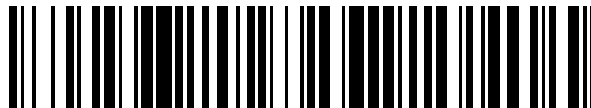


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 639 428**

51 Int. Cl.:

**C09J 161/06** (2006.01)

**C08L 61/06** (2006.01)

**C03C 25/34** (2006.01)

**C08K 7/14** (2006.01)

**C08L 61/32** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.04.2012 PCT/FR2012/050814**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.10.2012 WO12140380**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2012 E 12722419 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2017 EP 2697327**

54 Título: **Composición de encolado para lana mineral resistente al fuego y producto aislante obtenido**

30 Prioridad:

**15.04.2011 FR 1153299**

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

**26.10.2017**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)**

**18 Avenue d'Alsace**

**92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**DOUCE, JÉRÔME y**

**ROUSSELET, GUILLAUME**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 639 428 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 lana mineral resistente al fuego y producto aislante obtenido

La invención se refiere al ámbito de los productos de aislamiento térmico y/o acústico aptos para resistir al fuego, a base de lana mineral, particularmente de vidrio o de roca, unida por un ligante orgánico.

5 De forma más precisa, la invención concierne a una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible y una resina de aldehído-amina modificada por un alcohol como agente piroretardante.

La invención también tiene por objeto los productos de aislamiento a base de lana mineral encolados por medio de dicha composición de encolado.

10 Los productos a base de fibras de vidrio o de roca son ampliamente utilizados, en particular aquellos cuyas fibras están en forma de lana mineral, que poseen unas propiedades de aislamiento térmico y/o acústico.

15 Estos productos de aislamiento están fabricados a partir de fibras minerales obtenidas mediante diferentes procedimientos, por ejemplo, según la técnica conocida de fibrado centrífugo interno o externo. La técnica de centrifugación interna consiste particularmente en introducir la materia en fusión (en general de vidrio o roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de pequeños orificios, siendo la materia proyectada hacia la pared periférica del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga y escapando en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y arrastrados por una corriente gaseosa que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, hacia un órgano receptor para formar una cinta de fibras.

20 Para asegurar el ensamblaje entre las fibras y permitir que la cinta tenga cohesión, sobre las fibras se proyecta, a la salida del dispositivo centrífugo, una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible, lo más a menudo una resina fenólica perteneciente a la familia de los resoles. La cinta de fibras revestidas con la composición de encolado se somete a un tratamiento térmico (a una temperatura generalmente superior a 100 °C) con el fin de efectuar la policondensación de la resina y obtener un producto de aislamiento térmico y/o acústico que tenga unas propiedades específicas, particularmente una estabilidad dimensional, una resistencia a la tracción, una rectificación en el espesor después de la compresión y un color homogéneo.

25 En el producto de aislamiento, las fibras minerales están unidas a nivel de sus puntos de contacto por la resina reticulada que forma un ligante infusible e insoluble en agua.

30 En ciertas aplicaciones en las que el producto de aislamiento es expuesto a unas temperaturas elevadas (electrodomésticos, conductos de calefacción,...) o que debe satisfacer unas reglamentaciones estrictas (navios, edificios públicos, particularmente con respecto a los techos), es imperativo que éste posea además una buena resistencia al fuego. En otros términos, resulta esencial que la propagación de la llama sea impedida o al menos retardada cuando la resina reticulada que une las fibras se someta a unas temperaturas importantes que provoquen su combustión, o sea expuesta directamente a las llamas.

35 Para mejorar la resistencia al fuego de dichos productos aislantes, una solución consiste en añadir un agente piroretardante a la composición de encolado. Dicho agente puede ser un compuesto fosforado (véase el documento US 4 159 139), un compuesto halogenado, particularmente clorado o bromado, un compuesto nitrogenado (véase el documento US 5 840 413), un hidróxido de un metal (véase el documento US 6 368 991 y el documento US 2007/0105467), una sal metálica de un ácido carboxílico (véase el documento WO 2010/076533) o un compuesto que contenga boro (véase el documento US 4 176 105, el documento US 2 990 307 y el documento US 3 218 279).

40 Otra solución consiste en utilizar como resina termoendurecible una resina de fenol-formaldehído modificada por un compuesto nitrogenado tal como la urea, la diciandiamida o la melamina. Cuando la temperatura se eleva, la resina modificada permite la liberación del nitrógeno, que protege al producto de aislamiento confiriéndole una mejor resistencia al fuego.

45 Particularmente se conoce la utilización de una resina de fenol-formaldehído modificada por urea en una mezcla bien con a) una mezcla de ácido bórico y un compuesto hidroxilado y b) un compuesto nitrogenado, bien c) un compuesto ácido bórico-hidroxiamida (véase el documento US 4 480 068).

50 Otra solución más consiste en sustituir una parte de la resina termoendurecible por una resina de aldehído-amina, en particular de formaldehído-diciandiamida. No obstante, la estabilidad de dicha resina es baja y no supera las 2 a 3 semanas. Después de este periodo, la resina se altera y presenta una tendencia a precipitar, lo que la hace impropia para una utilización en un encolado pulverizable. La estabilidad de la resina de formaldehído-diciandiamida es tanto más baja cuanto más elevada es su concentración.

El documento WO 2009/040415 A1 describe una resina soluble en agua que contiene a) el producto de la reacción de un aldehído y de un compuesto aromático hidroxilado, b) un compuesto aminado portador de entre 2 y 6 grupos aminados y c) un azúcar hidrogenado.

El documento WO 93/21124 A1 divulga un procedimiento para acelerar el endurecimiento de una lana mineral en un

horno de microondas que consiste en añadir un compuesto aromático dihidroxilado a una composición de encolado que contiene la melamina.

5 El documento FR 2 412 511 A1 describe un material calorífugo a base de lana mineral y un ligante que contiene una resina obtenida mediante la reacción a partir de fenol, formaldehído, sosa, urea o dicianidamida o melamina, y alcoil resorcina.

El documento RO 89 808 A2 describe una composición destinada a la fabricación de artículos laminados o molidos mediante una prensa. La composición contiene el producto de la reacción de una resina de melamina formaldehído con un glicol y un resol fenol-formaldehído.

10 La presente invención tiene por objeto proponer una composición de encolado para la fabricación de producto de aislamiento térmico y/o acústico y resistente al fuego, a base de lana mineral, caracterizada porque contiene: - una resina termoendurecible que es una resina fenólica y - una resina de aldehído-amina modificada por un alcohol, eligiéndose el alcohol entre compuestos que comprenden al menos una función hidroxilada libre, con la exclusión de los compuestos fenólicos, siendo la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol utilizada a razón de entre 5 y 70 partes en peso de materias sólidas por 100 partes en peso de materias sólidas de resina termoendurecible y, 15 dado el caso, de urea.

La resina es una resina fenólica, ventajosamente perteneciente a la familia de los resoles. Los resoles se obtienen mediante la condensación de un fenol, en particular de fenol, y de un aldehído, en particular de formaldehído, en presencia de un catalizador básico, en una proporción molar de aldehído/fenol superior a 1, de forma que se favorezca la reacción entre el fenol y el aldehído y se disminuya la cantidad de fenol residual en la resina.

20 La resina fenólica puede ser una resina de fenol-formaldehído modificada por urea, pudiendo añadirse la urea en el transcurso de la síntesis (en la mezcla de reacción que contiene el fenol y el formaldehído) o después de que la resina se haya formado, es decir, durante la fase de enfriamiento de la resina, o en la resina final (a la temperatura ambiente).

25 Ventajosamente, la resina fenólica contiene una baja proporción de aldehído libre, en particular de formaldehído, por ejemplo, como mucho igual al 0,1 %. Dicha resina se obtiene, por ejemplo, mediante la reacción de fenol, de formaldehído y de una amina (documento WO 23008/043960 y documento WO 23008/043960) o mediante la reacción de fenol, de formaldehído y de glicina.

La resina de aldehído-amina modificada por un alcohol no fenólica puede prepararse de diferentes formas.

30 Según un primer modo de realización, la resina se obtiene haciendo reaccionar el aldehído, la amina y el alcohol en presencia de un ácido mineral a una temperatura que varía entre 40 y 80 °C durante entre 40 y 240 minutos.

Ventajosamente, la reacción entre el aldehído, la amina y el alcohol se desarrolla según un ciclo de temperatura en tres etapas:

35 En una primera etapa, se mezclan el aldehído y el alcohol y se lleva la mezcla a una temperatura de aproximadamente 45 °C, después se añade un ácido mineral de forma regular durante un periodo de aproximadamente 30 minutos.

En una segunda etapa, se lleva la mezcla de reacción a una temperatura que varía entre 50 y 70 °C y se introduce la amina, preferiblemente de una forma regular durante un periodo de aproximadamente 30 minutos, y se mantiene a la temperatura preestablecida durante entre 60 y 140 minutos.

En una tercera etapa, la mezcla de reacción se enfría hasta una temperatura que varía entre 20 y 25 °C.

40 El ácido mineral es, por ejemplo, un ácido que contiene fósforo, tal como ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, o un precursor de ácido, por ejemplo, sulfato de amonio o hidrogenofosfato de sodio. Se prefieren los ácidos fuertes y los precursores de dichos ácidos. Ventajosamente, el ácido es un ácido fosforado o un precursor de ácido.

45 La cantidad de ácido mineral implementada es suficiente para que el pH del medio de reacción sea inferior a 7, preferiblemente que varíe entre 2 y 6 y ventajosamente entre 3 y 4.

En el caso particular en el que el aldehído es el paraformaldehído, como se ha indicado más arriba, este último se transforma ventajosamente en formaldehído por medio de una base que es introducida en el transcurso de la primera etapa, en la mezcla de aldehído y de alcohol, antes de la adición del ácido mineral.

50 La base puede ser cualquier base mineral conocida por el experto en la materia, tal como la trietanolamina, la cal y los hidróxidos de metales alcalinos o alcalinotérreos, por ejemplo, los hidróxidos de sodio, de potasio, de calcio o de bario. Se prefiere el hidróxido de sodio.

La cantidad de base representa entre el 3 y el 20 % en peso del peso del paraformaldehído de partida,

preferiblemente entre el 5 y el 12 %, y ventajosamente entre el 6 y el 9 %.

5 Según un segundo modo de realización, se hace reaccionar en una primera etapa el aldehído y la amina a una temperatura que varía entre 40 y 80 °C, preferiblemente entre 50 y 70 °C, durante entre 40 y 240 minutos, preferiblemente entre 60 y 140 °C, después el medio de reacción se enfría hasta una temperatura de entre 20 y 25 °C, y en una segunda etapa se añaden el alcohol y el ácido mineral.

El ácido mineral es de la misma naturaleza que el implementado para el primer modo de realización. La cantidad de ácido es suficiente para que el pH varíe entre 3 y 5, preferiblemente del orden de 4,5.

10 En uno u otro de los modos de realización mencionados previamente, se implementan los reactivos en unas proporciones tales que la proporción molar de aldehído/amina varíe entre 0,7 y 2, preferiblemente entre 0,8 y 1,2, y que la proporción molar de alcohol/amina varíe entre 0,4 y 2, preferiblemente entre 0,6 y 1,2.

El aldehído puede ser el formaldehído, el paraformaldehído, el acetaldehído o el glioxal, siendo preferidos el formaldehído y el paraformaldehído.

La amina se elige entre la diciandiamida, la melamina, la guanidina y la aminoguanidina. Se prefiere la diciandiamida.

15 El alcohol puede ser cualquier compuesto que comprenda al menos una función hidroxilo libre, con la exclusión de los compuestos fenólicos. Como ejemplo de dicho alcohol, se pueden mencionar el etanol, el propanol, el butanol, el etilenglicol, el propilenglicol, los polialquilenglicoles tales como los polietilenglicoles y los polipropilenglicoles, el glicerol, los sacáridos, preferiblemente los oligosacáridos (como mucho 10 motivos de azúcar), tales como la glucosa y la sacarosa, y los derivados hidrogenados de los sacáridos mencionados previamente, tales como el sorbitol.  
20 Preferentemente, el alcohol comprende al menos dos funciones hidroxilo libres, ventajosamente al menos tres y mejor aún como mucho 100, preferiblemente como mucho 10.

El alcohol según la invención puede estar constituido por un único alcohol o por una mezcla de alcoholes. Se prefieren el glicerol, la glucosa, la sacarosa y las mezclas de oligosacáridos, obtenidas ventajosamente a través de la hidrólisis del almidón.

25 La resina preferida se obtiene mediante la reacción entre el formaldehído, la diciandiamida y el glicerol o el formaldehído, la diciandiamida y los oligosacáridos.

La resina de aldehído-amina modificada por un alcohol obtenida presenta un contenido en materias sólidas (extracto seco) del orden del 50 %. El pH de la resina varía generalmente entre 3 y 5.

30 En la composición de encolado, la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol no fenólica se utiliza a razón de entre 5 y 70 partes en peso (de materias sólidas) por 100 partes en peso (de materias sólidas) de resina termoendurecible, y dado el caso, de urea, preferiblemente como mucho 60 partes, ventajosamente al menos 10 partes y aún mejor entre 20 y 40 partes.

35 La composición de encolado preferida comprende una resina de fenol-formaldehído con un bajo contenido en formaldehído libre, eventualmente modificada por urea, preferiblemente una resina obtenida por la reacción entre fenol, formaldehído y una amina o glicina, y una resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol o formaldehído-diciandiamida-oligosacáridos.

La composición de encolado según la invención puede comprender además los aditivos siguientes convencionales en las siguientes proporciones sobre la base de 100 partes en peso de resina termoendurecible, dado el caso de urea, y de resina de aldehído-amina modificada por un alcohol:

- 40
- entre 0 y 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
  - entre 0 y 20 partes de aceite, preferiblemente entre 4 y 15 partes,
  - entre 0 y 25 partes de un catalizador de reticulación, por ejemplo, sulfato de amonio o hiposulfito de sodio, preferiblemente menos de 7 partes,
  - entre 0 y 25 partes de un azúcar, preferiblemente glucosa o sacarosa,
- 45
- entre 0 y 20 partes de amoníaco (solución al 20 % en peso), preferiblemente menos de 12 partes,
  - entre 0 y 20 partes de una silicona.

50 El papel de los aditivos es conocido, y se recuerda brevemente: el silano es un agente de acoplamiento entre las fibras y el ligante, y juega igualmente el papel de agente antienviejamiento; los aceites son agentes antipulverulentos e hidrófobos; el sulfato de amonio o el hiposulfito de sodio sirve de catalizador de reticulación (en la estufa de calor) después de la pulverización de la composición de encolado sobre las fibras; el azúcar sirve de

extensor; el amoníaco juega, en frío, el papel de retardante de la policondensación; la silicona juega el papel de agente hidrófobo.

La lana mineral sobre la cual se aplica la composición de encolado puede estar constituida por fibras de vidrio o de roca.

- 5 Las fibras de vidrio pueden estar constituidas por un vidrio de cualquier naturaleza siempre que sea, en particular, un vidrio con un elevado contenido en alúmina, tal como se describe en el documento WO 00/17117, que comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones, expresadas en porcentajes ponderales:

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

estando comprendido el contenido en MgO entre el 0 y el 5 % cuando el contenido en R<sub>2</sub>O es inferior o igual al 13,0 %.

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

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

- 15 La fabricación de productos de aislamiento a base de lana mineral es bien conocida: comprende una etapa de fabricación de la propia lana, una etapa de encolado de la lana mineral y una etapa de tratamiento térmico con el fin de unir la lana mineral.

La primera etapa de fabricación de la lana mineral puede ser implementada a través de diferentes procedimientos, por ejemplo, según la técnica conocida de fibrado por centrifugación interna o externa.

La centrifugación interna consiste en la introducción de la materia mineral en fusión (vidrio o roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de pequeños orificios, siendo la materia proyectada hacia la pared periférica

del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga y escapando en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y arrastrados por una corriente gaseosa que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, para formar una cinta de fibras (o lana mineral).

5 La centrifugación externa consiste en desviar la materia en fusión hacia la superficie periférica externa de unos órganos rotatorios denominados rotores, desde los que la fusión es eyectada bajo la acción de la fuerza centrífuga. Igualmente se prevén medios de estiramiento mediante una corriente gaseosa y de recogida sobre un órgano de recepción.

10 En la segunda etapa, sobre las fibras se proyecta, a lo largo del trayecto que va desde la salida del dispositivo centrífugo hacia el órgano receptor, una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible cuyo papel es asegurar el ensamblaje de las fibras entre sí y permitir que la lana mineral tenga cohesión.

En la tercera etapa, las fibras revestidas del encolado reunidas en una cinta se someten a un tratamiento térmico, a una temperatura generalmente superior a 100 °C, con el fin de efectuar la policondensación de la resina y obtener así una unión de las fibras a través de un ligante infusible e insoluble en agua.

15 A la salida del dispositivo de tratamiento térmico, el producto de aislamiento es recogido en forma de bobinas o de paneles cortados en los tamaños adecuados, y después se embala.

La cantidad total de resina termoendurecible, eventualmente de urea, y de resina de aldehído-amina modificada por un alcohol, representa entre el 1 y el 20 % en peso (de materias sólidas) con respecto al peso total del producto de aislamiento, preferiblemente como mucho el 15 %.

20 Según un modo de realización preferido, la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol es incorporada en la composición de encolado antes de su aplicación sobre la lana mineral.

La incorporación de la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol puede realizarse de forma extemporánea para una aplicación inmediata de la composición de encolado, o en la resina termoendurecible (o « premezcla ») que a continuación se conserva durante un periodo variable a una temperatura del orden de entre 10 y 20 °C antes de su utilización en la composición de encolado.

25 Según otro modo de realización, la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol se aplica por separado de la composición de encolado, por ejemplo, por medio de una corona de pulverización distinta a la que permite la aplicación de la composición de encolado.

Los siguientes ejemplos permiten ilustrar la invención.

30 En estos ejemplos se caracteriza la aptitud para la dilución por la « solubilidad », que se define como el volumen de agua desionizada que es posible añadir, a una temperatura dada, a una unidad de volumen de la solución acuosa de resina antes de la aparición de una turbidez permanente. Generalmente se considera que una resina es apta para ser utilizada como encolado cuando su solubilidad es igual o superior al 1000 %, a 20 °C. Una solubilidad igual o superior al 2000 %, a 20 °C, se denomina « solubilidad infinita ».

#### Ejemplo 1

35 En un reactor se introducen 244 partes en peso de agua, 310 partes en peso de paraformaldehído al 96 %, 351 partes en peso de agua y 279 partes en peso de glicerol. El reactor se calienta a 45 °C.

Se añaden al reactor, a intervalos regulares, 44 partes en peso de una solución acuosa de sosa al 50 % en 30 minutos, después ácido fosfórico en 10 minutos hasta la obtención de un pH igual a 3,5.

40 A continuación se añaden, a intervalos regulares, 254 partes en peso de diciandiamida en 60 minutos. La mezcla de reacción se mantiene a 50 °C durante 85 minutos, después se enfría hasta la temperatura ambiente.

La resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol obtenida presenta un contenido en formaldehído libre igual al 1 % en peso, un extracto seco igual al 40 %, una solubilidad en agua superior al 2000 % y un pH igual a 4,5.

La resina es estable (no hay precipitado) durante al menos 12 meses.

#### Ejemplo 2

45 Se procede en las condiciones del ejemplo 1 modificado porque no se añaden las 244 partes de agua en el reactor.

La resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol obtenida presenta un contenido en formaldehído libre igual al 1 % en peso, un extracto seco igual al 50 %, una solubilidad en agua superior al 2000 % y un pH igual a 4,5.

La resina es estable (no hay precipitado) durante al menos 12 meses.

**Ejemplo 3**

Se procede en las condiciones del ejemplo 2 modificado porque se sustituye el glicerol por glucosa.

La resina de formaldehído-diciandiamida-azúcar obtenida presenta un contenido en formaldehído libre igual al 1 % en peso, un extracto seco igual al 50 %, una solubilidad en agua superior al 2000 % y un pH igual a 4,5.

5 La resina es estable (no hay precipitado) durante al menos 12 meses.

**Ejemplo 4**

Se procede en las condiciones del ejemplo 2 modificado porque se sustituye el paraformaldehído (310 partes en peso) por formaldehído al 37 % en peso en agua (116,8 partes en peso) y porque no se añade agua ni sosa.

10 La resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol obtenida presenta un contenido en formaldehído libre igual al 1 % en peso, un extracto seco igual al 50 %, una solubilidad en agua superior al 2000 % y un pH igual a 4,5.

La resina es estable (no hay precipitado) durante al menos 12 meses.

**Ejemplo 5**

En un reactor se introducen 390,4 partes en peso de agua a 40 °C y 116,8 partes en peso de una solución acuosa de formaldehído al 37 %. El reactor se calienta a 45 °C.

15 Al reactor se añaden, a intervalos regulares, 100 partes en peso de diciandiamida en 60 minutos. La mezcla de reacción se mantiene a 50 °C durante 85 minutos, después se enfría hasta la temperatura ambiente.

A continuación se añaden 112 partes en peso de glicerol y 1,6 partes en peso de sulfato de amonio.

La resina obtenida presenta una solubilidad en agua superior al 2000 % y un pH igual a 4,5.

La resina es estable (no hay precipitado) durante al menos 12 meses.

20 **Ejemplo 6**

Se procede en las condiciones del ejemplo 5 modificado porque se sustituye el glicerol por glucosa.

La resina obtenida presenta una solubilidad en agua superior al 2000 % y un pH igual a 4,5.

La resina es estable (no hay precipitado) durante al menos 12 meses.

**Ejemplos 7 a 9**

25 Se fabrica lana de vidrio mediante la técnica de la centrifugación interna, en la que la composición de vidrio fundido es transformada en fibras por medio de una herramienta denominada plato de centrifugación, que comprende una cesta que forma la cámara de recepción de la composición fundida y una banda periférica perforada con una multitud de orificios: la cesta se pone en rotación alrededor de su eje de simetría dispuesto verticalmente, la composición es eyectada a través de los orificios bajo el efecto de la fuerza centrífuga, y la materia que escapa de los orificios es estirada en fibras con la ayuda de una corriente de gas de estiramiento.

30 De forma clásica, hay dispuesta una corona de pulverización de la composición de encolado por debajo del plato de fibrado de forma que se reparta de forma regular la composición de encolado sobre la lana de vidrio que acaba de ser formada.

35 La lana mineral así encolada es recogida en una cinta transportadora equipada con cajones de aspiración internos que retienen la lana mineral en forma de un fieltro o de una banda en la superficie de la cinta transportadora. La cinta transportadora circula a continuación hasta una estufa mantenida a 250 °C en la que los constituyentes del encolado polimerizan para formar un ligante.

La composición de encolado comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones (en partes ponderales de materias secas):

40	- resina termoendurecible	56
	- urea	14
	- resina (agente piroretardante)	30
	- silano	0,35
	- sulfato de amonio	2,1

- aceite mineral 5,6

Los productos de aislamiento presentan una densidad de 93 kg/m<sup>3</sup> y un espesor de 42 mm.

La resina termoendurecible es un resol obtenido por la reacción de fenol, de formaldehído y de monoetanolamina en las condiciones del ejemplo 1 del documento WO 2008/043960.

- 5 La resina utilizada como agente pirorretardante es la resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol del ejemplo 2 (ejemplo 7) y una resina de formaldehído-diciandiamida preparada en las condiciones del ejemplo 2 sin la adición de glicerol (ejemplo 8 comparativo). Como comparación, se ha utilizado igualmente una composición de encolado que no contiene resina como agente anti-fuego (ejemplo 9 comparativo).

- 10 Los productos de aislamiento según los ejemplos 7 a 9 presentan una pérdida al fuego igual al 8 % (la pérdida al fuego se corresponde con la proporción ponderal de materias orgánicas sobre el producto, que se determina mediante una pesada diferencial del producto antes/después del tratamiento térmico de descomposición de las materias orgánicas).

- 15 Se someten los productos de aislamiento a la prueba de combustión lenta (« glowing » en inglés) según la norma DIN 4102-15 (1990). Se mide la longitud residual en el interior del producto, que permanece intacta después de haber pasado la prueba. El producto responde a la norma si la longitud residual es al menos igual a 35 cm.

	Ej. 7	Ej. 8 (comp.)	Ej. 9 (comp.)
Longitud residual (cm)	43	41	0

Los comportamientos mecánicos de los productos de aislamiento son comparables, particularmente en lo que concierne a la resistencia a la compresión y el espesor del producto medidos antes y después del tratamiento en un autoclave.

#### Ejemplos 10 y 11

- 20 Se fabrica la lana de vidrio en las condiciones de los ejemplos 7 a 9.

La composición de encolado comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones (en partes ponderales de sustancias secas):

- resina termoendurecible 52,5
- urea 10,5
- 25 - resina (agente pirorretardante) 30
- silano 0,35
- sulfato de amonio 0,7
- glucosa 7
- aceite mineral 5,6

- 30 Los productos de aislamiento presentan una densidad de 53 kg/m<sup>3</sup> y un espesor de 17 mm.

La resina termoendurecible es un resol obtenido por la reacción de fenol, de formaldehído y de glicina en las siguientes condiciones:

- 35 en un reactor de 2 litros con un condensador superpuesto y equipado con un sistema de agitación, se introducen 318,5 g de fenol (pureza del 99 %; 3,35 moles), 261,9 g de paraformaldehído (pureza del 96 %; 9,37 moles) y 296,8 g de agua, y la mezcla se calienta a 45 °C con agitación. La proporción molar de formaldehído/fenol es igual a 2,5.

De forma regular se añaden en 30 minutos 47,4 g de sosa en una solución acuosa al 50 % (es decir, del 7 % en peso con respecto al fenol), después se eleva progresivamente la temperatura hasta 70 °C en 30 minutos y se mantiene durante 120 minutos (índice de conversión del fenol al menos igual al 93 %).

- 40 A continuación se disminuye la temperatura hasta 60 °C en 30 minutos y simultáneamente se introducen en la mezcla de reacción, de forma regular, 75 g de glicina (pureza del 98 %; 0,98 moles). Se mantiene la temperatura a 60 °C durante 90 minutos, después la mezcla se enfría hasta 20 °C en aproximadamente 40 minutos. La resina líquida obtenida es límpida, posee un extracto seco igual al 55 %, un pH igual a 7,4 y una solubilidad en agua, a 20 °C, superior al 2000 %. La resina presenta un índice de formaldehído libre inferior al 0,1 % y un índice de fenol libre igual al 0,25 %, estando expresados los índices en peso total de líquido. La resina es estable durante al menos
- 45 6 semanas a 20 °C.



## ES 2 639 428 T3

La resina utilizada como agente pirorretardante es la resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol del ejemplo 2 (ejemplo 10). Como comparación, se ha utilizado igualmente una composición de encolado que no contiene resina como agente anti-fuego (ejemplo 11 comparativo).

- 5 Los productos de aislamiento según los ejemplos 10 a 11 presentan una pérdida al fuego igual al 8 % (la pérdida al fuego se corresponde con la proporción ponderal de materias orgánicas sobre el producto, que se determina mediante una pesada diferencial del producto antes/después del tratamiento térmico de descomposición de las materias orgánicas).

Se someten los productos de aislamiento a la prueba de resistencia al fuego descrita en los ejemplos 7 a 9.

	Ej. 10	Ej. 11 (comp.)
Longitud residual (cm)	50	10

- 10 Los comportamientos mecánicos de los productos de aislamiento son comparables, particularmente en lo que concierne a la resistencia a la compresión y el espesor del producto, medidos antes y después del tratamiento en un autoclave.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición de encolado para la fabricación de producto de aislamiento térmico y/o acústico resistente al fuego, a base de lana mineral, caracterizada por que contiene:
  - una resina termoendurecible que es una resina fenólica y
- 5       - una resina de aldehído-amina modificada por un alcohol, eligiéndose el alcohol entre los compuestos que comprenden al menos una función hidroxilo libre, con la exclusión de los compuestos fenólicos,
 

la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol se utiliza a razón de entre 5 y 70 partes en peso de materias sólidas por 100 partes en peso de materias sólidas de resina termoendurecible, y dado el caso, de urea.
- 10       2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que la resina fenólica termoendurecible es un resol, eventualmente modificado por urea.
- 15       3. Composición según la reivindicación 2, caracterizada por que la resina fenólica presenta una proporción de aldehído libre como mucho igual al 0,1 %.
- 15       4. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que el aldehído que entra en la constitución de la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol se elige entre el formaldehído, el paraformaldehído, el acetaldehído y el glioxal, preferiblemente el formaldehído o el paraformaldehído.
- 20       5. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que la amina que entra en la constitución de la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol es la diciandiamida, la melamina, la guanidina y la aminoguanidina, preferiblemente la diciandiamida.
- 20       6. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que el alcohol que entra en la constitución de la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol comprende al menos 2 funciones hidroxilo libres, preferiblemente al menos 3 y ventajosamente como mucho 100, preferiblemente como mucho 10.
- 25       7. Composición según la reivindicación 6, caracterizada por que el alcohol es el glicerol o un sacárido, preferiblemente un oligosacárido.
- 25       8. Composición según la reivindicación 7, caracterizada por que se trata de glucosa o de sacarosa.
- 30       9. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada por que la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol se obtiene mediante la reacción de formaldehído, de diciandiamida y de glicerol o de formaldehído, de diciandiamida y de oligosacáridos.
- 30       10. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizada por que la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol se utiliza a razón de como mucho 60 partes en peso (de materias sólidas) por 100 partes en peso (de materias sólidas) de resina fenólica termoendurecible, y dado el caso, de urea, ventajosamente al menos 10 partes, y aún mejor de entre 20 y 40 partes.
- 35       11. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizada por que comprende una resina de fenol-formaldehído con un contenido en formaldehído libre como mucho igual al 0,1 %, eventualmente modificada por urea, y una resina de formaldehído-diciandiamida-glicerol o formaldehído-diciandiamida-oligosacáridos.
- 35       12. Composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizada por que comprende además los siguientes aditivos en las siguientes proporciones calculadas sobre la base de 100 partes en peso de resina fenólica termoendurecible, dado el caso de urea, y de resina de aldehído-amina modificada por un alcohol:
  - entre 0 y 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
  - entre 0 y 20 partes de aceite, preferiblemente entre 4 y 15 partes,
  - 40       - entre 0 y 25 partes de un catalizador de reticulación, por ejemplo, sulfato de amonio o hiposulfito de sodio, preferiblemente menos de 7 partes,
  - entre 0 y 25 partes de un azúcar, preferiblemente glucosa o sacarosa,
  - entre 0 y 20 partes de amoníaco (solución al 20 % en peso), preferiblemente menos de 12 partes,
  - entre 0 y 20 partes de una silicona.
- 45       13. Composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizada por que la resina de aldehído-amina modificada por un alcohol presenta un pH que varía entre 3 y 5.
14. Producto de aislamiento térmico y/o acústico apto para resistir al fuego, a base de lana mineral, particularmente

## ES 2 639 428 T3

de roca o de vidrio, unida por una composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 13.

15. Producto según la reivindicación 14, caracterizado por que la lana mineral está constituida por fibras de vidrio que comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones, expresadas en porcentajes ponderales:

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

5 estando comprendido el contenido en MgO entre el 0 y el 5 % cuando el contenido en R<sub>2</sub>O es inferior o igual al 13,0 %.

16. Producto según la reivindicación 14, caracterizado por que el vidrio comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones (en % ponderal):

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

10 17. Producto según una de las reivindicaciones 14 a 16, caracterizado por que la cantidad total de resina termoendurecible, eventualmente de urea, y de resina de aldehído-amina modificada por un alcohol, representa entre el 1 y el 20 % en peso (de materias sólidas) con respecto al peso total del producto de aislamiento.