

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 627 215**

51 Int. Cl.:

<b>C08G 14/08</b>	(2006.01)
<b>C09J 161/24</b>	(2006.01)
<b>C09J 161/34</b>	(2006.01)
<b>C08J 5/04</b>	(2006.01)
<b>E04B 1/76</b>	(2006.01)
<b>C03C 25/26</b>	(2006.01)
<b>C03C 25/34</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.12.2007 PCT/FR2007/052561**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.07.2008 WO08084173**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2007 E 07871974 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 2091986**

54 Título: **Composición de encolado para fibras minerales que comprende una resina fenólica, y productos resultantes**

30 Prioridad:

**22.12.2006 FR 0655878**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**27.07.2017**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)  
18, AVENUE D'ALSACE  
92400 COURBEVOIE, FR**

72 Inventor/es:

**DOUCE, JÉRÔME;  
DEKONINCK, ALEXANDRA y  
CHOPIN, VÉRONIQUE**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**Observaciones :**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 627 215 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Composición de encolado para fibras minerales que comprende una resina fenólica, y productos resultantes

La invención se refiere a la fabricación de productos de aislamiento formados por fibras minerales, más especialmente a una composición de encolado para dichas fibras, especialmente fibras finas.

- 5 Los productos de aislamiento a base de fibras minerales pueden formarse a partir de fibras obtenidas por diversos procedimientos, por ejemplo según la técnica conocida de fibraje centrífugo interno o externo. La centrifugación consiste en introducir el material en fusión (en general vidrio o una roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de pequeños orificios, siendo proyectada la materia hacia la pared periférica del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga y escapándose de éste en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y arrastrados por una corriente de gas que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, hacia un órgano receptor para formar una capa de fibras.

- 10 Para asegurar el ensamblaje de las fibras entre sí y permitir que la capa tenga cohesión, se proyecta sobre las fibras, a la salida del dispositivo centrífugo, una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible. La capa de fibras recubiertas con el encolado se somete a un tratamiento térmico (a una temperatura superior a 100°C) a fin de efectuar la policondensación de la resina y obtener así un producto de aislamiento térmico y/o acústico con propiedades específicas, principalmente una estabilidad dimensional, una resistencia a la tracción, una recuperación de espesor después de la compresión y un color homogéneo.

La composición de encolado se compone de la resina (generalmente en forma de solución acuosa), urea, un catalizador de reticulación, opcionalmente aditivos tales como silanos y aceites minerales, y agua.

- 20 Las resinas termoendurecibles más frecuentemente utilizadas son las resinas fenólicas que pertenecen a la familia de los resoles. Los resoles se obtienen por condensación de fenol y formaldehído en presencia de un catalizador básico en una relación molar formaldehído/fenol generalmente superior a 1 a fin de favorecer la reacción entre el fenol y el formaldehído y para disminuir el contenido de fenol restante en la resina.

- 25 La urea se introduce en la composición de encolado para atrapar el formaldehído libre en forma de condensados de urea-formaldehído.

- El catalizador puede ser un ácido fuerte o una sal de amonio de dicho ácido que actúa como catalizador latente, por ejemplo una sal de amonio del ácido sulfámico, del ácido oxálico, del ácido sulfúrico, del ácido metansulfónico, del ácido toluensulfónico y del ácido fenolsulfónico (documento US nº 5.952.440). Normalmente, el catalizador es el sulfato de amonio. Si se demuestra que es muy eficaz en términos de reticulación de la resina, el sulfato de amonio, sin embargo, puede conducir a la gelificación prematura de la resina (pregelificación) que afecta a la calidad del producto de aislamiento final, principalmente a sus propiedades mecánicas que se encuentran disminuidas por el hecho de que la resina no puede unir correctamente las fibras. Además, el sulfato de amonio se utiliza generalmente en mezcla con un inhibidor tal como el amoníaco, cuya función es mantener la composición de encolado a un pH básico (igual o superior a 7) de manera que permanezca estable hasta el tratamiento térmico de reticulación de la resina. En el documento WO 02/26653, a la composición de encolado del tipo mencionado se añade al menos un sulfito y al menos un precursor de éste con el fin de mejorar la resistencia mecánica de los productos de aislamiento a base de lana mineral después del envejecimiento, en particular en medio húmedo.

- 40 La reglamentación en materia de protección del medio ambiente cada vez más restrictiva obliga a los fabricantes de productos de aislamiento a buscar soluciones que permitan reducir las emisiones indeseables generadas por este tipo de composición de encolado.

Se sabe que, en las condiciones de temperatura aplicadas al tratamiento de la capa de fibras encoladas en la estufa, los condensados de urea-formaldehído no son térmicamente estables y se descomponen liberando formaldehído y urea, a su vez degradada en amoníaco. Se admite igualmente que el amoníaco es apto asimismo para descomponerse en gas amoníaco en estas mismas condiciones.

- 45 Hay por tanto necesidad de disponer de composiciones de encolado que pueden reticular a una temperatura más baja para reducir las emisiones contaminantes a la atmósfera.

Además, han aparecido recientemente productos que incorporan fibras finas que presentan mejores propiedades de aislamiento, en particular una conductividad térmica  $\lambda$  inferior a 40 mW/(m.K).

- 50 La obtención de dichos productos, sin embargo, se hace difícil por el hecho de que la capa de fibras encoladas tiene un poder aislante importante y que por consiguiente la temperatura en el corazón de la capa es insuficiente para permitir la reticulación completa de la resina. Una forma de paliar este inconveniente consiste en aumentar el tiempo de residencia de la capa en la estufa, pero esto se traduce en una disminución de la productividad y un coste adicional en el calentamiento de la estufa.

También hay una necesidad de disponer de composiciones de encolado que pueden reticular a una temperatura

inferior para permitir la obtención de productos aislantes formados por fibras minerales finas en condiciones operatorias habituales sin tener que prolongar el tiempo de tratamiento de la capa en la estufa.

5 Para conseguir estos objetivos, la presente invención propone una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible, urea y un catalizador de reticulación, ocasionalmente aditivos, que se caracteriza por que dicho catalizador es una mezcla en una relación molar de sulfamato de amonio a sulfato de amonio que varía de 0,40:0,60 a 0,60:0,40.

La invención también tiene por objeto la utilización de la composición de encolado para unir fibras minerales a fin de formar productos de aislamiento térmico y/o acústico de baja conductividad térmica  $\lambda$ , en particular inferior a 40 mW/(m.K), y los productos así obtenidos.

10 Según la invención, la composición de encolado se asocia, como catalizador de reticulación de la resina, sulfamato de amonio y sulfato de amonio.

15 La asociación de sulfamato de amonio y de sulfato de amonio tiene como ventaja principal reducir la temperatura de reticulación de la resina sin aumentar el riesgo de gelificación de la resina sobre las fibras antes del tratamiento térmico para obtener el unión definitiva de las fibras en el producto de aislamiento final. Inesperadamente, se ha observado un efecto sinérgico relacionado con la asociación de dos compuestos mencionados anteriormente lo que se traduce por el mantenimiento del tiempo de pregelificación a un nivel cercano al que se obtiene utilizando el sulfamato de amonio solo o en ciertas condiciones descritas más adelante por un aumento del tiempo de pregelificación.

20 Además, dicha asociación permite conferir a la composición de encolado una estabilidad tal que no es necesario añadir amoniaco, lo que contribuye a reducir las emisiones de amoniaco en la estufa.

En general, la tasa de sulfamato de amonio y de sulfato de amonio varía de 2 a 8% en peso de materias sólidas de la resina y urea, preferiblemente de 2,5 a 6%, y ventajosamente 2,6 a 4,2%.

25 La resina termoendurecible según la invención se selecciona entre las resinas fenólicas obtenidas por reacción de un compuesto fenólico y un aldehído en presencia de un catalizador básico, en un relación molar aldehído/compuesto fenólico superior a 1.

Preferiblemente, el compuesto fenólico es fenol y el aldehído es el formaldehído.

La resina termoendurecible puede comprender una o varias resinas fenólicas mencionadas anteriormente.

Dichas resinas se pueden preparar según un ciclo de temperatura que comprende tres fases: una fase de calentamiento, una meseta de temperatura y una fase de enfriamiento.

30 En la primera fase, se hace reaccionar el aldehído y el compuesto fenólico en presencia de un catalizador básico calentando gradualmente a una temperatura comprendida entre 60 y 75°C, preferiblemente a aproximadamente 70°C. La relación molar aldehído/compuesto fenólico es superior a 1, preferentemente varía de 2 a 5, y preferiblemente de 2,3 a 4,2.

35 El catalizador puede seleccionarse entre los catalizadores conocidos para los expertos en la técnica, por ejemplo trietilamina, cal (CaO) y los hidróxidos de metales alcalinos o alcalinotérreos, por ejemplo los hidróxidos de sodio, de potasio, de calcio o de bario. Se prefieren el de sodio y la cal.

La cantidad de catalizador varía de 2 a 15% en peso con respecto al peso de fenol de partida, preferentemente de 5 a 9%, y preferiblemente de 6 a 8%.

40 En la segunda fase, la temperatura de la mezcla de reacción que se alcanza después de calentar la mezcla de reacción (final de la primera etapa) se mantiene hasta que la tasa de conversión del fenol es al menos igual a 90%, preferentemente al menos 93% y ventajosamente al menos 97%.

Por "tasa de conversión del compuesto fenólico" se entiende el porcentaje de compuesto fenólico que ha participado en la reacción de condensación con el aldehído con relación al compuesto fenólico de partida.

45 La tercera fase de enfriamiento interviene en una etapa de condensación, que corresponde a una resina que se puede diluir todavía con agua (capacidad de dilución superior a 1.000%). La temperatura final de la mezcla enfriada es del orden de 20 a 25°C.

50 La capacidad de dilución se define aquí por el volumen de agua desionizada que es posible, a una temperatura dada, añadir a una unidad de volumen de la solución acuosa de resina antes de la aparición de una turbidez permanente. En general se considera que una resina es adecuada para ser utilizada en una composición de encolado cuando su capacidad de dilución es igual o superior al 1.000%, a 20°C.

En la tercera fase, es posible desde el inicio del enfriamiento ("en caliente") y hasta el enfriamiento completo ("en

frío”) añadir un compuesto que contiene un átomo de nitrógeno que puede reaccionar con el aldehído libre, por ejemplo urea y/o una (de las) alcanolamina(s).

- 5 La resina obtenida se neutraliza hasta la obtención de un pH de inferior o igual a 9, preferentemente inferior o igual a 8,5, y ventajosamente inferior o igual a 8 por adición de un ácido, preferentemente ácido sulfúrico o ácido sulfámico, para detener las reacciones de condensación del compuesto fenólico y del aldehído. De manera particularmente ventajosa, el pH es superior o igual a 4.

Las resinas obtenidas por reacción de fenol y formaldehído presentan una tasa de fenol libre inferior o igual al 2% en peso total de líquido y una tasa de formaldehído libre inferior o igual al 10% en peso total de líquido.

La resina fenólica presenta una capacidad de dilución, medida a 20 C, al menos igual a 1.000%.

- 10 A la resina fenólica obtenida se puede añadir urea en una cantidad suficiente para reaccionar con el aldehído libre que puede representar hasta 50 partes en peso por 100 partes en peso de resina y urea, preferentemente de 20 a 45 partes en peso.

La adición de urea se hace generalmente por simple mezcla con la resina fenólica, preferentemente a temperatura ambiente, especialmente entre 20 y 25°C.

- 15 Según una primera variante, se añade urea a la resina para formar una “premezcla” que puede conservarse durante algún tiempo antes de mezclarse con los demás constituyentes para formar la composición de encolado aplicada a las fibras minerales. La urea contenida en la premezcla puede representar la totalidad de la urea a añadir, o sólo una parte y el resto introducirse durante la fabricación de la composición de encolado.

- 20 Según una segunda variante, la preparación de la composición de encolado se hace de manera improvisada, por simple mezcla de urea y otros constituyentes.

La composición de encolado según la invención puede comprender además los siguientes aditivos en las siguientes proporciones calculadas sobre la base de 100 partes en peso de materias sólidas de resina y de urea:

- 0 a 2 partes de silano, en particular, un aminosilano,
- 0 a 20 partes de aceite, generalmente de 4 a 15 partes.

- 25 La función de los aditivos es conocida y brevemente recordada: el silano es un agente de acoplamiento entre las fibras y la resina, y desempeña asimismo la función de agente contra el envejecimiento; los aceites son agentes antipolvo e hidrófobos.

- 30 La composición de encolado puede comprender además al menos un sacárido, que tiene por función reducir la cantidad de resina fenólica en el encolado a fin de reducir el coste. La naturaleza del sacárido y su contenido en la composición de encolado se eligen de manera que no modifique sustancialmente las propiedades del aglutinante en el producto de aislamiento final. Se prefieren los sacáridos de origen natural, por ejemplo la melaza, principalmente de la caña de azúcar o de remolacha. El sacárido se puede añadir a la composición de encolado en una proporción que puede ir hasta 15 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de materias sólidas de resina, de urea y de sacárido.

- 35 La composición de encolado puede aplicarse sobre fibras minerales, especialmente fibras de vidrio o de roca

Los productos aislantes acústicos y/o térmicos obtenidos a partir de estas fibras encoladas constituyen un objeto de la presente invención. En particular, la aplicación de la composición de encolado sobre fibras finas permite obtener productos aislantes que presentan una conductividad térmica  $\lambda$  inferior a 40 mW/(m.K).

Los siguientes ejemplos permiten ilustrar la invención sin limitarla.

- 40 En los ejemplos, se utilizan los siguientes métodos analíticos:

- la temperatura de reticulación se determina por el método llamado análisis mecánico dinámico (DMA) que permite caracterizar el comportamiento viscoelástico de un material polimérico. Se procede de la manera siguiente: una muestra de papel de vidrio se impregna con la solución acuosa a ensayar (30% en peso de materias sólidas) y se fija horizontalmente entre dos mordazas fijas. Se aplica un elemento oscilante sobre la cara superior de la muestra y se conecta a un dispositivo de medida de la tensión en función de la deformación aplicada lo que permite calcular el módulo de elasticidad E. La muestra se calienta a una temperatura que varía de 30 a 250°C a una velocidad de 4°C/minuto. A partir de las mediciones, se establece la curva de variación del módulo de elasticidad E (en MPa) en función de la temperatura (en °C). La temperatura en el punto de inflexión (dE/dt máx) de la curva corresponde a la temperatura de reticulación, expresada en °C.

- 50 - el tiempo de pregelificación se mide de la manera siguiente: se coloca una solución acuosa al 30% en peso de materias sólidas en un reómetro en configuración plano-plano y se mide la viscosidad en oscilación bajo una

## ES 2 627 215 T3

deformación constante (0,1%) a 80°C (isoterma). El tiempo de pregelificación, en segundos, es el tiempo necesario para obtener una viscosidad igual a 8 Pa.s

- la resistencia a la tracción se mide según la norma ASTM C 686-71T sobre una muestra cortada por estampado en el producto aislante. La muestra tiene la forma de un toro 122 mm de longitud, 46 mm de ancho, un radio de curvatura de corte del borde exterior igual a 38 mm y un radio de curvatura del borde interior igual a 12,5 mm. La muestra se coloca entre dos mandriles cilíndricos de una máquina de ensayo, uno de los cuales es móvil y se desplaza a velocidad constante. Se mide la fuerza de rotura F (en N) de la muestra y se calcula resistencia a la tracción por la relación de la fuerza de rotura F a la masa de la muestra, expresado en N/g.

### Ejemplo 1

- 10 Composición de encolado para uso improvisado.

Se prepara una resina fenólica haciendo reaccionar formaldehído y fenol (relación molar de formaldehído/fenol igual a 3,2) en presencia de catalizador (NaOH; 6% en peso con respecto al fenol) en las condiciones de temperatura descritas anteriormente hasta una tasa de conversión de fenol superior al 97%. La resina se neutraliza a continuación a pH 7,3 con ácido sulfámico.

- 15 Se mezcla de 70 partes en peso de la resina fenólica y 30 partes en peso de urea. Se añade agua a la mezcla de manera que se obtenga un contenido en materias sólidas igual al 30%.

A partir de la mezcla, se realizan varias composiciones mediante la adición de los compuestos siguientes:

Composición A: 2,5 partes de sulfamato de amonio + 2,5 partes de sulfato de amonio

Composición B: 2,5 partes de sulfamato de amonio

- 20 Composición C: 2,5 partes de sulfato de amonio

Composición D: 5 partes de sulfamato de amonio

Composición E: 5 partes de sulfato de amonio

Composición F: 1 parte de sulfato de amonio + 2 partes de una solución de amoniaco al 20% en peso.

- 25 En la siguiente Tabla 1 figuran las mediciones de la temperatura de reticulación y del tiempo de pregelificación de las composiciones anteriormente mencionadas

Tabla 1

Composición	Temperatura de reticulación (°C)	Temperatura de pregelificación (segundos)
A	142	700
B (comparativa)	148	430
C (comparativa)	146	260
D (comparativa)	141	300
E (comparativa)	142	100
F (Referencia)	154	1.250

- 30 La composición A que combina sulfamato de amonio y sulfato de amonio presenta un tiempo de pregelificación (700 segundos) mucho mayor en comparación con la de la composición B (430 segundos) y la composición C (260 segundos), mientras que se espera tener un valor intermedio entre estos dos valores. Esto indica un efecto sinérgico entre el sulfamato de amonio y el sulfato de amonio. Incluso si el tiempo de pregelificación de la composición A se reduce a la mitad en comparación con la composición F de referencia, es todavía lo suficientemente elevado como para ser aplicado en las fibras en las condiciones habituales de producción de productos aislantes.

- 35 La temperatura de reticulación de la composición A se reduce en comparación con las composiciones B y C, respectivamente 6 y 4°C, y se sitúa al mismo nivel que la de las composiciones D y E a niveles de catalizador equivalentes. La disminución de la temperatura es importante (12°C) en comparación con la composición F de

referencia.

Ejemplo 2

Composición de encolado utilizando una “premezcla” de resina fenólica y urea.

5 Se mezclan 63 partes en peso de la resina fenólica del ejemplo 1 y 37 partes en peso de urea. Se añade agua a la mezcla de manera que se obtenga un contenido en materias sólidas igual a 30%, y la mezcla se deja en agitación durante al menos 48 horas.

A partir de la mezcla, se realizan varias composiciones mediante la adición de los compuestos siguientes:

Composición G: 1 parte de sulfamato de amonio + 1 parte de sulfato de amonio

Composición H: 2,1 partes de sulfamato de amonio + 2,1 parte de sulfato amonio

10 Composición I: 2,1 partes de sulfamato de amonio

Composición J: 2,1 partes de sulfato de amonio

Composición K: 4,2 partes de sulfamato de amonio

Composición L: 4.2 partes de sulfato de amonio

Composición M: 1,1 partes de sulfato de amonio + 0,5 partes de una solución de amoníaco al 20% en peso

15 En la tabla 2 siguiente figuran las mediciones de la temperatura de reticulación y del tiempo de pregelificación de las composiciones mencionadas anteriormente

Tabla 2

Composición	Temperatura de reticulación (°C)	Tiempo de pregelificación (segundos)
G	150	4.400
H	145	4.700
I (comparativa)	156	5.000
J (comparativa)	155	1.860
K (comparativa)	145	3.500
L (comparativa)	144	1.300
M (referencia)	158	5.000

20 La composición G que comprende una mezcla de sulfamato de amonio y sulfato de amonio presenta una temperatura de reticulación más baja con relación las composiciones I y J que contiene respectivamente sulfamato de amonio y sulfato de amonio, en cantidad total equivalente, mientras que mantiene un tiempo de pregelificación elevado, comparable al de la composición I.

25 El aumento de la cantidad total de sulfamato de amonio y sulfato de amonio en la composición H permite disminuir la temperatura de reticulación 5°C y aumentar el tiempo de pregelificación 300 segundos en comparación con la composición G.

La temperatura de la reticulación composición H es comparable a la de las composiciones K y L, mientras que el tiempo de pregelificación es mucho mayor que el tiempo de pregelificación más elevado (composición K), lo que demuestra una sinergia entre el sulfamato de amonio y el sulfato de amonio.

30 Las composiciones G y H presentan un tiempo de pregelificación comparable a la composición M de referencia y una temperatura de reticulación disminuida de 8 y 13°C, respectivamente.

Ejemplo 3

Fabricación de un producto aislante a base de fibras de vidrio

Se prepara una mezcla de la resina fenólica del ejemplo 1 (63 partes en peso) y urea (37 partes en peso) en las condiciones del ejemplo 2, a la que se añade los compuestos siguientes:

5 Composición N: 1,7 partes de sulfamato de amonio + 1,7 partes de sulfato de amonio + 0,5 partes de silano (Silquest A-1100<sup>®</sup> comercializado por GE Silicones)

Composición O: 1,1 partes de sulfato de amonio + 0,4 partes de una solución de amoníaco al 20% en peso + 0,5 partes de silano (Silquest A-1100<sup>®</sup> comercializado por GE Silicones).

10 Estas composiciones de encolado se emplean en una línea de fabricación de productos aislantes a base de lana de vidrio: las composiciones de encolado se diluyen de manera que se pulverizan por separado sobre filamentos de vidrio formados en un dispositivo centrífugo, antes de ser recogidos sobre una cinta transportadora en forma de una capa que se dirige hacia una estufa equipada con ventiladores pulsantes de aire a 250 o 265°C para asegurar la reticulación del encolado.

A la salida de la chimenea de la estufa, se mide la cantidad de amoníaco liberado durante el tratamiento térmico de la capa.

15 Los productos obtenidos presentan un espesor de 160 mm, una densidad de 19,5 kg/m<sup>3</sup> y una pérdida por combustión ("Pérdida en la ignición" LOI) igual al 7%. En los productos, se mide la resistencia a la tracción y la conductividad térmica  $\lambda$ .

Los resultados de las mediciones se resumen en la tabla 3 a continuación.

Tabla 3

Composición	Temperatura de la estufa (°C)	Conductividad térmica $\lambda$ mW/(m.K)	Resistencia a la tracción (N/g)	Emisiones de amoníaco (mg/Nm <sup>3</sup> )
N	265	33,6	2,50	33
N	250	33,6	2,89	n. d.
O (referencia)	265	33,6	2,55	169

20 n. d.: no determinada

El producto aislante obtenido a partir de la composición de encolado N reticulado a 265°C libera una cantidad de amoníaco aproximadamente 5 veces más baja que el producto tratado con la composición O de referencia.

25 La reticulación de la composición de encolado N a una temperatura de 250°C es satisfactoria; el producto obtenido tiene una resistencia a la tracción mejorada (+17,25%) con relación al producto obtenido con la composición de encolado O de referencia y también con relación al producto revestido de la misma composición de encolado tratado a una temperatura de 265°C.

#### Ejemplo 4

Fabricación de un producto aislante a base de fibras de vidrio

30 Se prepara una mezcla de la resina fenólica del ejemplo 1 (63 partes en peso) y urea (37 partes en peso) en las condiciones del ejemplo 2, a la que se añade los compuestos siguientes:

Composición P: 2 partes de sulfamato de amonio + 2 partes de sulfato de amonio + 0,5 partes de silano (Silquest A-1100<sup>®</sup> comercializado por GE Silicones).

Composición Q (referencia): 1,1 partes de sulfato de amonio + 0,4 partes de una solución de amoníaco al 20% en peso + 0,5 partes de silano (Silquest A-1100<sup>®</sup> comercializado por GE Silicones).

35 Se aplica por separado cada composición de encolado sobre los filamentos de vidrio en las condiciones del ejemplo 3, siendo la temperatura en la estufa igual a 265°C.

Los productos obtenidos tienen un espesor de 180 mm, una densidad igual a 13,4 kg/m<sup>3</sup>, una pérdida por combustión ("Pérdida por ignición" LOI) igual a 7% y una conductividad térmica  $\lambda$  igual a 37,0 mW/(m.K).

Los productos aislantes obtenidos a partir de las composiciones de encolado P y Q presentan una resistencia a la

tracción igual a 3,8 y 3,1 N/g, respectivamente.

La mejora de la resistencia a la tracción del producto tratado con la composición de encolado P (+ 22,6%) indica una mejor aptitud a la reticulación del encolado durante el tratamiento térmico.

Ejemplo 5

- 5 Fabricación de un producto aislante a base de fibras de vidrio de densidad elevada.

Se prepara una mezcla que comprende la resina fenólica del ejemplo 1 (59,5 partes en peso) y urea (25,5 partes en peso). Se añade agua a la mezcla de manera que se obtenga un contenido en materias sólidas comprendido entre 30 y 60%, después la mezcla se deja en agitación durante al menos 8 horas. A continuación se añade la melaza (15 partes en peso; comercializada por AGROKOMMERZ).

- 10 A la mezcla anterior se añaden los siguientes compuestos:

Composición P: 1,3 partes de sulfamato de amonio + 1,3 partes de sulfato de amonio

Composición Q: 1 parte de sulfato de amonio + 3 unidades de una solución de amoniaco al 20% en peso.

Las composiciones de encolado se utilizan en una línea de producción industrial de productos aislantes a base de lana de vidrio en las condiciones del ejemplo 3 (temperatura del aire en la estufa: 250°C).

- 15 Los productos obtenidos presentan una densidad igual a 75,6 kg/m<sup>3</sup> y una pérdida por combustión ("pérdida por ignición" LOI) igual a 7,7%.

A la salida de la chimenea de la estufa, se mide la cantidad de amoniaco liberado durante el tratamiento térmico de la lana de vidrio.

	Composición	amoníaco (mg/Nm)
20	P	45
	Q (Referencia)	90

La adición de la mezcla de sulfamato de amonio y de sulfato de amonio en la composición P permite reducir el 50% las emisiones de amoniaco.

Ejemplo 6

- 25 Composición de encolado utilizando una "premezcla" de resina fenólica y urea.

Se prepara una resina fenólica haciendo reaccionar formaldehído y fenol (relación molar formaldehído/fenol igual a 4) en presencia de catalizador (NaOH: 5% en peso con respecto al fenol), efectuándose la segunda fase mencionada en la descripción a 70°C durante 60 minutos. La resina se neutraliza a continuación a pH 7,4 con ácido sulfúrico.

- 30 Se mezclan 67 partes en peso de la resina fenólica y 33 partes en peso de urea. Se añade agua a la mezcla de manera que se obtenga un contenido en materias sólidas comprendido entre el 30 y 60%, después la mezcla se deja en agitación durante al menos 8 horas.

A partir de la mezcla, se realizan las composiciones siguientes mediante la adición de los compuestos siguientes:

Composición R: 1,3 partes de sulfamato de amonio + 1,3 partes de sulfato de amonio

- 35 Composición S: 1,8 partes de sulfato de amonio + 2,5 unidades de una solución de amoniaco al 20% en peso.

Las composiciones R y S (referencia) presentan un tiempo de pregelificación igual a 2.035 segundos y 2.090 segundos, respectivamente. Se considera que estos tiempos de pregelificación son similares.

Se reticulan las composiciones R y S a 180°C y se mide la cantidad de amoniaco emitido durante la reticulación:

	Composición	amoníaco (g/kg de encolado reticulado)
40	R	0,86
	S (referencia)	2,09

La adición de la mezcla de sulfamato de amonio y de sulfato de amonio en la composición R permite reducir las emisiones de amoniaco el 58,85%.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición de encolado para fibras minerales que comprende una resina fenólica, urea, un catalizador de reticulación de la resina, y opcionalmente aditivos, caracterizada por que el catalizador es una mezcla de sulfamato de amonio y sulfato de amonio y por que la relación molar de sulfamato de amonio a sulfato de amonio varía de 0,40:0,60 a 0,60:0,40.
2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que la tasa de sulfamato de amonio y de sulfato de amonio varía de 2 a 8% en peso de materias sólidas de la resina y de urea.
3. Composición según la reivindicación 2, caracterizada por que la tasa varía de 2,5 a 6% y preferiblemente de 2,6 a 4,2%.
4. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que la resina termoendurecible se selecciona entre resinas fenólicas obtenidas por reacción de un compuesto fenólico y un aldehído en presencia de un catalizador básico, en una relación molar aldehído/compuesto fenólico superior de 1.
5. Composición según la reivindicación 4, caracterizada por que la relación molar aldehído/compuesto fenólico varía de 2 a 5.
6. Composición según la reivindicación 4 o 5, caracterizada por que el compuesto fenólico es el fenol y el aldehído es el formaldehído.
7. Composición según la reivindicación 6, caracterizada por que la resina presenta una tasa de fenol libre inferior o igual a 2% en peso total de líquido y una tasa de formaldehído libre inferior o igual a 10% en peso total de líquido.
8. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada por que la urea representa hasta 50 partes en peso por 100 partes en peso de resina y urea.
9. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada por que comprende además los aditivos siguientes en las proporciones siguientes calculadas sobre la base de 100 partes en peso de materias sólidas de resina y urea:
  - 0 a 2 partes de silano, especialmente un aminosilano,
  - 0 a 20 partes de aceite, generalmente 4 a 15 partes.
10. Utilización de la composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 9 para la realización de productos de aislamiento térmico y/o acústico que presentan una conductividad térmica  $\lambda$  inferior a 40 mW/(m.K).
11. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que las fibras minerales son fibras de roca o de vidrio.
12. Composición según la reivindicación 5, caracterizada por que la relación molar aldehído/compuesto fenólico varía de 2,3 a 4,2.
13. Composición según la reivindicación 8, caracterizada por que la urea representa 25 a 45 partes en peso por 100 partes en peso de resina y de urea.