(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 620 014**

(51) Int. Cl.:

C13K 1/00	(2006.01)
C09J 103/02	(2006.01)
C08L 5/00	(2006.01)
C08L 33/00	(2006.01)
C08J 5/08	(2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.08.2014** **E 14182162 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017** **EP 2990494**

(54) Título: **Bioaglutinante**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.06.2017

(73) Titular/es:

ROCKWOOL INTERNATIONAL A/S (100.0%)
Hovedgaden 584
2640 Hedehusene, DK

(72) Inventor/es:

HANSEN, ERLING LENNART;
HJELMGAARD, THOMAS;
NISSEN, POVL y
NAERUM, LARS

(74) Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 620 014 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

Bioaglutinante

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un aglutinante acuoso para productos de fibra mineral, a un método para producir un producto de fibra mineral unido utilizando dicho aglutinante, y a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con el aglutinante curado.

Antecedentes de la invención

Los productos de fibra mineral comprenden generalmente fibras vítreas artificiales (MMVF) tales como, por ejemplo, fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, lana de escoria, lana mineral y lana de piedra (lana de roca), que se unen entre sí mediante un material aglutinante polimérico termoendurecible curado. Para su uso como productos de aislamiento térmico o acústico, las esteras de fibra mineral unidas se producen generalmente convirtiendo un fundido hecho de materias primas adecuadas en fibras de manera convencional, por ejemplo, mediante procesos de hilatura o mediante procesos con rotor en cascada. Las fibras se soplan al interior de una cámara de conformación y, mientras se transportan por el aire y mientras siguen calientes, se pulverizan con una solución aglutinante y se depositan al azar en forma de estera o banda sobre un transportador en movimiento. La estera de fibra se transfiere a continuación a un horno de curado donde aire calentado se sopla a través de la estera para curar el aglutinante y unir de forma rígida las fibras minerales entre sí.

En el pasado, las resinas aglutinantes de elección eran resinas de fenol-formaldehído que se pueden producir económicamente y se pueden extender con urea antes de su uso como aglutinante. Sin embargo, la legislación existente y propuesta dirigida a la disminución o eliminación de las emisiones de formaldehído han conducido al desarrollo de aglutinantes exentos de formaldehído tales como, por ejemplo, las composiciones de aglutinante a base de polímeros de policarboxilo y polioles o poliaminas, según se describe en los documentos EP-A-583086, EP-A-990727, EP-A-1741726, US-A-5.318.990 y US-A-2007/0173588.

Otro grupo de aglutinantes no de fenol-formaldehído son los productos de reacción de adición/eliminación de anhídridos alifáticos y/o aromáticos con alcanolaminas, por ejemplo, según se describe en los documentos WO 99/36368, WO 01/05725, WO 01/96460, WO 02/06178, WO 2004/007615 y WO 2006/061249. Estas composiciones de aglutinante son solubles en agua y presentan excelentes propiedades de unión en términos de velocidad de curado y densidad de curado. El documento WO 2008/023032 describe aglutinantes modificados con urea del tipo que proporciona productos de lana mineral que tienen una captación de humedad reducida.

Puesto que algunos de los materiales de partida utilizados en la producción de estos aglutinantes son productos químicos bastante caros, existe una necesidad continuada de proporcionar aglutinantes exentos de formaldehído que se produzcan económicamente.

Un efecto adicional vinculado a las composiciones acuosas de aglutinante anteriormente conocidas de fibras minerales es que al menos la mayoría de los materiales de partida usados para las producciones de estos aglutinantes procede de combustibles fósiles. Existe una tendencia continuada de los consumidores a preferir productos que están completamente o al menos parcialmente producidos a partir de materiales renovables y existe por tanto una necesidad de proporcionar aglutinantes para lana mineral que estén producidos al menos parcialmente a partir de materiales renovables.

Sumario de la invención

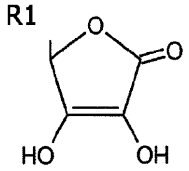
Por tanto, era un objeto de la presente invención proporcionar una composición acuosa de aglutinante que sea particularmente adecuada para unir fibras minerales, se produzca de forma económica y utilice materiales renovables como productos de partida para la preparación de la composición acuosa de aglutinante.

Un objeto adicional de la presente invención era proporcionar un producto de fibra mineral unido con una composición de aglutinante de este tipo.

Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición acuosa de aglutinante para fibras minerales que comprende:

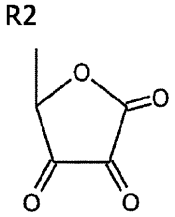
un componente (i) en forma de uno o más compuestos seleccionados de

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina;

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina.

un componente (ii) en forma de uno o más compuestos seleccionados de amoniaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos;

un componente (iii) en forma de uno o más carbohidratos.

Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con la composición acuosa de aglutinante y curar la composición de aglutinante.

Según un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada definida anteriormente.

Los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que es posible preparar una composición de aglutinante para fibras minerales que utiliza en gran medida materiales de partida que son renovables y que permiten, al mismo tiempo, la producción económica del aglutinante. Puesto que una parte significativa de los materiales de partida utilizados para el aglutinante según la presente invención procede de biomasa y, al mismo tiempo, los materiales usados tienen un precio comparativamente bajo, el aglutinante según la presente invención es tanto económica como ecológicamente ventajoso. La combinación de estos dos aspectos es particularmente notable, ya que los “biomateriales” suelen ser más caros que los materiales convencionales.

Al mismo tiempo, los aglutinantes según la presente invención muestran excelentes propiedades cuando se utilizan para unir fibras minerales. La resistencia mecánica se mejora, y tiene también un elevado nivel inesperado cuando se somete a condiciones de envejecimiento.

Una ventaja adicional de los aglutinantes según la presente invención es que tienen una velocidad de curado comparativamente elevada a una baja temperatura de curado.

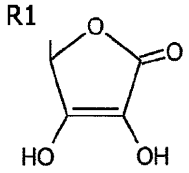
Además, los aglutinantes según una realización de la presente invención no son fuertemente ácidos y, por tanto, superan los problemas de corrosión asociados con los aglutinantes fuertemente ácidos conocidos del estado de la técnica.

Descripción de las realizaciones preferidas

La composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende:

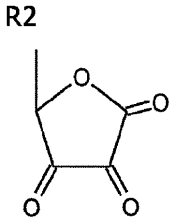
un componente (i) en forma de uno o más compuestos seleccionados de

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina;

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina;

un componente (ii) en forma de uno o más compuestos seleccionados de amoniaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos;

un componente (iii) en forma de uno o más carbohidratos.

Preferiblemente, los aglutinantes según la presente invención tienen un pH de 6-9.
Preferiblemente, alquilo es alquilo C_1-C_{10}.
Preferiblemente, monohidroxialquilo es monohidroxialquilo C_1-C_{10}.
Preferiblemente, dihidroxialquilo es dihidroxialquilo C_1-C_{10}.
Preferiblemente, polihidroxialquilo es polihidroxialquilo C_1-C_{10}.
Preferiblemente, alquileno es alquilenalquilo C_1-C_{10}.
Preferiblemente, alcoxi es alcoxialquilo C_1-C_{10}.
Preferiblemente, los aglutinantes según la presente invención están exentos de formaldehído.
Para el fin de la presente solicitud, se define que la expresión "exento de formaldehído" caracteriza un producto de lana mineral donde la emisión está por debajo de 5 $\mu g/m^2/h$ de formaldehído procedente del producto de lana mineral, preferiblemente por debajo de 3 $\mu g/m^2/h$. Preferiblemente, el ensayo se lleva a cabo de acuerdo con la norma ISO 16000 para analizar las emisiones de aldehído.

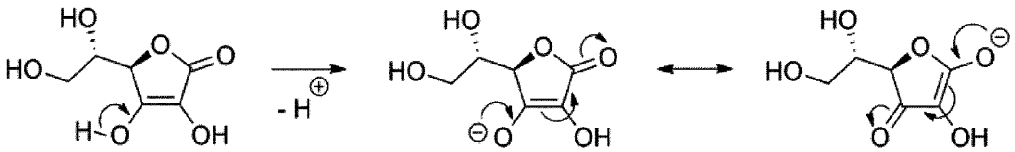
Componente (i) del aglutinante

Preferiblemente, el componente (i) está en forma de uno o más componentes seleccionados de ácido ascórbico o isómeros o sales o derivados, preferiblemente derivados oxidados, de los mismos.

Los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que el ácido ascórbico, que es un material comparativamente barato y que se puede producir a partir de biomasa, o sus derivados, se puede usar como base para una composición de aglutinante para fibras minerales.

El ácido ascórbico, o vitamina C, es un compuesto orgánico no tóxico, de origen natural, con propiedades antioxidantes. Desde el punto de vista industrial, el ácido ascórbico se puede obtener, por ejemplo, mediante la fermentación de glucosa. La estructura principal del ácido ascórbico contiene un único anillo de cinco miembros, una γ-lactona, que contiene un enodiol. De esta forma, el ácido ascórbico se puede clasificar como una 3,4-dihidroxi-furan-2-ona.

Incluso aunque el ácido ascórbico no contenga una funcionalidad ácido carboxílico, los 3 grupos hidroxi son bastante ácidos (pKa = 4,04) ya que el anión ascorbato resultante está estabilizado por deslocalización de la carga.



En una realización preferida, el componente (i) se selecciona de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico, ácido deshidroascórbico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro.

En una realización especialmente preferida, el componente (i) se selecciona de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico y ácido deshidroascórbico.

Componente (ii) del aglutinante

El componente (ii) se selecciona de amoniaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos. En una realización preferida, el componente (ii) se selecciona de amoniaco, piperazina, hexadimetilendiamina, m-xililendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, monoetanolamina, dietanolamina y/o trietanolamina.

Componente (iii) del aglutinante

El componente (iii) está en forma de uno o más carbohidratos.

Se puede usar almidón como materia prima para varios carbohidratos tales como jarabes de glucosa y dextrosa. Dependiendo de las condiciones de reacción empleadas en la hidrólisis del almidón, se obtiene una variedad de mezclas de dextrosa y productos intermedios que se pueden caracterizar mediante su número ED. ED es la abreviatura de Equivalente de Dextrosa, y se define como el contenido de azúcares reductores, expresado como el número de gramos de D-glucosa anhidra por 100 g de materia seca en la muestra, cuando se determina por el método especificado en la Norma Internacional ISO 5377-1981 (E). Este método mide los grupos terminales reductores, y asigna un valor ED 100 a la dextrosa pura, y un valor ED 0 al almidón puro.

En una realización preferida, el carbohidrato se selecciona de sacarosa, azúcares reductores, en particular dextrosa, policarbohidratos, y mezclas de los mismos, preferiblemente dextrinas y maltodextrinas, más preferiblemente jarabes de glucosa, y más preferiblemente jarabes de glucosa con un valor equivalente de dextrosa ED = 20-99, tal como ED = 50-85, tal como ED = 60-99. El término “dextrosa” tal como se usa en la presente solicitud se define para abarcar la glucosa y sus hidratos.

En una realización especialmente preferida, el componente (iii) se selecciona de dextrosa, jarabe de glucosa, xilosa, fructosa o sacarosa.

Relaciones en peso de los componentes de la composición acuosa de aglutinante

En una realización preferida, la proporción de los componentes (i), (ii) y (iii) está comprendida en el intervalo de 1 % a 50 % en peso de componente (i) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), de 50 % a 99 % en peso del componente (iii) basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), y de 0,1 a 10,0 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a componente (i).

Componente (iv) del aglutinante

En una realización preferida, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además un componente (iv) en forma de uno o más aditivos. Estos aditivos también pueden estar en forma de uno o más catalizadores.

En una realización especialmente preferida, el aditivo es un ácido mineral o sales del mismo, y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,05 % a 10 % en peso, tal como de 1 al 7 % en peso, basándose en la masa de los componentes (i) y (iii), por lo que el componente (ii) está preferiblemente presente en la cantidad de 0,1 a 10 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a los equivalentes molares combinados del componente (i) y el componente (iv).

En una realización particularmente preferida, el aditivo se selecciona de la lista que consiste en sales de sulfato de amonio, sales de fosfato de amonio, sales de nitrato de amonio y sales de carbonato de amonio.

Las sales de sulfato de amonio pueden incluir $(NH_4)_2SO_4$, $(NH_4)HSO_4$ y $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2.6H_2O$. Las sales de carbonato de amonio pueden incluir $(NH_4)_2CO_3$ y NH_4HCO_3. Las sales de fosfato de amonio pueden incluir $H(NH_4)_2PO_4$, $NH_4H_2PO_4$ y polifosfato de amonio.

En una realización particularmente preferida, el aditivo se selecciona del grupo que consiste en ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido hipofosforoso y ácido fosfórico, y sales de los mismos, preferiblemente la sal sódica del ácido hipofosforoso.

Se ha descubierto sorprendentemente que, mediante la adición de un ácido mineral como el ácido hipofosforoso a la composición acuosa de aglutinante, las propiedades de la composición acuosa de aglutinante según la presente invención se pueden mejorar considerablemente.

En particular, los presentes inventores han descubierto que, mediante la inclusión de un ácido mineral tal como el ácido hipofosforoso o ácido sulfúrico en la composición de aglutinante según la presente invención, la temperatura inicial y final de curado se puede reducir considerablemente. Además, la pérdida de reacción se puede reducir mediante la inclusión de un ácido mineral, como un ácido hipofosforoso o ácido sulfúrico, conservando al mismo tiempo las propiedades mecánicas del producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con las composiciones de aglutinante endurecidas.

Se puede conseguir una pérdida de reacción incluso inferior mediante la inclusión de una sal de sulfato de amonio, tal como la adición de ácido sulfúrico con amoniaco, como aditivo en la composición de aglutinante según la presente invención.

Como se puede observar a partir de los resultados experimentales documentados en los ejemplos siguientes, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención, incluso aunque no contiene el componente (iv) en forma de uno o más aditivos, tiene una pérdida de reacción considerablemente inferior a la del aglutinante A de referencia. La inclusión de un aditivo, por ejemplo, en forma de ácido hipofosforoso o sal de sulfato de amonio, reduce aún más esta pérdida de reacción ya disminuida. La pérdida de reacción conseguida mediante la inclusión de dichos aditivos en los aglutinantes según la presente invención está en el mismo nivel que la pérdida de reacción para los aglutinantes de referencia B, C y D (véanse los ejemplos siguientes). Sin embargo, a diferencia de los aglutinantes según la presente invención, estos aglutinantes de referencia B, C y D requieren una reacción previa para la preparación de los aglutinantes.

Por tanto, los aglutinantes según la presente invención son claramente ventajosos con respecto a los aglutinantes conocidos del estado de la técnica. Por una parte, la pérdida de reacción para los aglutinantes según la presente invención es claramente menor que la pérdida de reacción para un aglutinante de referencia (véanse los ejemplos siguientes). Por otra parte, los aglutinantes según la presente invención consiguen las misma baja pérdida de reacción que los aglutinantes de referencia B, C y D (véanse los ejemplos siguientes) y, al mismo tiempo, no necesitan una reacción previa. La combinación de una baja pérdida de reacción y la ausencia de la necesidad de hacer reaccionar previamente los componentes no se consigue por ninguno de los aglutinantes del estado de la técnica.

Componente (v) del aglutinante

De manera opcional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende un componente adicional (v), que está en forma de una o más siliconas reactivas o no reactivas.

En una realización preferida, el componente (v) se selecciona del grupo que consiste en silicona constituida por una cadena principal compuesta por restos organosiloxano, especialmente restos difenilsiloxano, restos alquilsiloxano, preferiblemente restos dimetilsiloxano, que portan al menos un grupo funcional hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinilo que puede reaccionar con al menos uno de los componentes de la composición de aglutinante y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,1 % a 15 % en peso, preferiblemente de 0,1 % a 10 % en peso, más preferiblemente de 0,3 % a 8 % en peso, basándose en los sólidos aglutinantes.

Componente (vi) del aglutinante

De manera opcional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención comprende además un componente (vi) en forma de urea, preferiblemente en una cantidad de 0 % a 40 % en peso de urea, preferiblemente de 0 % a 20 % en peso de urea, basándose en la masa de los componentes (i) y (iii).

Componentes adicionales de la composición de aglutinante

De manera opcional, la composición acuosa de aglutinante según la presente invención puede contener otros componentes, además de los componentes (i), (ii), (iii), (iv), (v) y (vi) anteriormente mencionados. Sin embargo, en una realización preferida, >95 % en peso del contenido en sólidos total de la composición está formado por componente (i), componente (ii), componente (iii), componente (iv), componente (v) y componente (vi), basándose en el contenido en sólidos de componente de aglutinante.

En otras palabras, cualesquiera componentes adicionales, si están presentes, están presentes preferiblemente en una cantidad <5 % en peso del contenido en sólidos total de la composición de aglutinante.

La presente invención también se refiere a un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con la composición de aglutinante según la presente invención, y curar la composición de aglutinante.

La presente invención se refiere también a un producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada anteriormente descrita.

Producto de fibra mineral

Las fibras minerales utilizadas pueden ser cualquier fibra vítrea artificial (MMVF), fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, fibras de escoria, fibras de roca, fibras de piedra y otras. Estas fibras pueden estar presentes como un producto de lana, por ejemplo, como un producto de lana de roca.

Los métodos de formación de fibra adecuados, y las posteriores etapas de producción para fabricar el producto de fibra mineral son los convencionales en la técnica. En general, el aglutinante se pulveriza inmediatamente después de la fabricación de fibras de material fundido mineral sobre las fibras minerales transportadas por aire. La composición acuosa de aglutinante se aplica normalmente en una cantidad de 0,1 % a 18 %, preferiblemente de 0,2 % a 8 % en peso, del producto de fibra mineral unido sobre una base seca.

La banda de fibra mineral recubierta con la pulverización generalmente se cura en un horno de curado por medio de una corriente de aire caliente. La corriente de aire caliente se puede introducir en la banda de fibra mineral desde abajo, o desde arriba, o desde direcciones alternantes en zonas diferentes en la dirección de la longitud del horno de curado.

Normalmente, el horno de curado se hace funcionar a una temperatura de aproximadamente 150 ℃ a aproximadamente 350 ℃. Preferiblemente, los intervalos de temperatura de curado están comprendidos de aproximadamente 200 ℃ a aproximadamente 300 ℃. De forma general, el tiempo de residencia en el horno de curado es de 30 segundos a 20 minutos, dependiendo de, por ejemplo, la densidad del producto.

Si se desea, la banda de lana mineral se puede someter a un proceso de conformación antes del curado. El producto de fibra mineral unida que sale del horno de curado se puede cortar al formato deseado, por ejemplo, en forma de una guata. Así, los productos de fibra mineral producidos, por ejemplo, tienen la forma de telas tejidas y no tejidas, esteras, guatas, lanas, láminas, placas, tiras, rodillos, granulados y otros artículos conformados que son de utilidad, por ejemplo, como materiales de aislamiento térmico o acústico, amortiguación de vibraciones, materiales de construcción, aislamiento de fachadas, materiales de refuerzo o aplicaciones para techos o suelos, como bolsa de filtro, como medio de cultivo hortícola y en otras aplicaciones.

Según la presente invención, es también posible producir materiales compuestos combinando el producto de fibra mineral unida con capas de material compuesto o capas estratificadas adecuadas tales como, por ejemplo, metal, esteras de superficie brillante y otros materiales tejidos o no tejidos.

Los productos de fibra mineral según la presente invención tienen por lo general una densidad dentro del intervalo de 6 a 250 kg/m^3, preferiblemente de 20 a 200 kg/m^3. Los productos de fibra mineral tienen generalmente una pérdida por calcinación (LOI) en el intervalo de 0,3 % a 18,0 %, preferiblemente de 0,5 % a 8,0 %.

Aunque la composición acuosa de aglutinante según la presente invención es especialmente útil para unir fibras minerales, también se puede emplear en otras aplicaciones típicas para aglutinantes y agentes de dimensionado, por ejemplo, como aglutinante para arena de fundición, conglomerado, tejido de fibra de vidrio, fibras celulósicas, productos de papel no tejidos, materiales compuestos, artículos moldeados, recubrimientos, etc.

Los siguientes ejemplos están previstos para ilustrar de forma adicional la invención sin limitar su alcance.

Ejemplos

En los ejemplos siguientes, varios aglutinantes que están comprendidos en la definición de la presente invención se prepararon y se compararon con aglutinantes según el estado de la técnica

Se determinaron las siguientes propiedades de los aglutinantes según la presente invención y de los aglutinantes según el estado de la técnica, respectivamente:

Contenido en sólidos de componente de aglutinante

El contenido de cada uno de los componentes en una solución de aglutinante dada antes del curado se basa en la masa anhidra de los componentes.

Salvo por el ascorbato de calcio dihidrato (Sigma Aldrich), una solución acuosa de amoniaco al 28 % (Sigma Aldrich), un jarabe acuoso de glucosa al 75 % con un valor ED de 95 a menos de 100 (C*sweet D 02767 de Cargill), y una solución acuosa al 50 % de ácido hipofosforoso (Sigma Aldrich), el resto de los componentes se suministraron en alta pureza por Sigma-Aldrich.

Sólidos aglutinantes

El contenido de aglutinante tras el curado se denomina “sólidos aglutinantes”.

Muestras de lana de piedra en forma de disco (diámetro: 5 cm; altura 1 cm) se recortaron de lana mineral y se trataron térmicamente a 580 °C durante al menos 30 minutos para eliminar todos los compuestos orgánicos. Los sólidos aglutinantes de una solución aglutinante dada se midieron distribuyendo dos muestras de la solución aglutinante (cada una de aproximadamente 2,0 g) sobre dos de los discos de lana mineral tratada térmicamente que se pesaron antes y después de la aplicación de la solución aglutinante. Los discos de lana mineral cargados de aglutinante se calentaron posteriormente a 200 °C durante 1 hora. Tras enfriar y almacenar a temperatura ambiente durante 10 minutos, las muestras se pesaron, y los sólidos aglutinantes se calcularon como promedio de los dos resultados. A continuación se puede producir un aglutinante con el contenido en sólidos aglutinantes deseado mediante dilución con la cantidad necesaria de agua, o agua y solución acuosa de silano al 10 % (Momentive VS-142).

Pérdida de reacción

La pérdida de reacción se define como la diferencia entre los sólidos de componente de aglutinante y los sólidos aglutinantes.

Características del curado - Mediciones de DMA (análisis mecánico dinámico)

Una solución de sólidos aglutinantes al 15 % se obtuvo tal como se ha descrito anteriormente. Filtros de microfibra de vidrio cortados y pesados de vidrio Whatman™ (GF/B, 150 mm Ø, n.° cat. 1821 150) (2,5 x 1 cm) se sumergieron en la solución de aglutinante durante 10 segundos. El filtro empapado de aglutinante resultante se secó a continuación en un "sándwich" que consiste en (1) una placa de metal de 8 X 8 X 1 cm de 0,60 kg, (2) cuatro capas de papeles de filtro convencionales, (3) el filtro de microfibra de vidrio empapado de aglutinante, (4) cuatro capas de papeles de filtro convencionales, (5) una placa de metal de 8 x 8 x 1 cm de 0,60 kg, durante aproximadamente 2x2 minutos aplicando un peso de 3,21 kg sobre la parte superior del "sándwich". En un experimento típico, el filtro de microfibra de vidrio Whatman™ cortado pesaría 0,035 g antes de la aplicación del aglutinante y 0,125 g después de la aplicación y secado, lo que corresponde a una carga de la solución aglutinante del 72 %. Todas las mediciones de DMA se realizaron con cargas de solución de aglutinante del 72±1 %.

Las mediciones de DMA se tomaron en un equipo Mettler Toledo DMA 1 calibrado frente a un termómetro certificado a temperatura ambiente y los puntos de fusión de indio y estaño certificados. El aparato se hizo funcionar en modo de flexión en voladizo simple; pinzas de titanio; distancia entre pinzas: 1,0 cm; tipo de segmento de temperatura; intervalo de temperatura 40-280 °C; velocidad de calentamiento 3 °C / min; desplazamiento 20 µm; frecuencia 1 Hz; modo de oscilación de frecuencia única. El principio y el fin del curado se evaluaron con el programa informático STARe Versión 12.00.

Estudios de resistencia mecánica

La resistencia mecánica de los aglutinantes se analizó en un ensayo con tablillas. Para cada aglutinante, se fabricaron cuatro tablillas a partir de una mezcla del aglutinante y trozos de lana mineral procedentes de la producción de lana mineral por hilado. Los trozos son partículas que tienen la misma composición del fundido que las fibras de lana mineral, y los trozos se consideran normalmente un producto residual del proceso de hilatura. Los trozos usados para la fabricación del comprimido tienen un tamaño de 0,25-0,50 mm.

Se obtuvo una solución de aglutinante con 15 % de sólidos aglutinantes que contiene 0,5 % de silano (Momentive VS-142) de sólidos aglutinantes, tal como se ha descrito anteriormente. A continuación, cuatro muestras de la solución aglutinante (cada una de 4,0 g) se mezclaron bien con cuatro muestras de trozos (cada una de 20,0 g). Las cuatro mezclas resultantes se transfirieron a continuación a cuatro recipientes de lámina de aluminio redondos (fondo Ø = 4,5 cm, superior Ø = 7,5 cm, altura = 1,5 cm). Una por una, las mezclas se presionaron fuertemente con un vaso de precipitados de vidrio de fondo plano adecuadamente dimensionado para conseguir una superficie uniforme de la tablilla. Las tablillas resultantes se curaron a continuación a 250 °C durante 1 h. Después de enfriar a temperatura ambiente, las tablillas se sacaron cuidadosamente de los recipientes. Dos de las cuatro tablillas se sumergieron a continuación en un baño de agua a 80 °C durante 3 h para simular el envejecimiento. Después de secar durante 1-2 días, las tablillas se rompieron manualmente en dos mitades, por lo que se puede evaluar la capacidad de un aglutinante dado para unir trozos entre sí. Los aglutinantes recibieron las notas fuerte (***), medio (**) o débil (*).

Para investigar las propiedades de los aglutinantes según la presente invención, se preparó un número elevado de composiciones de aglutinante según la presente invención, que se usaron para unir trozos de mineral y se compararon con los resultados correspondientes de aglutinantes según el estado de la técnica.

Los resultados de la evaluación de los aglutinantes según la presente invención y lo aglutinantes según el estado de la técnica se resumen en la Tabla 1.

Aglutinantes de referencia del estado de la técnica preparados como ejemplos comparativos

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia A

Una mezcla de ácido cítrico anhidro (1,7 g, 8,84 mmol) y dextrosa monohidrato (9,55 g; así eficazmente 8,68 g, 48,2 mmol de dextrosa) en agua (26,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente. Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,30 g; así eficazmente 0,36 g, 21,4 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación (pH = 5,18. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (16,8 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,121 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,113 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,008 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 5,0.

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia B

Este aglutinante es una resina de fenol-formaldehído modificada con urea, una PUF-resol.

Se preparó una resina de fenol-formaldehído haciendo reaccionar una solución acuosa de formaldehído al 37 % (606 g) y fenol (189 g) en presencia de una solución acuosa de hidróxido de potasio al 46 % (25,5 g) a una temperatura de reacción de 84 °C precedida por una velocidad de calentamiento de aproximadamente 1 °C por minuto. La reacción se continúa a 84 °C hasta que la tolerancia a ácido de la resina sea 4, y la mayoría del fenol se ha convertido. A continuación se añade urea (241 g) y la mezcla se enfría.

La tolerancia a ácido (AT) expresa el número de veces que un volumen dado de aglutinante se puede diluir con ácido sin que la mezcla se enturbie (precipite el aglutinante). Se usó ácido sulfúrico para determinar el criterio de finalización en una producción de aglutinante, y una tolerancia a ácido menor de 4 indica el final de la reacción aglutinante.

Para medir la AT, se preparó un agente de titulación diluyendo 2,5 ml de ácido sulfúrico conc. (>99 %) con 1 l de agua de intercambio iónico. Se valoraron volumétricamente a continuación 5 ml del aglutinante a investigar a temperatura ambiente con este agente de titulación manteniendo el aglutinante en movimiento con agitación mecánica; se prefiere, el uso de un agitador magnético y una varilla magnética. La valoración volumétrica se continúa hasta que aparece una ligera turbidez en el aglutinante, que no desaparece cuando el aglutinante se agita.

La tolerancia a ácido (AT) se calcula dividiendo la cantidad de ácido utilizada en la valoración volumétrica (ml) por la cantidad de muestra (ml):

AT= (Volumen usado en la valoración volumétrica [ml]) / (Volumen de muestra [ml])

Usando la resina de fenol-formaldehído modificada con urea obtenida, se prepara un aglutinante mediante la adición de una solución acuosa de amoniaco al 25 % (90 ml) y sulfato de amonio (13,2 g) seguido por agua (1,30 kg).

A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente y la mezcla se diluyó con la cantidad de agua requerida para las mediciones de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), o agua y silano (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes) para mediciones de resistencia mecánica.

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia C

Este aglutinante se basa en los productos de reacción de alcanolamina-anhídrido de ácido policarboxílico.

Se introduce dietanolamina (DEA, 231,4 g) en un reactor de 5 litros de vidrio provisto de agitador y camisa de calentamiento/enfriamiento. La temperatura de la dietanolamina se eleva a 60 °C, momento en que se añade anhídrido tetrahidroftálico (THPA, 128,9 g). Después de elevar la temperatura y mantenerla a 130 °C, se añade una segunda porción de anhídrido tetrahidroftálico (64,5 g) seguido por anhídrido trimelítico (TMA, 128,9 g). Después de reaccionar a 130 °C durante 1 hora, la mezcla se enfría a 95 °C. Se añade agua (190,8 g) y la agitación continúa durante 1 hora. Después de enfriar a temperatura ambiente, la mezcla se vierte en agua (3,40 kg) y se añade una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (9,6 g) y una solución acuosa de amoniaco al 25 % (107,9 g) con agitación. Se calienta jarabe de glucosa (1,11 kg) a 60 °C y, a continuación, se añade con agitación seguido por una solución acuosa al 50 % de silano (Momentive VS-142) (5,0 g).

A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente, y la mezcla se diluyó con la cantidad requerida de agua para las mediciones de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %).

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia D

Este aglutinante se basa en los productos de reacción de alcanolamina-anhídrido de ácido policarboxílico.

Se introduce dietanolamina (DEA, 120,5 g) en un reactor de 5 litros de vidrio provisto de agitador y camisa de calentamiento/enfriamiento. La temperatura de la dietanolamina se eleva a 60 °C, momento en que se añade anhídrido tetrahidroftálico (THPA, 67,1 g). Después de elevar la temperatura y mantenerla a 130 °C, se añade una segunda porción de anhídrido tetrahidroftálico (33,6 g) seguido por anhídrido trimelítico (TMA, 67,1 g). Después de reaccionar a 130 °C durante 1 hora, la mezcla se enfría a 95 °C. Se añade agua (241,7 g) y la agitación continúa durante 1 hora. A continuación se añade urea (216,1 g), y la agitación continúa hasta que todo el sólido se hubo disuelto. Después de enfriar a temperatura ambiente, la mezcla se vierte en agua (3,32 kg) y se añade una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (5,0 g) y una solución acuosa de amoniaco al 25 % (56,3 g) con agitación.

Se calienta jarabe de glucosa (1,24 kg) a 60 °C y, a continuación, se añade con agitación seguido por una solución acuosa al 50 % de silano (Momentive VS-142) (5,0 g).

A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente, y la mezcla se diluyó con la cantidad requerida de agua para las mediciones de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %).

Composiciones de aglutinante según la presente invención

En lo sucesivo, el número de entrada de los ejemplos de aglutinante corresponde al número de entrada usado en la Tabla 1.

Aglutinante de ejemplo, entrada 2

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y una solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; así eficazmente, 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente (pH 1,9). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,64 g; así eficazmente 0,46 g, 27,0 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,1. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (18,6 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,240 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,231 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,1.

Aglutinante de ejemplo, entrada 12

Una mezcla de ácido L-ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y una solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así eficazmente, 13,5 g de jarabe de glucosa) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente (pH 1,8). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,76 g; así eficazmente 0,21 g, 12,5 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,7. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (18,8 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,250 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,241 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,7.

Aglutinante de ejemplo, entrada 19

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y una solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; así eficazmente, 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente (pH 2,0). A continuación se añadió trietanolamina (3,22 g, 21,6 mmol) gota a gota hasta pH = 6,1. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (18,6 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,238 g / g mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,229 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,1.

Aglutinante de ejemplo, entrada 23

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y una solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; así eficazmente, 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una

solución transparente (pH 1,8). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,89 g; así eficazmente 0,53 g, 31,1 mmol) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 8,5. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (19,1 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,272 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,262 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 8,5.

Aglutinante de ejemplo, entrada 25

Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,75 g, 21,3 mmol) y xilosa (11,3 g, 62,5 mmol) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 2,0). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,72 g; así eficazmente 0,48 g, 28,3 mmol) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,0. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (17,5 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,168 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,159 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,0.

Aglutinante de ejemplo, entrada 30

Una mezcla de ácido deshidroascórbico (3,75 g, 21,5 mmol) y una solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (15,0 g; así eficazmente, 11,3 g de jarabe de glucosa) en agua (31,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente (pH 1,6). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (5,11 g; así eficazmente 1,43 g, 84,0 mmol) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,4. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (18,8 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,253 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,244 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,009 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,4.

Aglutinante de ejemplo, entrada 38

Una mezcla de ácido L-ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y una solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así eficazmente, 13,5 g de jarabe de glucosa) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente. Una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; así eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) se añadió a continuación (pH 1,3). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,99 g; así eficazmente 0,28 g, 16,3 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,7. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (20,1 %).

Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,341 g / g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,331 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,4.

El resto de aglutinantes mencionados en la Tabla 1 se prepararon de una forma análoga a la preparación anteriormente mostrada.

Tabla 1-1

	Aglutinantes de referencia				Ácido ascórbico o deriv., jarabe de glucosa, amoniaco							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amoniaco						
Entrada	A	B	C	D	1	2	3	4	5	6	7	8	9	2	10	11	12	13
Composición de aglutinante																		
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) [a]																		
Ácido L-ascórbico	-	-	-	-	100	25	-	-	100	25	-	50	75	25	20	15	10	5
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Ácido deshidroascórbico					-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) [a]																		
Jarabe de glucosa	-	-	-	-	-	-	-	75	-	75	100	50	25	75	80	85	90	95
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) [a]																		
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) [b]																		
Amoniaco	-	-	-	-	1,4	1,3	-	-	-	-	-	1,1	1,1	1,3	1,4	1,3	1,5	1,5
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Aglutinantes de referencia				Ácido ascórbico o deriv., jarabe de glucosa, amoniaco							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amoniaco						
Entrada	A	B	C	D	1	2	3	4	5	6	7	8	9	2	10	11	12	13
Propiedades del aglutinante																		
Inicio del curado (°C)	144	159	178	196	167	171	181	185	193	212	221	160	167	171	184	193	202	208
Fin del curado (°C)	166	172	210	220	183	194	212	207	208	239	247	184	183	194	202	209	218	228
Pérdida de reacción (%)	39,3	28,5	28,9	30,6	40,4	37,8	41,8	44,2	30,4	28,6	-	40,4	41,0	37,8	37,9	38,0	37,4	39,3
pH de sol. al 15 %	5,0	10,0	6,1	6,2	5,9	6,1	6,8	7,1	1,8	2,2	8,4	6,1	6,1	6,1	6,4	6,2	6,7	7,5
Resistencia mecánica, no envejecido	***	***	***	**	*	***	*	*		*	***	*	-	***	***	***	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	***	**	*	**	*	*	*	*	**	*		**	***	***	***	**

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Tabla 1-2

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina, pH					
Entrada	14	15	16	2	17	18	19	20	21	22	23	2	24
Composición de aglutinante													
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) [a]													
Ácido L-Ascórbico o	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
Ácido D-Isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) [a]													
Jarabe de glucosa	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Aditivo (% en peso) [a]													
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) [b]													
Amoniaco	-	-	-	1,3	-	-	-	-	-	-	1,5	1,3	1,0
Piperazina	1,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	1,0	-	-	-	-	-	1,0	1,0	0,9	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	1,4	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante													
	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina							Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amina, pH					
Entrada	14	15	16	2	17	18	19	20	21	22	23	2	24
Inicio del curado (° C)	147	168	171	171	182	183	191	168	168	172	170	171	174
Fin del curado (° C)	174	194	195	194	201	208	212	194	194	196	194	194	196
Pérdida de reacción (%)	43,0	38,2	33,3	37,8	37,0	44,1	45,7	38,2	36,0	36,0	36,2	37,8	36,3
pH de sol. al 15 %	5,5	6,4	6,2	6,1	5,7	6,2	6,1	6,4	8,1	5,0	8,5	6,1	5,2
Resistencia mecánica, no envejecido	*	**	**	***	**	***	***	**	***	***	***	***	**
Resistencia mecánica, envejecido	*	**	**	**		***	***	**	**	**	**	**	**

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Tabla 1-3

	Ácido ascórbico + carbohidrato + amoniaco				Derivado de ácido ascórbico + jarabe de glucosa + amoniaco					
Entrada	25	2	26	27	2	28	29	30	31	32
Composición de aglutinante										
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)										
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	-	18,8	-	18,8	-
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	6,2	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	6,2	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	25	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	25
Carbohidrato (% en peso)										
Jarabe de glucosa	-	75	-	-	75	75	75	75	75	75
Xilosa	75	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	75	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	75	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) [a]										
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) [b]										
Amoniaco	1,3	1,3	1,3	1,4	1,3	1,3	1,1	3,9	1,1	1,7
Piperazina										

Hexametilendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante										
Inicio del curado (° C)	166	171	184	197	171	173	176	181	181	185
Fin del curado (° C)	185	194	207	221	194	197	197	203	199	204
Pérdida de reacción (%)	41,5	37,8	40,8	36,9	37,8	37,9	37,6	36,9	38,3	40,2
pH de sol. al 15 %	6,0	6,1	6,4	6,4	6,1	6,3	6,1	6,4	6,2	6,1
Resistencia mecánica, no envejecido	**	***	**	***	***	***	***	**	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	**	**	**	**	**	**	**	***

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. PA Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Tabla 1-4

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral + amoniaco															
Entrada	33	34	35	36	2	37	38	39	40	41	42	43	12	44	13	45
Composición de aglutinante																
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) [a]																
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	10	10	10	10	10	10	10	10	5	5	-
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) [a]																
Jarabe de glucosa	75	75	75	75	75	90	90	90	90	90	90	90	90	95	95	100
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) [a]																
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	5	2	1	0,5		5	2	-	-	1	0,5	-	-	5	-	2
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-	-
Amina (equiv.) [b]																
Amoniaco	1,1	1,2	1,2	1,2	1,3	1,2	1,2	1,5	1,4	1,4	1,2	1,1	1,5	1,2	1,5	1,7
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante																
Inicio del curado (° C)	139	144	159	166	171	148	172	175	185	187	196	200	202	155	208	205
Fin del curado (° C)	157	179	190	193	194	169	193	199	203	206	214	221	218	175	228	236
Pérdida de reacción (%)	33,8	35,6	36,2	36,8	37,8	33,8	33,4	30,8	34,7	33,5	34,8	30,8	37,4	34,0	39,3	28,0
	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral + amoniaco															
Entrada	33	34	35	36	2	37	38	39	40	41	42	43	12	44	13	45
pH de sol. al 15 %	6,1	6,0	6,3	6,1	6,1	6,4	6,4	6,2	6,1	6,5	6,5	6,2	6,7	6,3	7,5	8,4
Resistencia mecánica, no envejecido	**	***	**	***	***	***	***	***	**	***	***	***	***	**	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	**	**	**	**	***	**	*	**	***	***	***	*	**	*

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Tabla 1-5

	Ácido ascórbico + jarabe de glucosa + ácido mineral y/o urea + amoniaco									
Entrada	46	34	47	48	2	49	38	50	51	12
Composición de aglutinante										
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso) [a]										
Ácido L-ascórbico	25	25	25	25	25	10	10	10	10	10
Ácido D-isoascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de calcio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ascorbato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido deshidroascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido 5,6-isopropilidenascórbico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Carbohidrato (% en peso) [a]										
Jarabe de glucosa	75	75	75	75	75	90	90	90	90	90
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fructosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sacarosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) [a]										
Urea	10	-	10	20		10		10	20	
Ácido hipofosforoso	2	2	-	-	-	2	2	-	-	-
Ácido sulfúrico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido fosfórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido bórico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) [b]										
Amoniaco	1,1	1,2	1,2	1,5	1,3	1,2	1,2	1,7	1,4	1,5
Piperazina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hexametilendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
m-Xililendiamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietilentriamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Dietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Propiedades del aglutinante										
Inicio del curado (° C)	156	144	177	183	171	166	172	194	195	202
Fin del curado (° C)	195	179	204	209	194	195	193	217	215	218
Pérdida de reacción (%)	37,6	35,6	39,2	40,4	37,8	35,3	33,4	37,5	38,6	37,4
pH de sol. al 15 %	6,1	6,0	6,0	6,1	6,1	6,5	6,4	6,1	6,3	6,7
Resistencia mecánica, no envejecido	*	***	*	*	***	**	***	*		***
Resistencia mecánica, envejecido	*	**	*	*	**	*	***	*	*	***

[a] De ácido ascórbico (o derivado) + carbohidrato. [b] Equivalentes molares con respecto a ácido ascórbico (o derivado) + ácido mineral.

Las siguientes observaciones y conclusiones se pueden obtener del trabajo experimental documentado en la Tabla de 1-1 a 1-5:

Combinaciones de ácido L-ascórbico, sales de ascorbato, jarabe de glucosa y amoniaco a pH 6

Los componentes aglutinantes ácido L-ascórbico, sales de ascorbato, amoniaco y jarabe de glucosa se mezclaron en varias combinaciones y cantidades.

Combinaciones de ácido L-ascórbico, jarabe de glucosa y varias aminas a pH 6

Se sometió a ensayo una amplia y variada selección de aminas.

• Observaciones: Las temperaturas de curado se pueden modular considerablemente cambiando el componente de amina. Se pueden conseguir coincidencias o incluso mejores resistencias mecánicas mediante el uso de hexametilendiamina, m-Xililendiamina, dietanolamina o trietanolamina en lugar del amoniaco.

Combinaciones de ácido L-ascórbico, jarabe de glucosa y aminas a pH 5-8,5

Se investigó la influencia del pH de la composición de aglutinante.

Combinaciones de ácido L-ascórbico, varios carbohidratos y amoniaco a pH 6

Se investigó una variada selección de carbohidratos.

Observaciones:

• Las temperaturas de curado se pueden modular considerablemente cambiando el componente de carbohidratos. Las propiedades mecánicas se conservan ampliamente.

Combinaciones de ácido ascórbico, variantes y derivados, jarabe de glucosa y amoniaco a pH 6

Se sometió a ensayo una selección de variantes de ácido ascórbico, tales como sales, estereoisómeros y ácido ascórbico oxidado.

Observaciones:

• Las propiedades aglutinantes no cambian considerablemente. Las propiedades mecánicas se conservan ampliamente.

Combinaciones de ácido L-ascórbico, jarabe de glucosa, ácidos minerales y amoniaco a pH 6

Una selección de ácidos minerales se evaluó como aditivos.

Observaciones:

• La inclusión de ácidos minerales disminuye las temperaturas de inicio de curado y de finalización del curado y disminuye las pérdidas de reacción, y las propiedades mecánicas se conservan ampliamente.

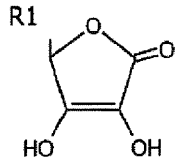
• La inclusión de ácido hipofosforoso o ácido sulfúrico mejora además las propiedades de la composición acuosa de aglutinante según la presente invención

REIVINDICACIONES

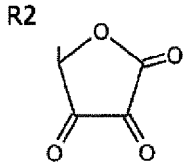
1. Una composición acuosa de aglutinante para fibras minerales que comprende

un componente (i) en forma de uno o más compuestos seleccionados de

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina;
- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina;

un componente (ii) en forma de uno o más compuestos seleccionados del grupo de amoniaco, aminas o cualesquiera sales de los mismos;
un componente (iii) en forma de uno o más carbohidratos.

2. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 1, en donde el componente (i) se selecciona del grupo de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico, ácido deshidroascórbico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro.

3. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 1 o 2, en donde el componente (ii) se selecciona del grupo de amoniaco, piperazina, hexadimetilendiamina, m-xililendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, monoetanolamina, dietanolamina y/o trietanolamina.

4. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (iii) se selecciona del grupo de dextrosa, jarabe de glucosa, xilosa, fructosa o sacarosa.

5. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende el componente (i) en forma de ácido ascórbico; el componente (ii) en forma de amoniaco y/o dietanolamina y/o trietanolamina;
el componente (iii) en forma de dextrosa y/o un jarabe de glucosa con una ED de 60-99.

6. Un aglutinante acuoso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la proporción de componentes (i), (ii) y (iii) está comprendida en el intervalo de 1 % a 50 % en peso de componente (i) basándose en la masa de componentes (i) y (iii), de 50 % a 99 % en peso de componente (iii) basándose en la masa de componentes (i) y (iii), y de 0,1 a 10,0 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a componente (i).

7. Una composición acuosa de aglutinante de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (iv) en forma de uno o más aditivos, preferiblemente de uso catalítico.

8. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 7, en donde el componente (iv) es un ácido mineral o sales del mismo, y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,05 % a 10 % en peso, tal como de 1 % a 7 % en peso, basándose en la masa de componentes (i) y (iii), por lo que el componente (ii) está preferiblemente presente en la cantidad de 0,1 a 10 equivalentes molares de componente (ii) con respecto a los equivalentes molares combinados de componente (i) y componente (iv).

9. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 8, en donde el aditivo se selecciona del grupo de sales de sulfato de amonio, sales de fosfato de amonio, sales de nitrato de amonio y sales de carbonato de amonio.

10. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 8, en donde el aditivo se selecciona del grupo de ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido hipofosforoso y ácido fosfórico.

11. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (v) en forma de una o más siliconas reactivas o no reactivas.

12. Una composición acuosa de aglutinante de la reivindicación 11, en donde el componente (v) se selecciona del grupo que consiste en silicona constituida de una cadena principal compuesta de restos organosiloxano, especialmente restos difenilsiloxano, restos alquilsiloxano, preferiblemente restos dimetilsiloxano, que portan al menos un grupo funcional hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinilo que puede reaccionar con al menos uno de los constituyentes de la composición de aglutinante y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,1 % a 15 % en peso, preferiblemente de 0,1 % a 10 % en peso, más preferiblemente de 0,3 % a 8 % en peso, basándose en los sólidos aglutinantes.

13. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, por lo que la composición acuosa de aglutinante comprende además un componente (vi) en forma de urea, preferiblemente en una cantidad de 0 % a 40 % en peso, preferiblemente de 0 % a 20 % en peso de urea, basándose en la masa de componentes (i) y (iii).

14. Una composición acuosa de aglutinante de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde >95 % en peso del contenido en sólidos total de la composición está formado por componente (i), componente (ii), componente (iii), componente (iv), componente (v) y componente (vi), basándose en el contenido en sólidos de componente de aglutinante.

15. Un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con una composición de aglutinante según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, y curar la composición de aglutinante.

16. Producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14.