenido de R ₂ O es inferior o igual a 13,0%.	
	14. Producto según la reivindicación 13, caracterizado por que el vidrio comprende los constituyentes a continuación en las siguientes proporciones (en % en peso):	
	SiO ₂	39-44%, preferiblemente 40-43%
	Al ₂ O ₃	16-27%, preferiblemente 16-26%
15	CaO	6-20%, preferiblemente 8-18%
	MgO	1-5%, preferiblemente 1-4,9%
	Na ₂ O	0-15%, preferiblemente 2-12%
	K ₂ O	0-15%, preferiblemente 2-12%
	R ₂ O (Na ₂ O + K ₂ O)	10-14,7%, preferiblemente 10-13,5%
20	P ₂ O ₅	0-3%, en particular 0-2%
	Fe ₂ O ₃	1,5-15%, en particular 3,2-8%
	B ₂ O ₃	0-2%, preferiblemente 0-1%
	TiO ₂	0-2%, preferiblemente 0,4-1%.
25	15. Proceso de fabricación de un producto aislante acústico y/o térmico según una de las reivindicaciones 12 a 14, según el cual se fabrica la lana mineral, se aplica sobre dicha lana una composición de encolado y se trata dicha lana a una temperatura que permite la reticulación del encolado y la formación un aglutinante infusible, caracterizado por que se utiliza la composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 10.	
30		

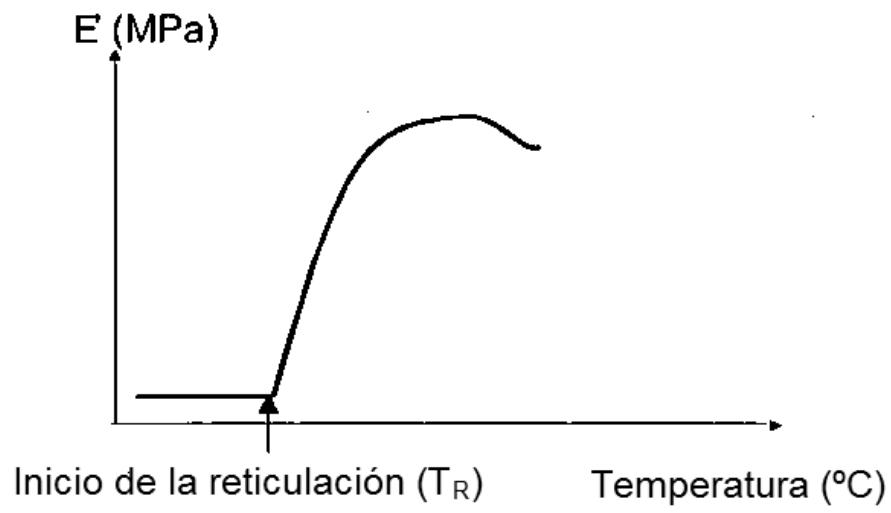


Fig. 1