

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 618 293**

51 Int. Cl.:

C09D 5/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.06.2012 PCT/IT2012/000166**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.12.2013 WO13179323**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.06.2012 E 12735649 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.09.2016 EP 2855601**

54 Título: **Composición de unión libre de formaldehído, para fibras minerales**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.06.2017

73 Titular/es:
STM TECHNOLOGIES S.R.L. (100.0%)
Via Monte Rosa 93
20149 Milano, IT

72 Inventor/es:
LA GRECA, MARCO y
MASSINI, ROBERTO

74 Agente/Representante:
ARIAS SANZ, Juan

ES 2 618 293 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 unión libre de formaldehído, para fibras minerales

- 5 La presente invención se refiere en términos generales a una composición acuosa de unión libre de formaldehído (aglutinante) para fibras minerales, que comprende sulfamato de amonio y al menos un monosacárido.

Técnica anterior

- 10 Los materiales de fibras minerales, tales como lana de roca o lana de vidrio, ampliamente usados como materiales aislantes de calor y sonido, por ejemplo en la construcción civil e industrial, se conocen en la técnica. Dichos materiales se forman por medio de fibras minerales unidas juntas por medio de composiciones de unión (aglutinantes), normalmente acuosas, que comprenden un agente de polimerización/reticulación, y son termoestables y capaces de unir firmemente las fibras por medio de tratamientos termo-mecánicos de alta temperatura. En este sentido, el proceso de preparación de estos materiales minerales fibrosos generalmente comprende una primera etapa en la que se forman las denominadas fibras minerales "libres" (es decir, no unidas), seguido de una etapa de impregnación caliente de dichas fibras libres con composiciones de unión que, como resultado del contacto y las temperaturas elevadas, polimerizan, uniendo de este modo de manera firme las fibras juntas y formando el material fibroso final.

- 20 Diversas composiciones acuosas de unión que se pueden usar para esta finalidad se conocen en la técnica; estas contienen compuestos capaces de polimerizar a través de una reacción de Maillard (para una referencia genérica sobre la reacción de Maillard véase, por ejemplo, GP Ellis et al., *Advances in Carbohydrate Chem*, 1959, pp. 63-134), tal como azúcares y proteínas, o ácidos poli- o monocarboxílicos y una fuente de amoníaco, y además comprenden diferentes tipos de agentes poliméricos/reticulación.

- 25 El documento WO 2000996532 divulga una composición de unión para fibras de naturaleza variable, que comprende un monosacárido y una sal de amonio de un ácido monocarboxílico, caracterizado por que está libre de formaldehído.

- 30 El documento US 530062 divulga una composición de unión (aglutinante), útil para preparar un material fibroso de vidrio, que comprende una resina fenólica en presencia de formaldehído y urea. No obstante, el uso de dicha resina fenólica tiene una desventaja, que es la posible liberación, a partir del material fibroso final, de formaldehído, que se sabe que es una sustancia altamente tóxica y nociva para la salud. Una alternativa a las resinas fenólicas está representada por las denominadas resinas acrílicas, que comprenden un componente polimérico basado en acrílico en lugar del componente fenólico y son sustancialmente libres de formaldehído. No obstante, dichas composiciones tienen costes de producción elevados y resultan desventajosas desde el punto de vista industrial.

- 35 El documento US 8114210 divulga una solución acuosa útil como aglutinante para material fibroso, que comprende un azúcar reductor, una sal de amonio inorgánica (sulfato de amonio) como agente de polimerización/reticulación, y, opcionalmente, un ácido carboxílico.

- 40 Los solicitantes han descubierto ahora, de forma sorprendente, una composición acuosa de unión libre de formaldehído (aglutinante), que es útil para la preparación de un material mineral fibroso y comprenden, como agente de polimerización/reticulación, una sal orgánica seleccionada entre: sulfamato de amonio o un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, que hace posible solucionar los problemas de la técnica anterior y garantiza ventajas adicionales como se describe con detalle a continuación.

Sumario de la invención

- 50 En un primer aspecto, la presente invención se refiere a una composición acuosa de unión libre de formaldehído (aglutinante) que comprende:

- 55 al menos un monosacárido, sulfamato de amonio o un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo en un porcentaje en peso, comprendido entre un 1 % y un 10 %, hidróxido de amonio (NH₄OH) y/o una sal de amonio orgánica.

- 60 En un aspecto adicional, la invención se refiere al uso de una composición acuosa de unión que comprende:

- 65 al menos un monosacárido, sulfamato de amonio o sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, hidróxido de amonio, y/o una sal de amonio orgánica o inorgánica, en la preparación de material mineral fibroso, tal como, por ejemplo, lana de roca y lana mineral.

En un aspecto adicional, la invención se refiere a un material mineral fibroso obtenido por medio de un proceso que comprende la polimerización de la composición de unión acuosa de la invención.

Descripción detallada

5 "Composición acuosa de unión" significa una solución acuosa obtenida por medio de disolución de los componentes de dicha composición en agua, como agente potencial de unión (aglutinante) para el material fibroso.

10 A menos que se especifique lo contrario, "porcentaje en peso" de un componente significa el porcentaje de dicho componente con respecto al peso total de los componentes de la composición, considerada seca, es decir, en ausencia de agua (composición seca).

15 La composición de la invención se puede usar ventajosamente en la preparación de material fibroso, tal como, por ejemplo, lana de vidrio o lana de roca. Dicho material fibroso, típicamente para su uso como material aislante térmico y/o de sonido, se puede preparar usando técnicas conocidas que proporcionan la formación inicial de fibras de roca o de vidrio libres, seguida de impregnación de dichas fibras con una composición de unión (aglutinante), y la posterior polimerización en caliente de ello con el fin de unir firmemente las fibras minerales juntas.

20 Por tanto, en un primer aspecto, la presente invención se refiere a una composición acuosa de unión (aglutinante), caracterizada por que contiene sulfamato de amonio o un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo en un porcentaje en peso comprendido entre un 1 % y un 10 %, además de al menos un monosacárido y una fuente de amoníaco tal como hidróxido de amonio (o hidrato de amonio, que tiene la fórmula NH_4OH) y/o una sal orgánica de amonio.

25 En este sentido, los ejemplos de sales de amonio orgánicas que se pueden usar son sales de ácidos mono- o dicarboxílicos orgánicos, preferiblemente seleccionados entre: ácido cítrico, ácido tartárico, ácido glicólico, ácido málico y ácido láctico. En una realización, la presente composición comprende hidróxido de amonio y/o una sal de amonio orgánica o inorgánica en un porcentaje en peso de al menos un 2 %, preferiblemente comprendido entre un 2 % y un 10 % en peso, incluso más preferiblemente comprendido entre 2 y 5 %.

30 La presencia de hidróxido de amonio y/o una sal de amonio orgánica como se ha mencionado anteriormente, además de proporcionar una fuente de amoníaco, también resulta útil para ajustar el pH de la composición de la invención hasta valores comprendidos entre 5 y 9, preferiblemente entre 6 y 8. A este pH, de hecho, se ha observado una tasa de polimerización más elevada de la presente composición durante la preparación del material mineral fibroso.

35 Como se aprecia anteriormente, la presente composición comprende al menos un monosacárido, preferiblemente en un porcentaje en peso comprendido entre un 80 % y un 95 %, preferiblemente comprendido entre un 80 % y un 90 %. Dicho monosacárido puede seleccionarse ventajosamente entre monosacáridos conocidos en la técnica, tanto cetosa como aldosa, triosa, pentosa y/o hexosa, que tienen configuración anomérica bien L o D, o sus mezclas. Por tanto, los ejemplos de monosacáridos que se pueden usar son: fructosa, glucosa, galactosa, xilosa, arabinosa, ribosa, lixosa, manosa, ramnosa y similares. Dichos monosacáridos se pueden adquirir y utilizar como tal, o se pueden obtener usando métodos conocidos, por ejemplo, reducción química o disacáridos o polisacáridos en general, tal como, entre otros, sacarosa, maltosa y similares. En una realización preferida, dicho monosacárido está seleccionado entre: fructosa y glucosa, e incluso más preferiblemente está presente en un porcentaje en peso comprendido entre un 80 % y un 90 %.

50 Preferiblemente, la presente composición contiene al menos dos monosacáridos, de los cuales al menos uno es preferiblemente glucosa. En una realización preferida, la presente composición comprende al menos un monosacárido de aldosa, tal como, por ejemplo, glucosa, y al menos un monosacárido de cetosa, tal como fructosa.

En particular, la presencia de al menos glucosa posibilita la obtención de propiedades de unión mejoradas de la composición y estabilidad del material fibroso.

55 Cuando están presentes, los dos monosacáridos se pueden usar en una cantidad tal que su suma está comprendida entre un 80 % y un 95 % del peso de la composición. Preferiblemente, los dos monosacáridos están presentes en una relación de uno con respecto al otro de aproximadamente 1:1 en peso, o cualquiera de los dos monosacáridos está presente en ligero exceso, por ejemplo en una relación comprendida entre 1:1,5 y 1:3. En una realización, la presente composición contiene fructosa y glucosa en una relación de 1:1,25 y en una cantidad total comprendida entre un 80 % y un 90 % en peso, con respecto al peso total de los componentes considerados secos, es decir, en ausencia de agua.

65 En lo que respecta al sulfamato de amonio, o sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, actúa como agente de polimerización/reticulación, y en particular contribuye a la formación de derivados de melanoidina, generalmente por medio de polimerización a través de una reacción de Maillard, con el monosacárido, durante la preparación del material fibroso. En particular, la reacción de Maillard conduce a la formación de moléculas aromáticas de peso

molecular elevado, o mezclas de polímeros aromáticos y/o polímeros que contienen nitrógeno (melanoidinas), que permiten que la composición adopte características de unión y termoestables, necesarias para actuar eficazmente como aglutinante para fibras minerales. En particular, dichas melanoidinas puede tener una relación de carbono:nitrógeno y un grado de insaturación y aromaticidad que pueden variar considerablemente dependiendo de la temperatura (para una referencia general véase Ames et al. *The Millard Browning Reaction*, Chemistry and Industry, 1088, 7, 558-561).

Los ejemplos de sulfamatos que se pueden usar están seleccionados entre: sulfamato de sodio, potasio, calcio y amonio, prefiriéndose sulfamato de amonio (N.º CAS: 7773-06-0). En particular, el sulfamato de amonio, que tiene la fórmula general $\text{H}_2\text{NSO}_3^-\text{NH}_4^+$ es una sal orgánica (no carboxílica), fácil de manipular ya que exhibe baja toxicidad y no es irritante tras contacto con la piel. Se puede preparar, por ejemplo, por medio de hidrólisis del producto de reacción obtenido por medio de tratamiento de urea con ácido sulfúrico fumante o se puede adquirir en el mercado. En una realización de la invención, la presente composición acuosa comprende sulfamato de amonio /o sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo en un porcentaje en peso preferiblemente comprendido entre un 1 y un 5 %.

Ventajosamente, su uso como componente de la composición de la presente invención tiene como resultado tiempos de polimerización – durante la preparación del material mineral fibroso – que son mucho más cortos que los tiempos requeridos usando composiciones de unión de la técnica anterior. De hecho, como se describe en la parte experimental incluida en la presente memoria, la presente composición posibilita la obtención de una tasa de polimerización, determinada por medio de medición del tiempo de gel (para una definición del tiempo de gel véase por ejemplo el documento US 8114210), que es distintivamente más elevada (más de un 20 %) en comparación con las composiciones de unión correspondientes que contienen, por ejemplo, sulfato de amonio en lugar de sulfamato de amonio como agente de polimerización/reticulación. Las tasas elevadas de polimerización conducen a tiempos de preparación más cortos para el material fibroso, y además permiten que la temperatura durante la etapa de polimerización se reduzca a temperaturas incluso por debajo de 200 °C, garantizando de este modo condiciones experimentales más ventajosas, que se pueden aplicar más fácilmente a nivel industrial. Además, el sulfamato, preferiblemente de amonio, se usa como agente de polimerización/reticulación en la composición de la invención en cantidades más pequeñas (equivalentes a incluso un tercio) en comparación con otros agentes de reticulación, tales como, por ejemplo, sulfato de amonio, al tiempo que garantiza rendimientos elevados y excelentes propiedades de resistencia mecánica de la fibra mineral obtenida de este modo.

Por tanto, en una realización preferida, la presente invención se refiere a una composición acuosa de unión libre de formaldehído (aglutinante) que comprende las siguientes cantidades de componentes, expresadas en porcentajes en peso con respecto a la composición seca:

al menos un monosacárido, 80-95 %,
sulfamato de amonio o un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, 1-10 %,
hidróxido de amonio (NH_4OH) y/o una sal orgánica de amonio, 2-10 %.

En una realización particularmente preferida, la presente invención se refiere a una composición acuosa de unión libre de formaldehído (aglutinante) que comprende:

al menos un monosacárido,
sulfamato de amonio, e
hidróxido de amonio (NH_4OH),
preferiblemente presentes en las siguientes cantidades en porcentaje en peso:

al menos un monosacárido, 80-95 %,
sulfamato de amonio, 1-10 %, y
hidróxido de amonio (NH_4OH), 2-10 %.

En una realización preferida, la composición de la invención comprende:

glucosa, 45-50 %,
fructosa, 35-45 %,
sulfamato de amonio, 1-10 %, e
hidróxido de amonio, 2-10 %.

En una realización particularmente preferida, la composición de la invención puede contener componentes adicionales, usados, por ejemplo, para mejorar su resistencia a la temperatura o para favorecer de forma adicional el proceso de polimerización de la composición durante la formación del material mineral fibroso. En particular, dichos componentes opcionales adicionales, presentes individualmente o de forma conjunta en la mezcla, están seleccionados entre el grupo que consiste en: urea, preferiblemente, en una cantidad comprendida entre el 5 y el 10 % en peso con respecto a la cantidad de monosacárido presente en la composición, lignosulfonato de amonio - (N.º CAS: 8061-53-8), preferiblemente en una cantidad menor de un 15 % en peso, un componente acrílico como se describe a continuación con detalle, aceites minerales, generalmente presentes en forma de una emulsión en una

cantidad comprendida entre un 5 % y un 8 % en peso, amino silanos, preferiblemente en una cantidad comprendida entre un 0,1 % y un 0,5 % en peso, polisiloxanos, preferiblemente en una cantidad comprendida entre un 0,1 % y un 0,5 % en peso, y similares. Dichos componentes opcionales adicionales pueden estar presentes bien individualmente o de manera conjunta en una mezcla. En particular, en una realización de la invención, el componente acrílico, presente como componente adicional como se ha descrito anteriormente, está preferiblemente en forma de una emulsión, y puede estar seleccionado entre: resina acrílica, que preferiblemente tiene un pH ácido (generalmente comprendido entre 2 y 4), y un polímero carboxílico en una mezcla con un poliol. En este sentido, las resinas acrílicas que se pueden usar son resinas acuosas termo-resistentes, seleccionadas, por ejemplo, entre Acquaset 600™ (Rohm & Hass) y Acrodur® (BASF).

Los polímeros carboxílicos preferidos se obtienen a partir de ácido acrílico o metacrílico.

El poliol está seleccionado, por ejemplo, entre: poliéteres, polipropilenglicol, poliésteres y similares. Preferiblemente, el peso molecular de dicho componente acrílico está comprendido entre 3000 y 10000, preferiblemente entre 5000 y 8000 Dalton.

Cuando está presente, dicho componente acrílico se puede usar en una cantidad de hasta un 20 % en peso, preferiblemente de hasta un 15 % en peso, incluso más preferiblemente, hasta un 10 % del peso total de la composición seca, es decir, la composición desprovista de agua. Esta adición, ventajosamente, permite aumentar la resistencia de unión de la composición, con una mejora consiguiente de las propiedades mecánicas y elásticas del material fibroso de vidrio o de roca que comprende la presente composición, por ejemplo, en lo que respecta al retorno elástico tras compresión de fieltros de fibra de vidrio generalmente usados como aislantes térmicos y de sonido. Por tanto, en una realización preferida, la presente invención se refiere a una composición acuosa de unión libre de formaldehído (aglutinante) que comprende:

al menos un monosacárido,
sulfamato de amonio,
hidróxido de amonio, y

al menos un componente acrílico que tiene un peso molecular comprendido entre 3000 y 10000 Da, preferiblemente seleccionado entre un acrílico acuoso termoestable, y un poli(ácido carboxílico) en una mezcla con un poliol, preferiblemente presente en los siguientes porcentajes en peso:

al menos un monosacárido, 80-95 %,
sulfamato de amonio, 1-10 %,
hidróxido de amonio, 2-10 %, y
al menos un componente acrílico, 0-15 %.

En una realización preferida, la composición de la invención comprende:

glucosa, 45-50 %,
fructosa, 35-45 %,
sulfamato de amonio, 1-10 %,
hidróxido de amonio, 2-10 %, y
al menos un componente acrílico, 0-15 %.

Ventajosamente, la composición acuosa de unión (aglutinante) de la presente invención, también se caracteriza por que es estable con el tiempo (incluso durante días) y no se aprecia la formación, por ejemplo, de hongos o productos de descomposición, que con frecuencia pueden estar presentes en caso de almacenamiento de las composiciones acuosas de unión conocidas en la técnica, y que contienen otros agentes de polimerización/reticulación tales como, por ejemplo, sulfato de amonio.

Además, la composición de la invención se puede preparar fácilmente usando agua como disolvente y por medio de un proceso que se puede aplicar fácilmente también a escala industrial. De hecho, la presente composición, preparada sin el uso de fuentes potenciales de formaldehído, se puede obtener en un período corto de tiempo, simplemente por medio de mezcla de los diversos componentes anteriores con agua.

En términos generales, el agua se usa en cantidad suficiente para disolver los componentes de la composición y/u obtener soluciones acuosas con concentraciones definidas.

En otras palabras, la presente invención se refiere a una solución acuosa libre de formaldehído útil en la preparación de material mineral fibroso, obtenida por medio de disolución de:

al menos un monosacárido,
sulfamato de amonio un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, e
hidróxido de amonio y/o una sal orgánica de amonio,
y componentes opcionales adicionales, en agua,

en porcentajes en peso de acuerdo con cada una de las realizaciones descritas con anterioridad.

En este sentido, en una realización preferida, la invención se refiere a una composición de unión libre de formaldehído (aglutinante), en forma de solución acuosa que tiene una concentración en peso comprendida entre un 10 y un 30 %, más preferiblemente comprendida entre un 10 y un 20 %, incluso más preferiblemente comprendida entre un 10 y un 15 %, pretendida como peso de los todos los componentes con respecto al peso total de la solución.

La presente composición acuosa de unión (aglutinante) se puede preparar por medio de mezcla de las cantidades deseadas de los componentes individuales a temperatura ambiente, (es decir, a una temperatura comprendida entre aproximadamente 15 °C y aproximadamente 40 °C), generalmente en un tanque de mezcla, y después simplemente adición de agua, en cantidad suficiente para obtener las concentraciones preferidas.

Todos los componentes de la composición de unión de la invención se encuentran fácilmente disponibles y se pueden adquirir en el mercado.

En un aspecto adicional, la invención se refiere al uso de una composición acuosa de unión que comprende:

al menos un monosacárido, sulfamato de amonio o sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, hidróxido de amonio y/o una sal de amonio orgánica o inorgánica, en la preparación de fibras minerales de roca o de vidrio.

La invención adicionalmente se refiere al uso de sulfamato de amonio como agente de reticulación y polimerización en composiciones acuosas de unión libres de formaldehído para fibras minerales.

En este sentido, la presente invención se refiere a un material fibroso que comprende fibras minerales, preferiblemente de roca o vidrio, unidas juntas por medio del uso de la presente composición acuosa de unión (aglutinante). Por tanto, la materia objetivo de la invención se refiere además a un material fibroso obtenido a partir de fibras minerales libres por medio de un proceso que comprende al menos una etapa de polimerizar la composición de unión de la invención a una temperatura de al menos 180 °C.

En este sentido, dicho material mineral fibroso puede prepararse convenientemente por medio de un proceso que comprende las etapas de:

- a. formar fibras libres, preferiblemente por medio de fusión de vidrio (tal como, por ejemplo, mezclas de borosilicatos alcalinos) o roca (tal como por ejemplo, mezclas de basalto, dolomita, escoria y caliza);
- b. colocar dichas fibras libres en contacto con la composición de unión de la presente invención para formar aglomerados de fibras minerales con la composición de unión de la invención, preferiblemente por medio de pulverización de dicha composición sobre las fibras libres; y
- c. someter dichos agregados a tratamiento térmico a una temperatura de al menos 180 °C.

El tratamiento térmico preferiblemente tiene lugar a una temperatura comprendida entre 180 °C y 250 °C, más preferiblemente comprendida entre 180 °C y 200 °C, típicamente en hornos de polimerización, y desencadena el proceso de polimerización de la composición de unión de la invención, que se une de forma estable a las fibras, formando de este modo el material fibroso final, listo para su uso. Dicho tratamiento térmico se puede llevar a cabo usando aire caliente que se hace circular en el horno por medio de ventiladores de presión variable, durante un tiempo que varía de acuerdo con la velocidad del horno, que depende por ejemplo del peso por unidad de superficie del producto terminado.

Si fuese necesario, la etapa de polimerización c. va precedida de una etapa de orientación (o "engarce") de las fibras, que permite que las fibras se orienten en posición vertical, aumentando de este modo su resistencia a la compresión.

La etapa de impregnación b. se lleva a cabo preferiblemente por medio de pulverización de la composición acuosa de la invención sobre las fibras libres que se acaban de formar en caliente, usando un aparato conocido en la técnica y comúnmente usado en la preparación del material mineral fibroso. Al final de la etapa de impregnación b. se obtienen de este modo los aglomerados de fibras minerales con la composición de la invención, que tienen típicamente un corte transversal de paralelepípedo y se denominan "mallas".

Análogamente, la etapa a. de formación de las fibras libres (comúnmente denominado como "proceso de fibrización") se puede llevar a cabo de manera conveniente por medio de operaciones conocidas por la persona experta en la técnica y que comprenden fundir el material inicial de vidrio o roca, y después hacerlo pasar a través de una boquilla de extrusión conectada a un rotor provisto de miles de orificios que, por medio de giro a velocidad elevada, expulsa filamentos de fibra extremadamente finos (vidrio), listos para su colocación en contacto con la composición de unión de acuerdo con la etapa b. posterior descrita con anterioridad. En el caso de la fibra de roca,

la roca en forma de lava de alta temperatura se alimenta en ruedas que, por medio de giro a velocidad elevada, proporcionan la fuerza centrífuga necesaria para el afinado que da lugar a fibras, que son susceptibles de colocación inmediata con el aglutinante acuoso.

5 Una vez cortado con las dimensiones requeridas, el material fibroso se puede envasar y usar como aislamiento térmico y/o de sonido, y además muestra excelentes propiedades en términos de resistencia mecánica, resistencia térmica y retorno elástico, entendido como la diferencia entre el espesor nominal del material antes y después del envasado. Por tanto, en un aspecto adicional, la invención se refiere a un material mineral fibroso obtenido por medio del proceso descrito con anterioridad. La presente invención se describe ahora por medio de ejemplos que no se pretende, sin embargo, que limiten su alcance.

Parte experimental

Ejemplo 1: velocidad de polimerización de la composición de la presente invención como aglutinante en la preparación del material fibroso.

Se determinó la velocidad de polimerización de las siguientes composiciones de la invención midiendo el denominado "tiempo de gel". El tiempo de gel es una variable experimental conocida que se usa por parte de la persona experta en la técnica y permite la medición de la velocidad de polimerización de composiciones acuosas de unión. Dicha técnica consiste, en particular, en verter una determinada cantidad de una composición acuosa de unión sobre una superficie caliente controlada termostáticamente (generalmente una placa) y medir el tiempo necesario para la formación de un primer filamento de dicha composición.

En el presente ejemplo, el tiempo de gel de la composición de la invención se midió por medio de vertido de una cantidad pesada (del orden de mililitros) de la composición acuosa de unión sobre una placa caliente a una temperatura de aproximadamente 150 °C, y medir el tiempo que tarda en formarse un primer filamento, usando una espátula.

El tiempo de gel se calcula de forma práctica como el tiempo que transcurre entre la adición de la composición acuosa sobre la placa, y el momento en el que fue posible la formación del primer filamento de fibra polimerizada usando la espátula. Los datos recogidos se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: valores de tiempo de gel de algunas composiciones de la presente invención que comprenden sulfamato de amonio (3 %) como agente de polimerización y reticulación.

Composición	Cantidad depositada y temperatura de la placa	Tiempo de polimerización (tiempo de gel)
A	2 ml (150 °C)	25 s
B	2 ml (150 °C)	25 s
C	2 ml (150 °C)	25 s

Composición A

Solución acuosa al 14 % (pH 7,5) de:

- glucosa, 95 %
- sulfamato de amonio, 3 %
- hidróxido de amonio, 2 %

Composición B

Solución acuosa al 14 % (pH 7,5) de:

- glucosa, 50,5 %
- fructosa, 44,5 %
- sulfamato de amonio, 3 %
- hidróxido de amonio, 2 %

Composición C

solución acuosa al 14 % (pH 6,5) de:

- glucosa, 85 %
- sulfamato de amonio, 3 %
- hidróxido de amonio, 2 %
- componente acrílico Acquaset 600 (DOW), 10 %

Ejemplo 2 (comparativo)

Los experimentos para calcular el tiempo de gel como en el ejemplo 1 se llevaron a cabo usando sulfato de amonio como agente de polimerización/reticulación. Los resultados se recogen en la tabla 2.

5 Tabla 2: valores de tiempo de gel las composiciones de las composiciones del Ejemplo 1, en el que se sustituyó sulfamato de amonio (3 %) por sulfato de amonio (3 %).

Composición	Cantidad depositada y temperatura de la placa	Tiempo de polimerización (tiempo de gel)
A1	2 ml (150 °C)	34 s
B1	2 ml (150 °C)	35 s
C1	2 ml (150 °C)	30 s

10 A1-C1: las composiciones que corresponden a las composiciones A-C del Ejemplo 1, en las que se sustituyó sulfamato de amonio (3 %) por sulfato de amonio (3 %).

15 Como se puede deducir fácilmente a partir de las Tablas 1 y 2 anteriores, la presente composición posibilita la obtención – siendo la cantidad de agente de polimerización/reticulación igual – de velocidades de polimerización decididamente más elevadas, lo cual tiene como resultado un tiempo de polimerización que es hasta un 25 % más corto que cuando se usa sulfato de amonio. Esto significa tiempos más cortos para la preparación del material fibroso usando la presente composición de unión, en comparación con el uso de las composiciones conocidas comúnmente usadas en la técnica.

REIVINDICACIONES

1. Una composición acuosa de unión libre de formaldehído que comprende:
- 5 al menos un monosacárido,
 sulfamato de amonio o un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo, en un porcentaje en peso comprendido
 entre un 1 % y un 10 %, e
 hidróxido de amonio y/o una sal orgánica de amonio.
- 10 2. La composición de unión de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho al menos un monosacárido está
 presente en un porcentaje en peso comprendido entre un 80 % y un 95 %, preferiblemente entre un 80 % y un 90 %.
3. La composición de unión de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que dicho monosacárido está seleccionado
15 entre: glucosa, fructosa, galactosa, xilosa, arabinosa, ribosa, lixosa, manosa y ramnosa, preferiblemente entre
 glucosa y fructosa.
4. La composición de unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende al menos dos
 monosacáridos, preferiblemente glucosa y fructosa.
- 20 5. La composición de unión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicho
 hidróxido de amonio y/o una sal orgánica de amonio está presente en un porcentaje en peso de al menos un 2 %,
 preferiblemente comprendido entre un 2 y un 10 % en peso.
- 25 6. La composición de unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que dicha sal de amonio
 orgánica es la sal de un ácido seleccionado entre: ácido cítrico, ácido tartárico, ácido glicólico, ácido málico y ácido
 láctico.
7. La composición de unión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende
30 sulfamato de amonio en un porcentaje en peso comprendido entre un 1 % y un 5 %.
8. La composición de unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que dicho sulfamato de
 metal alcalino o alcalinotérreo está seleccionado entre: sulfamato de sodio, potasio y calcio.
- 35 9. La composición de unión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que además
 comprende al menos un ingrediente adicional seleccionado entre: urea, lignosulfonato de amonio (N.º CAS: 8061-53-
 8), un componente acrílico que tiene un peso molecular comprendido entre 3000 y 10000, un aceite mineral, amino
 silanos, polisiloxanos y mezclas de los mismos.
- 40 10. La composición de unión de acuerdo con la reivindicación 9, en la que dicho ingrediente adicional es un
 componente acrílico que tiene un peso molecular de entre 5000 y 8000 Dalton.
11. La composición de unión de acuerdo con las reivindicaciones 9 y 10, en la que dicho componente acrílico está
 seleccionado entre: una resina acrílica acuosa termoestable y un poli(ácido carboxílico) en una mezcla con un poliol.
- 45 12. La composición de unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en la que dicho ingrediente
 adicional está comprendido entre un 0 y un 15 %, y preferiblemente hasta un 10 % del peso total de la composición
 seca.
- 50 13. La composición de unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, que comprende:
- | | |
|--|----------|
| glucosa | 45-50 % |
| fructosa | 35-45 % |
| sulfamato de amonio | 1-10 % |
| hidróxido de amonio | 2-10 % y |
| 55 al menos un componente acrílico | 0-15 %. |
14. Un uso de una composición acuosa de unión que comprende:
- 60 al menos un monosacárido,
 sulfamato de amonio o un sulfamato de metal alcalino o alcalinotérreo,
 hidróxido de amonio y/o una sal de amonio orgánica o inorgánica,
 en la preparación de un material mineral fibroso.
- 65 15. Un proceso de preparación de un material fibroso a partir de fibras minerales libres, comprendiendo dicho
 proceso al menos una etapa de polimerización de la composición de unión de las reivindicaciones 1-13, a una
 temperatura de al menos 180 °C.

16. El proceso de preparación de un material mineral fibroso de acuerdo con la reivindicación 15, que comprende las etapas de:

- 5
- a. formar fibras libres a partir de un material de vidrio o roca;
 - b. colocar dichas fibras libres en contacto con la composición acuosa de unión de acuerdo con las reivindicaciones 1-13, para formar aglomerados de fibras minerales con la composición de unión de las reivindicaciones 1-13; y
 - c. someter dichos aglomerados a tratamiento térmico a una temperatura de al menos 180 °C.

10

17. Un material mineral fibroso obtenido por medio del proceso de acuerdo con las reivindicaciones 15 y 16.

18. El uso de sulfamato de amonio como agente de reticulación y polimerización en composiciones acuosas de unión libres de formaldehído para fibras minerales.