19

OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 640 272**

51 Int. Cl.:

C09J 139/02 (2006.01)

C09J 179/02 (2006.01)

C09J 179/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.11.2012 E 12192383 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2017 EP 2597123**

54 Título: **Aglutinante acuoso para sustratos granulados y/o fibrosos**

30 Prioridad:

23.11.2011 EP 11190330

20.03.2012 EP 12160248

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

02.11.2017

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**KALBE, MICHAEL;
SCHILLING, HOLGER;
MICHL, KATHRIN y
PFAU, ANDREAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 640 272 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

Aglutinante acuoso para sustratos granulados y/o fibrosos

Es objeto de la presente invención el uso de un aglutinante acuoso, que contiene como constituyentes activos

5 a) por lo menos un homopolímero que contiene unidades de vinilamina de una amida de ácido vinilcarboxílico con un grado de hidrólisis $\geq 50\%$ en moles y/o una polietilenimina con estructura ramificada [poliamina A], y

b) por lo menos un compuesto de sacárido S, en el que

c) la relación en peso de la por lo menos una poliamina A con respecto al por lo menos un compuesto de sacárido S asciende a 1:99 a 80:20, y

10 d) en el que la cantidad total de los compuestos orgánicos presentes en el aglutinante acuoso, junto con la poliamina A y el compuesto de sacárido S, asciende a $\leq 30\%$ en peso, referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S,

para la preparación de cuerpos moldeados de fibras minerales.

15 La solidificación de sustratos fibrosos y/o granulados, especialmente en estructuras de forma plana como, por ejemplo, materiales no tejidos de fibra, tableros de fibras, tableros de virutas o piezas moldeadas no planas más complejas, etc., se realiza frecuentemente de forma química usando un aglutinante polimérico. Para elevar la resistencia, especialmente la estabilidad a la humedad y al calor, a menudo se utilizan aglutinantes que contienen reticulantes que desprenden formaldehído. Pero existe el riesgo de emisiones de formaldehído no deseadas.

20 Para evitar las emisiones de formaldehído ya se propusieron numerosas alternativas a los aglutinantes conocidos hasta la fecha. Así, por el documento US-A 4.076.917 se conocen aglutinantes que contienen polímeros que contienen ácido carboxílico o anhídrido de ácido carboxílico y β -hidroxialquilamidas como reticulantes. Es desventajosa la producción relativamente compleja de las β -hidroxialquilamidas.

Por el documento EP-A-445578 se conocen tableros de materiales de partículas finas como, por ejemplo, fibras de vidrio en cuyas mezclas de ácidos policarboxílicos de alto peso molecular y alcoholes polihidroxílicos, las alcanolaminas o aminas polivalentes sirven de aglutinantes.

25 Por el documento EP-A-583086 se conocen aglutinantes acuosos libres de formaldehído para la preparación de materiales no tejidos de fibra, especialmente materiales no tejidos de fibra de vidrio. Los aglutinantes contienen un ácido policarboxílico con al menos dos grupos de ácido carboxílico y dado el caso también grupos de anhídrido, así como un poliol. Estos aglutinantes necesitan un acelerador de la reacción que contiene fósforo para alcanzar resistencias suficientes de los materiales no tejidos de fibra de vidrio. Se indica que puede omitirse la presencia de un acelerador de la reacción tal solo cuando se utilice un poliol reactivo. Como polioles altamente reactivos se mencionan β -hidroxialquilamidas.

El documento EP-A-651088 describe aglutinantes correspondientes para sustratos de fibras de celulosa. Estos aglutinantes contienen obligatoriamente un acelerador de la reacción que contiene fósforo.

35 El documento EP-A-672920 describe aglutinantes, agentes de impregnación o de recubrimiento libres de formaldehído que contienen un polímero que está constituido por 2 al 100 % en peso de un ácido etilénicamente insaturado o un anhídrido de ácido como comonomero y al menos un poliol. En el caso de los polioles se trata de derivados de triazina, triazintriona, benceno o ciclohexilo sustituidos en los que los restos de poliol ya se encuentran en la posición 1,3,5 de los anillos mencionados. A pesar de una alta temperatura de secado, con estos aglutinantes basados en materiales no tejidos de fibra de vidrio solo se alcanzan bajas resistencias a la rotura en húmedo.

40 El documento DE-A-2214450 describe un copolímero que está constituido por 80 al 99 % en peso de etileno y 1 al 20 % en peso de anhídrido de ácido maleico. El copolímero se usa, junto con un reticulante, en forma de polvo o en dispersión en un medio acuoso, para recubrimiento superficial. Como reticulante se usa polialcohol que contiene grupos amino. Para provocar una reticulación, debe, sin embargo, calentarse a 300 °C.

45 Por el documento US-A 5.143.582 se conoce la preparación de materiales no tejidos resistentes al calor usando un aglutinante resistente al calor que endurece térmicamente. El aglutinante está libre de formaldehído y se obtiene mediante mezcla de un polímero que presenta grupos de ácido carboxílico, grupos de anhídrido de ácido carboxílico o grupos de sales de ácido carboxílico y un reticulante. El reticulante es una β -hidroxialquilamida o un polímero o copolímero de la misma. El polímero reticulable con la β -hidroxialquilamida está constituido, por ejemplo, por ácidos mono- o dicarboxílicos insaturados, sales de ácidos mono- o dicarboxílicos insaturados o anhídridos insaturados. Se obtienen polímeros autocurables mediante copolimerización de β -hidroxialquilamidas con monómeros que contienen grupos carboxilo.

En el documento US-A 2004/82689 se dan a conocer aglutinantes acuosos libres de formaldehído para la preparación de materiales no tejidos de fibra, especialmente materiales no tejidos de fibra de vidrio, que están

- constituidos esencialmente por ácidos policarboxílicos poliméricos, un poliol y un derivado de imidazolina. Los materiales no tejidos unidos obtenidos deberán presentar una absorción de agua reducida. Se dan a conocer inespecíficamente tanto polioles que contienen nitrógeno como también sin nitrógeno, describiéndose, sin embargo, como preferidos especialmente la trietanolamina que contiene nitrógeno. Como derivados de imidazolina específicos se mencionan productos de reacción de un ácido graso con aminoetiletanolamina o dietilentriamina. Las composiciones de aglutinante acuosas dadas a conocer contienen un acelerador de la reacción que contiene fósforo.
- Según el documento WO 99/09100 se dan a conocer composiciones térmicamente endurecibles y su uso como aglutinantes libres de formaldehído para la preparación de cuerpos moldeados que, además de una alcanolamina con por lo menos dos grupos OH, un polímero 1 que contiene $\leq 5\%$ en peso y un polímero 2 adicional que contiene $\geq 15\%$ en peso de un ácido mono- o dicarboxílico α,β -etilénicamente insaturado, en forma incluida por polimerización.
- Además, el documento WO10/34645 da a conocer sistemas de aglutinantes acuosos para sustratos granulados y/o fibrosos que como constituyentes activos un polímero 1, que contiene $\geq 5,5\%$ en peso y $\leq 20\%$ en peso de un ácido mono- o dicarboxílico α,β -etilénicamente insaturado en forma incluida por polimerización, un polímero 2, que contiene $\geq 40\%$ en peso de un α ácido mono- o dicarboxílico β -etilénicamente insaturado en forma incluida por polimerización y un compuesto de poliol con por lo menos dos grupos hidroxilo.
- En una solicitud de patente europea que establece prioridad y no previamente publicada con número de solicitud 11154347.6 se dan a conocer aglutinantes acuosos para sustratos granulados y/o fibrosos que, además de un polímero que contiene grupos de ácido carboxílico y un compuesto de poliol, contienen esencialmente un compuesto de sal. Estas flotas de aglutinantes que contienen sal repercuten ventajosamente sobre la fuerza de rotura en húmedo, así como la fuerza de rotura a $180\text{ }^\circ\text{C}$ de los materiales no tejidos de fibra unidos con ellos.
- También en una solicitud de patente europea que establece prioridad y no previamente publicada con número de solicitud 11159420.6 se dan a conocer aglutinantes acuosos para sustratos granulados y/o fibrosos que como componentes esenciales contienen un ácido policarboxílico polimérico, un compuesto de poliol que contiene nitrógeno con por lo menos dos grupos hidroxilo, así como un compuesto de nitrógeno orgánico libre de grupos hidroxilo con un valor de $\text{pK}_B \leq 7$.
- En el caso de las composiciones de aglutinantes acuosas que contienen sacáridos para sustratos granulados y/o fibrosos se parte del siguiente estado de la técnica.
- En el documento EP A 649870 se dan a conocer mezclas de ácidos policarboxílicos y compuestos de sacárido en la relación en peso de 95:5 a 20:80 para la preparación de películas de polímero con efecto de barrera al gas.
- El documento EP-A 911361 da a conocer sistemas de aglutinantes acuosos para sustratos granulados y/o fibrosos que contienen un polímero de policarboxi con un peso molecular promedio en peso de por lo menos 1000 g/mol y un polisacárido con un peso molecular promedio en peso de por lo menos 10000 g/mol, en el que sus cantidades están dimensionadas de tal forma que la relación de equivalencia de los grupos carboxilo con respecto a los grupos hidroxilo ascienda a 3:1 a 1:20.
- Además, el documento EP-A 1578879 da a conocer composiciones de aglutinante acuosas para el recubrimiento de fibras de vidrio, que comprende un polímero de policarboxi, un polialcohol con por lo menos dos grupos hidroxilo, así como un denominado extensor soluble en agua, proponiéndose como extensor soluble en agua especialmente polisacáridos con un peso molecular promedio inferior a 10000 g/mol.
- El documento WO 2008/150647 da a conocer sistemas de aglutinantes acuosos para la preparación de esteras de fibra, que comprenden una resina de urea/formaldehído y una dispersión de copolímero acuosa cuyo copolímero está esencialmente constituido por estireno, acrilatos o metacrilatos de alquilo, acrilonitrilo y una acrilamida dado el caso sustituida. Opcionalmente, la dispersión de copolímero acuosa puede incluso contener almidón.
- El documento US-A 2009/170978 también da a conocer sistemas de aglutinantes acuosos para materiales no tejidos de fibra, que comprenden una dispersión de copolímero acuosa cuyo copolímero contiene entre el 5 y el 40 % en peso de por lo menos un monómero que contiene grupos de ácido en forma incluida por polimerización y un componente de aglutinante natural, seleccionado del grupo que comprende polisacáridos, proteínas vegetales, lignina y/o sulfonatos de lignina.
- Por el contrario, el documento DE-A 4308089 da a conocer el uso de un producto de reacción formado por un componente de poliamina a), un azúcar b), así como obligatoriamente por un componente de ácido dicarboxílico, aldehído y/o epóxido c) para el encolado de piezas de trabajo de madera.
- El documento US-A 4085076 da a conocer resinas de condensación preparadas a partir de un componente de nitrógeno, un azúcar, así como un (derivado de) fenol y su uso como aglutinante de madera.
- En el documento WO-A 2008/76059 se dan a conocer adhesivos de madera que contienen como componentes

esenciales un componente de almidón y un componente de polivinilamina.

En una solicitud de patente europea que establece prioridad y no previamente publicada con número de solicitud 11161026.7 se dan a conocer aglutinantes acuosos para sustratos granulados y/o fibrosos que, además de un compuesto de sacárido, aún contienen un polímero que contienen grupos nitrilo y grupos de ácido carboxílico o grupos de amida de ácido carboxílico específicos.

No obstante, los cuerpos moldeados fabricados con las composiciones previamente mencionadas, especialmente materiales no tejidos de fibra, no siempre consiguen satisfacer completamente todas las propiedades mecánicas, como la fuerza de rotura, especialmente la fuerza de rotura en húmedo en materiales no tejidos de fibra de vidrio. Además, el mercado solicita cada vez más sistemas de aglutinantes libres de formaldehído alternativos basados en materias primas renovables.

Era objetivo de la presente invención poner a disposición el uso de un sistema de aglutinantes acuoso libre de formaldehído alternativo basado en materias primas renovables para fibras minerales mediante el cual, en el caso de los cuerpos moldeados como, por ejemplo, materiales no tejidos de fibra, resulten propiedades mecánicas equivalentes o mejoradas, como especialmente la fuerza de rotura en húmedo en el caso de materiales no tejidos de fibra de vidrio.

Correspondientemente se encontró el uso definido al principio.

El aglutinante utilizado según la invención contiene como un componente esencial por lo menos un homopolímero que contiene unidades de vinilamina de una amida de ácido vinilcarboxílico con un grado de hidrólisis $\geq 50\%$ en moles y/o una polietilenimina con estructura ramificada [poliamina A].

Las polietileniminas que van a utilizarse ventajosamente según la invención pueden obtenerse mediante polimerización de etilenimina en presencia de ácidos, ácidos de Lewis o compuestos que dependen ácidos como catalizador. Tales catalizadores son, por ejemplo, halogenuros de alquilo como cloruro de metilo, cloruro de etilo, cloruro de propilo, cloruro de metileno, triclorometano, tetraclorometano o tetrabromometano. Las polietileniminas así preparadas presentan una estructura ramificada con una proporción de grupos amino primarios y terciarios de cada uno aproximadamente el 30% y una proporción de grupos amino secundarios de aproximadamente el 40%. Las polietileniminas tienen generalmente pesos moleculares promedio en peso en el intervalo de ≥ 500 y ≤ 1000000 g/mol, preferiblemente ≥ 800 y ≤ 750000 g/mol y especialmente de ≥ 1000 y ≤ 10000 g/mol. La preparación de polietileniminas mediante reacción catalizada por ácido de etilenimina se da a conocer, por ejemplo, en el documento US-A 2.282.306 o el documento US-A 3.203.910.

Representantes típicos de polietilenimina con estructura ramificada se conocen con los nombres comerciales Epomin[®] SP-006, Epomin[®] SP-018 o Epomin[®] SP-200 de la empresa Nippon Shokubai o Lupasol[®] FG, Lupasol[®] G 20, Lupasol[®] G 35, Lupasol[®] G 100 y Lupasol[®] PS de BASF SE.

Los homopolímeros que contienen unidades de vinilamina están accesibles según un procedimiento de dos etapas mediante polimerización de amidas de ácido N-vinilcarboxílico y la hidrólisis de las poli-(amidas de ácido N-vinilcarboxílico) formadas a este respecto con formación de unidades de vinilamina (véanse para esto, por ejemplo, los documentos US-A 4.421.602, US-A 5.334.287, EP-A 216387, US-A 5.981.689, WO 00/63295, US-A 6.121.409 o US-A 6.132.558). Ejemplos de amidas de ácido N-vinilcarboxílico que pueden utilizarse son N-vinilformamida, N-vinil-N-metilformamida, N-vinil-acetamida, N-vinil-N-metilacetamida, N-vinil-N-etil-acetamida y N-vinilpropionamida. Como amida de ácido N-vinilcarboxílico se prefiere N-vinilformamida.

La polimerización de los monómeros previamente mencionados se realiza normalmente en presencia de iniciadores de la polimerización que forman radicales. Los homopolímeros pueden obtenerse según todos los procedimientos conocidos, por ejemplo se obtienen por polimerización en disolución en agua, alcoholes, éteres o dimetilformamida, o en mezclas de distintos disolventes, mediante polimerización por precipitación, polimerización en suspensión inversa (polimerización de una emulsión de una fase acuosa que contiene monómeros en una fase de aceite) y polimerización de una emulsión agua en agua, por ejemplo, en la que una disolución de monómero acuosa se disuelve o emulsiona en una fase acuosa y se polimeriza con formación de una dispersión acuosa de un polímero soluble en agua como se describe, por ejemplo, en el documento WO 00/27893. A continuación de la polimerización se hidrolizan parcial o completamente los homopolímeros que contienen las unidades de amida de ácido N-vinilcarboxílico incluidas por polimerización, como se describe más adelante.

Para preparar los polímeros que contienen unidades de vinilamina, se parte preferiblemente de homopolímeros de N-vinilformamida, pudiéndose obtenerse éstos mediante la posterior hidrólisis de los homopolímeros con formación de unidades de vinilamina a partir de las unidades de N-vinilformamida incluidas por polimerización, ascendiendo el grado de hidrólisis a ≥ 50 y $\leq 100\%$ en moles y especialmente preferiblemente ≥ 70 y $\leq 100\%$ en moles, respectivamente referido al contenido original de grupos amida de ácido N-vinilcarboxílico no hidrolizados. El grado de hidrólisis se corresponde, en el caso de los homopolímeros, con el contenido de grupos de vinilamina en % en moles. La hidrólisis de los polímeros anteriormente descritos se realiza según procedimientos conocidos mediante la acción de ácidos (por ejemplo, ácidos minerales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido fosfórico, ácidos

carboxílicos como ácido fórmico o ácido acético, o ácidos sulfónicos o ácidos fosfónicos), bases o enzimas como se describen, por ejemplo, en los documentos DE-A 3128478 y US-A 6.132.558. En el uso de ácidos como agentes de hidrólisis, las unidades de vinilamina de los polímeros están presentes como sal de amonio, mientras que en la hidrólisis con bases se forman los grupos amino libres.

- 5 Los grados de hidrólisis de los homopolímeros usados ascienden preferiblemente a $\geq 85\%$ en moles, ventajosamente $\geq 95\%$ en moles y con especial preferencia 100% en moles.

Los pesos moleculares promedio en peso de los homopolímeros que contienen unidades de vinilamina ascienden a ≥ 500 y ≤ 10000000 g/mol, preferiblemente ≥ 1000 y ≤ 500000 g/mol y con especial preferencia ≥ 5000 y ≤ 400000 g/mol. Estos intervalos de peso molecular se corresponden, en el caso de los homopolímeros, con valores de K en el intervalo de 30 a 250, preferiblemente 60 a 100 (determinado según H. Fikentscher en solución salina acuosa al 5% en peso a 25°C , un valor de pH de 7 y una concentración de polímero del $0,5\%$ en peso).

Los homopolímeros que contienen unidades de vinilamina pueden utilizarse tanto en forma que contiene sal (correspondientemente a la mezcla de hidrólisis obtenida) como también en forma libre de sal. Disoluciones acuosas libres de sal de homopolímeros que contienen unidades de vinilamina pueden prepararse, por ejemplo, a partir de las mezclas de hidrólisis que contienen sal anteriormente descritas con ayuda de una ultrafiltración en membranas adecuadas a límites de separación de, por ejemplo, 1000 a 500000 Dalton, preferiblemente 10000 a 300000 Dalton.

Por motivos de costes y generalmente sin pérdidas significativas en las propiedades mecánicas de los cuerpos moldeados, los homopolímeros que contienen unidades de vinilamina se utilizan frecuentemente en su forma que contiene sal (es decir, las mezclas resultantes de la hidrólisis de las amidas de ácido N-vinilcarboxílico correspondientes y no procesadas adicionalmente).

Representantes típicos de los homopolímeros que contienen unidades de vinilamina se conocen con los nombres comerciales Catiofast[®] VFH, Catiofast[®] VSH y Catiofast[®] VMP o Lupamin[®] 5095, Lupamin[®] 9095 y Lupamin[®] 1595 de BASF SE.

Las poliaminas A presentan con especial ventaja más de 2 grupos amino primarios, por ejemplo ≥ 3 , ≥ 4 , ≥ 5 , ≥ 6 , ≥ 7 , ≥ 8 , ≥ 9 o incluso ≥ 10 grupos amino primarios por mol, especialmente ≥ 5 o especialmente ventajosamente incluso ≥ 10 grupos amino primarios por mol.

Se utilizan ventajosamente según la invención poliaminas A que, a 20°C y 1 atm (= 1,013 bares absolutos = presión atmosférica), presentan una solubilidad ≥ 5 g, especialmente ventajoso ≥ 10 g y especialmente ventajosamente ≥ 20 g por 100 g de agua desionizada.

30 Evidentemente, según la invención también pueden utilizarse mezclas de distintas poliaminas A.

Como poliamina A se prefiere un homopolímero que contiene unidades de vinilamina de una amida de ácido vinilcarboxílico, preferiblemente vinilformamida, con un grado de hidrólisis $\geq 50\%$ en moles, preferiblemente $\geq 85\%$ en moles y especialmente preferiblemente 100% en moles y/o una polietilenimina con estructura ramificada.

35 Constituyente esencial de la composición de aglutinante acuosa utilizada según la invención es, además de por lo menos una poliamina A, por lo menos un compuesto de sacárido S.

En el marco de este documento, por un compuesto de sacárido S se entiende monosacáridos, oligosacáridos y/o polisacáridos, así como productos de sustitución y derivados de los compuestos previamente mencionados.

A este respecto, en el caso de los monosacáridos se trata de compuestos orgánicos de fórmula general $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O}_n$, en la que n representa un número entero 5, 6, 7, 8 o 9. Estos monosacáridos también se denominan pentosas, hexosas, heptosas, octosas o nonosas, pudiendo subdividirse estos compuestos en las aldosas correspondientes que presentan un grupo aldehído, o cetosas que presentan un grupo ceto. Los monosacáridos comprenden correspondientemente aldo- o cetopentosas, aldo- o cetoheptosas, aldo- o ceto-octosas o aldo- o cetononosas. Compuestos de monosacárido preferidos según la invención son las pentosas o hexosas que también existen en la naturaleza, prefiriéndose especialmente glucosa, manosa, galactosa, fructosa, ribosa y/o xilosa. Evidentemente, según la invención también están comprendidos todos los estereoisómeros de todos los monosacáridos previamente mencionados.

Se sabe que los monosacáridos previamente mencionados están presentes en forma de sus hemiacetales o hemicetales, formados por un grupo hidroxilo y el grupo aldehído o ceto, formándose generalmente un anillo de cinco o seis miembros. Si solo reacciona un grupo hidroxilo (del grupo hemiacetal o hemicetal o de la cadena de esqueleto de carbono) de una molécula de monosacárido con el grupo hemiacetal o hemicetal de otra molécula de monosacárido con desprendimiento de agua y formación de un grupo acetal o cetalo (un enlace tal se denomina el compuesto glucosídico), entonces se obtienen disacáridos (con la fórmula aditiva general $\text{C}_n\text{H}_{2n-2}\text{O}_{n-1}$). Además, un disacárido tal puede reaccionar con otro monosacárido con desprendimiento de agua dando un trisacárido. Mediante reacciones adicionales con monosacáridos se obtienen tetrasacáridos, pentasacáridos, hexasacáridos, heptasacáridos, octasacáridos, nonasacáridos o decasacáridos. Compuestos que están constituidos por lo menos

dos, pero como máximo diez unidades estructurales de monosacárido mediante compuestos glucosídicos, se denominan oligosacáridos. Oligosacáridos preferidos son los disacáridos, entre ellos se prefieren especialmente la lactosa, maltosa y/o sacarosa. Evidentemente, según la invención también deberán estar comprendidos todos los estereoisómeros de todos los oligosacáridos previamente mencionados.

- 5 Los compuestos de sacárido que están constituidos por más de diez unidades estructurales de monosacárido se denominan en el marco del presente documento compuestos de polisacárido. A este respecto, los compuestos de polisacárido pueden estar constituidos por los elementos estructurales de un monosacárido (denominado homoglicanos) o los elementos estructurales de dos o varios monosacáridos (denominados heteroglicanos) distintos. Según la invención se usan preferentemente homoglicanos.
- 10 Entre los homoglicanos están los almidones que están constituidos por unidades de α -D-glucosa, especialmente preferiblemente. Los almidones están constituidos por los polisacáridos amilosa (unidades de D-glucosa que están unidas entre sí de forma α -1,4-glucosídica) y amilopectina (unidades de D-glucosa que están unidas entre sí de forma α -1,4- y adicionalmente a aproximadamente el 4 % de α -1,6-glucosídica). Normalmente, el almidón que existe de forma natural contiene aproximadamente 20 al 30 % en peso de amilosa y aproximadamente 70 al 80 % en peso de amilopectina. Pero mediante cultivo y variando según el tipo de planta, puede modificarse la relación entre amilosa y amilopectina. Como almidones son adecuados todos los almidones nativos como, por ejemplo, almidones de maíz, trigo, avena, cebada, arroz, mijo, patatas, guisantes, tapioca o sagú. Además, son de interés aquellos almidones naturales que presentan un alto contenido de amilopectina como almidón de maíz ceroso y almidón de patata ceroso. El contenido de amilopectina de estos almidones asciende a ≥ 90 % en peso, frecuentemente ≥ 95 y ≤ 100 % en peso.

Evidentemente, el término compuesto de sacárido S también comprende los productos de sustitución y derivados de los compuestos de mono-, oligo- y polisacárido previamente mencionados, debiendo excluirse, sin embargo, aquellos compuestos de sacárido que presentan ≥ 2 grupos amino primarios.

- 25 A este respecto, por productos de sustitución de un compuesto de sacárido S se entiende aquellos en los que por lo menos un grupo hidroxilo del compuesto de sacárido S se funcionalizó con mantenimiento de la estructura de sacáridos, por ejemplo, mediante esterificación, eterificación, oxidación etc. A este respecto, la esterificación se realiza, por ejemplo, mediante reacción del compuesto de sacárido S con ácidos inorgánicos u orgánicos, sus anhídridos o halogenuros. Son de especial interés los compuestos de sacárido fosfatados y acetilados. La eterificación se realiza generalmente mediante reacción de los compuestos de sacárido con compuestos de halógeno orgánicos, epóxidos o sulfatos en disolución alcalina acuosa. Éteres conocidos son alquil éteres, hidroxialquil éteres, carboxialquil éteres y alil éteres. La oxidación de por lo menos un grupo hidroxilo mediante un oxidante habitual en la química de los hidratos de carbonos como, por ejemplo, ácido nítrico, peróxido de hidrógeno, persulfato de amonio, ácido peroxiacético, hipoclorito de sodio y/o 2,2,6,6-tetrametil-1-piperidiniloxi (TEMPO) forma el compuesto de ceto correspondiente (en el caso de oxidación de un grupo hidroxilo secundario), o compuesto de carboxilo (en el caso de oxidación de un grupo hidroxilo primario).

- 40 Por derivados de compuestos de sacárido S se entiende tales productos de reacción de oligo- y polisacáridos que se obtienen por escisión de por lo menos un grupo acetal o cetalo (es decir, por lo menos un enlace glucosídico) y, por tanto, con degradación de la estructura de sacárido original. Tales reacciones de degradación son habituales para el experto y se realizan especialmente de manera que un compuesto de oligo- o polisacárido se exponga a condiciones térmicas, enzimáticas, oxidativas y/o hidrolíticas.

Con ventaja, como compuesto de sacárido S se utiliza almidón, celulosa, goma guar, xantana, alginato, pectina, quitosano, goma arábiga, carragenina, agar y/o gellan, así como productos de sustitución o derivados de los mismos.

- 45 Con ventaja especial se utilizan, sin embargo, almidones y/o derivados de almidón o sus productos de sustitución, siendo preferidos especialmente maltodextrina y/o sirope de glucosa.

- 50 Una magnitud muy habitual en la práctica operacional para la caracterización del grado de degradación de los almidones es el valor DE. A este respecto, DE representa el equivalente de dextrosa y designa la proporción en porcentaje de azúcares reductores de la sustancia seca. El valor DE se corresponde, por lo tanto, con la cantidad de glucosa (= dextrosa) en gramos que tendría la misma potencia de reducción cada 100 g de sustancia seca. El valor DE es una medida de a qué grado se ha realizado la degradación del polímero. Por tanto, almidones con valor DE más bajo obtienen una alta proporción de polisacáridos y un bajo contenido de mono- y oligosacáridos de bajo peso molecular, mientras que los almidones con alto valor DE están constituidos principalmente por mono- o disacáridos de bajo peso molecular. Las maltodextrinas preferidas en el marco de la presente invención presentan valores DE en el intervalo de 3 a 30 y pesos moleculares promedio en peso de 15000 a 30000 g/mol. Un sirope de glucosa también preferido en el marco de la presente invención presenta los valores DE 20 a 35. Condicionado por la fabricación, estos productos se forman en forma de disoluciones acuosas y, por tanto, generalmente se comercializan como tales. Disoluciones adecuadas de maltodextrinas presentan contenidos de sólidos del 50 al 70 % en peso, disoluciones adecuadas de sirope de glucosa contenidos de sólidos del 70 al 95 % en peso. Especialmente, las maltodextrinas también pueden obtenerse, sin embargo, en forma secada por pulverización como polvo. Según la

invención también son preferidos los almidones degradados modificados que presentan valores DE de 1 a 3 y pesos moleculares promedio en peso de 100000 a 1000000 g/mol y normalmente pueden obtenerse como sólido.

5 El compuesto de sacárido S presenta generalmente un peso molecular (en el caso de mono-, di- o trisacáridos) o molecular medio promedio en peso (en el caso de oligo- y polisacáridos superiores) en el intervalo ≥ 150 y ≤ 5000000 g/mol, frecuentemente en el intervalo ≥ 180 y ≤ 100000 g/mol y frecuentemente en el intervalo ≥ 180 y ≤ 30000 g/mol.

10 Se prefiere cuando el compuesto de sacárido S usado según la invención presenta una solubilidad de ≥ 10 g, ventajosamente ≥ 50 g y especialmente ventajosamente ≥ 100 g por litro de agua desionizada a 20 °C y presión atmosférica. Según la invención, sin embargo, también están comprendidas formas de realización cuyo compuesto de sacárido S presenta una solubilidad < 10 g por litro de agua desionizada a 20 °C y presión atmosférica. Dependiendo de la cantidad de estos compuestos de sacárido S utilizados, éstos también pueden estar presentes en forma de su suspensión acuosa. Si según la invención se utilizan los compuestos de sacárido S en el tipo y la cantidad que están presentes en la suspensión acuosa, entonces es ventajoso cuando las partículas suspensas en medio acuoso del compuesto de sacárido S presentan un diámetro de partícula promedio $\leq 5 \mu\text{m}$, preferiblemente $\leq 3 \mu\text{m}$ y especialmente preferiblemente $\leq 1 \mu\text{m}$. La determinación del diámetro medio de partícula se realiza como en las dispersiones de polímero acuoso P mediante el procedimiento de la dispersión de luz cuasielástica (norma ISO 13 321).

20 Según la invención, es ventajoso que como por lo menos un compuesto de sacárido S se utilice glucosa, manosa, galactosa, xilosa, fructosa, ribosa, lactosa, maltosa, sacarosa, maltodextrina y/o sirope de glucosa, siendo, sin embargo, especialmente preferidos glucosa, fructosa, maltosa, maltodextrina y/o sirope de glucosa y especialmente glucosa y/o sirope de glucosa.

Evidentemente, según la invención también pueden utilizarse mezclas de distintos compuestos de sacárido S.

25 En el aglutinante acuoso utilizado según la invención, la relación en peso de la por lo menos una poliamina A con respecto al por lo menos un compuesto de sacárido S asciende a 1:99 a 80:20, ventajosamente 5:95 a 50:50 y especialmente ventajosamente 10:90 a 35:65.

El aglutinante acuoso utilizado según la invención se prepara mezclando entre sí la por lo menos una poliamina A y el por lo menos un compuesto de sacárido S en el medio acuoso a 20 a 25 °C (temperatura ambiente) o a temperatura más alta. A este respecto es generalmente irrelevante el orden de las adiciones.

30 Los aglutinantes acuosos utilizados según la invención tienen generalmente un contenido de sólidos en el intervalo de ≥ 1 y ≤ 70 % en peso, referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S. Si los aglutinantes utilizados según la invención se utilizan para la unión de fibras de vidrio o materiales no tejidos de fibra de vidrio, entonces su contenido de sólidos asciende ventajosamente a ≥ 5 y ≤ 40 % en peso y especialmente ventajosamente ≥ 10 y ≤ 30 % en peso, mientras que los aglutinantes acuosos utilizados para la unión de la lana de vidrio o de roca presentan ventajosamente un contenido de sólidos ≥ 1 y ≤ 15 % en peso y especialmente ventajosamente ≥ 2 y ≤ 8 % en peso, refiriéndose los contenidos de sólidos respectivamente a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S.

40 Los aglutinantes acuosos utilizados según la invención también presentan generalmente un valor de pH en el intervalo ≥ 4 y ≤ 12 , ventajosamente ≥ 5 y ≤ 12 y especialmente ventajosamente ≥ 6 y ≤ 11 . A este respecto, el valor de medición de pH se realiza a temperatura ambiente con un aglutinante acuoso al 5 % en peso (referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S) con un medidor de pH calibrado. El ajuste del valor de pH es familiar para el experto y se realiza mediante ácidos y bases inorgánicos u orgánicos como especialmente ácido sulfúrico diluido o potasa sódica o cáustica acuosa.

45 Es además esencial que el aglutinante acuoso utilizado según la invención, además de la poliamina A y el compuesto de sacárido S, puede contener como componentes esenciales opcionalmente aún otros componentes habituales para el experto en tipo y cantidad como, por ejemplo, espesantes, dispersantes de pigmento, agentes dispersantes, emulsionantes, promotores de la adhesión, humectantes (por ejemplo, glicerol), sustancias tampón, neutralizantes, biocidas, antiespumantes o disolventes orgánicos.

50 Según la invención, la cantidad total de los compuestos orgánicos presentes, además de la poliamina A y el compuesto de sacárido S, en el aglutinante acuoso asciende a ≤ 30 % en peso, preferiblemente ≤ 10 % en peso y especialmente ventajosamente ≥ 5 % en peso, respectivamente referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S, no debiendo estar contenidos, sin embargo, los productos secundarios orgánicos obtenidos en la fabricación de los homo- y copolímeros que contienen unidades de vinilamina mediante hidrólisis de los homo- y copolímeros que contienen unidades de ácido vinilcarboxílico correspondientes (productos de hidrólisis directa) como, por ejemplo, formiatos de metal alcalino o acetatos de metal alcalino, en los datos en cantidades previamente mencionados.

55 Las fibras minerales son habituales para el experto. Por ejemplo, a este respecto se trata de fibras de vidrio, lana de vidrio o de roca. Evidentemente, el término fibras minerales también deberá comprender los materiales no tejidos de

fibra que pueden obtenerse a partir de las fibras minerales como, por ejemplo, los denominados materiales no tejidos de fibra mecánicamente solidificados, por ejemplo, agujeteados o químicamente previamente unidos.

Según la invención, también está comprendido un procedimiento para la preparación de un cuerpo moldeado de fibras minerales que se caracteriza por que se aplica un aglutinante acuoso que contiene como constituyentes activos

a) por lo menos una poliamina A, y

b) por lo menos un compuesto de sacárido S, en el que

c) la relación en peso de la por lo menos una poliamina A con respecto al por lo menos un compuesto de sacárido S asciende a 1:99 a 80:20, y

d) en el que la cantidad total de los compuestos orgánicos presentes en el aglutinante acuoso, junto con la poliamina A y el compuesto de sacárido S, asciende a $\leq 30\%$ en peso, referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S,

sobre las fibras minerales, dado el caso se moldean las fibras minerales tratadas con el aglutinante acuoso y a continuación las fibras minerales así tratadas se someten a una etapa de tratamiento térmica a una temperatura $\geq 110\text{ }^\circ\text{C}$.

El procedimiento para la preparación de un cuerpo moldeado a partir de fibras minerales y del aglutinante acuoso utilizado según la invención se realiza ventajosamente de tal forma que el aglutinante acuoso se aplique sobre las fibras minerales (impregnación), dado el caso se moldeen las fibras minerales tratadas (impregnadas) con la composición de aglutinante acuoso, y a continuación las fibras minerales así obtenidas se someten a una etapa de tratamiento térmico a una temperatura $\geq 110\text{ }^\circ\text{C}$, ventajosamente $\geq 150\text{ }^\circ\text{C}$ y especialmente ventajosamente $\geq 170\text{ }^\circ\text{C}$ y $\leq 250\text{ }^\circ\text{C}$, ventajosamente $\leq 220\text{ }^\circ\text{C}$, reaccionando la poliamina A y el compuesto de sacárido S entre sí con desprendimiento de agua y curado.

Es esencial que los componentes esenciales del aglutinante acuoso utilizado según la invención, es decir, la poliamina A y el compuesto de sacárido S, puedan mezclarse homogéneamente, especialmente en forma de sus disoluciones acuosas o suspensiones, antes de la aplicación sobre las fibras minerales. Pero también es posible mezclar estos dos componentes primero inmediatamente antes de la aplicación, por ejemplo, con un dispositivo de mezcla estático y/o dinámico. Evidentemente, también es posible aplicar primero una disolución acuosa o suspensión de la poliamina A y después la disolución acuosa o suspensión del compuesto de sacárido S sobre las fibras minerales, realizándose la mezcla sobre las fibras minerales. Pero de forma análoga también puede aplicarse primero la disolución acuosa o suspensión del compuesto de sacárido S y después la disolución acuosa o suspensión de la poliamina A sobre las fibras minerales. Evidentemente, también deberán estar comprendidas formas mixtas de la aplicación de los dos componentes esenciales según la invención.

La impregnación de las fibras minerales se realiza generalmente de tal forma que el aglutinante acuoso se aplique uniformemente sobre la superficie de las fibras minerales. A este respecto, la cantidad de aglutinante acuoso se elige de forma que por cada 100 g de fibras minerales se utilicen ≥ 1 y ≥ 100 g, preferiblemente ≥ 2 y ≤ 50 g y especialmente preferiblemente ≥ 3 y ≤ 30 g de aglutinante (calculado como la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S en base sólida). La impregnación de las fibras minerales es habitual para el experto y se realiza, por ejemplo, mediante impregnación o mediante pulverización de las fibras minerales con el aglutinante acuoso utilizado según la invención.

Después de la impregnación, las fibras minerales se llevan dado el caso a la forma deseada, por ejemplo, mediante la introducción en una prensa o molde calefactable. A continuación de esto, las fibras minerales impregnadas moldeadas se secan de un modo y manera habitual para el experto y se curan con desprendimiento y separación de agua.

Frecuentemente, el secado o curado de las fibras minerales dado el caso moldeadas se realiza en dos etapas de temperatura, realizándose la etapa de secado a una temperatura $< 100\text{ }^\circ\text{C}$, preferiblemente ≥ 20 y $\leq 90\text{ }^\circ\text{C}$ y especialmente preferiblemente ≥ 40 y $\leq 80\text{ }^\circ\text{C}$ y la etapa de curado a una temperatura $\geq 110\text{ }^\circ\text{C}$, preferiblemente ≥ 150 y $\leq 250\text{ }^\circ\text{C}$ y especialmente preferiblemente ≥ 170 y $\leq 220\text{ }^\circ\text{C}$. Después de la etapa de secado, las fibras minerales impregnadas todavía son termoplásticas y todavía son moldeables con calentamiento a una temperatura ≥ 50 y $\leq 100\text{ }^\circ\text{C}$. Después de la etapa de curado con desprendimiento y separación de agua, las fibras minerales tratadas presentan generalmente un comportamiento termoestable.

Pero evidentemente también es posible que la etapa de secado y la etapa de curado de los cuerpos moldeados se realicen en una etapa de trabajo, por ejemplo, en una prensa de moldeo.

Para el procedimiento según la invención se utilizan fibras minerales, especialmente fibras de vidrio o materiales no tejidos de fibra de vidrio.

- 5 Los cuerpos moldeados disponibles según el procedimiento según la invención presentan propiedades ventajosas, especialmente una fuerza de rotura en húmedo mejorada o una resistencia al agua mejorada. Además, en el caso de uso del aglutinante acuoso utilizado según la invención para la unión de las fibras de vidrio a materiales no tejidos de fibra de vidrio, lana de vidrio o de roca, puede renunciarse a los promotores de la adhesión por lo demás habituales como, por ejemplo, compuestos de silano o de siloxano, sin que se produzcan pérdidas a las propiedades mecánicas de los cuerpos moldeados obtenidos.

EJEMPLOS

I. Preparación de flotas de aglutinantes

Materias primas:

Poliamina 1 (P1): disolución acuosa de polivinilamina, Mw: 330000 g/mol, grado de hidrólisis 100 %, contenido de sólidos de polímero: 9 % en peso

Poliamina 2 (P2): disolución acuosa de polivinilamina, Mw: 48000 g/mol, grado de hidrólisis 100 %, contenido de sólidos de polímero: 10 % en peso

Poliamina 3 (P3): disolución acuosa de polivinilamina, Mw: 1200 g/mol, grado de hidrólisis 100 %, contenido de sólidos de polímero: 10 % en peso

Poliamina 4 (P4): polietilenimina, Mw: 800 g/mol, densidad de carga: 16 meq/g, ≥ 99 % en peso

Poliamina 5 (P5): disolución acuosa de polietilenimina, Mw: 1300 g/mol, densidad de carga: 16 meq/g, contenido de sólidos de polímero: 50 % en peso

Poliamina 6 (P6): disolución acuosa de polietilenimina, Mw: 2000 g/mol, densidad de carga: 16 meq/g, contenido de sólidos de polímero: 50 % en peso

Poliamina 7 (P7): disolución acuosa de polietilenimina, Mw: 5000 g/mol, densidad de carga: 17 meq/g, contenido de sólidos de polímero: 50 % en peso

Poliamina 8 (P8): disolución acuosa de polietilenimina, Mw: 750000 g/mol, densidad de carga: 20 meq/g, contenido de sólidos de polímero: 33 % en peso

Compuesto de disolución acuosa al 72 % en peso de un almidón hidrolíticamente degradado con un valor DE
sacárido 1 (S1): 26 a 32 (C*Sweet 01403 de la empresa Cargill GmbH)

Compuesto de disolución acuosa al 50 % en peso de glucosa monohidratada (glucosa monohidratada de la
sacárido 2 (S2): empresa Sigma Aldrich Chemie GmbH)

Compuesto de fructosa monohidratada ≥ 99 % en peso, Sigma Aldrich Chemie GmbH
sacárido 3 (S3):

Compuesto de maltosa monohidratada ≥ 98 % en peso, Sigma Aldrich Chemie GmbH
sacárido 4 (S4):

Compuesto de disolución acuosa al 50 % en peso de un almidón hidrolíticamente degradado con un valor DE
sacárido 5 (S5): de 28 (Maltosweet[®] 300, de la empresa Tate and Lyle GmbH)

Aglutinante Acrodur[®] DS 3530 de la empresa BASF SE (disolución acuosa al 50 % en peso de una
comparativo C: mezcla constituida por un copolímero de ácido acrílico/ácido maleico y trietanolamina)

10 Preparación de flotas de aglutinante acuosas

Para la preparación de las flotas de aglutinante acuosas se dispusieron a 20 a 25 °C (temperatura ambiente) respectivamente 100 g de agua desionizada y las cantidades especificadas en la Tabla 1 de las poliaminas P1 a P8 respectivas en un vaso de precipitados de 5 l y luego se añadieron con agitación las cantidades también especificadas en la Tabla 1 de los compuestos de sacárido S1 a S5 respectivos.

- 15 A estas disoluciones se añadieron 0,3 g de 3-aminopropiltriethoxisilano (Silquest[®] A-1100 Silane de la empresa Momentive Performance Materials) y se mezclaron homogéneamente mediante 10 minutos de agitación. A continuación de esto se diluyeron las disoluciones respectivas mediante la adición de agua desionizada a un contenido de sólidos de polímero del 5 % en peso. Las disoluciones obtenidas se denominan flotas de aglutinante A1 a A22. En el caso de las flotas de aglutinante A10 y A12, mediante la adición de disolución acuosa al 50 % en

peso de ácido sulfúrico se ajustó un valor de pH de 4 y en el caso de las flotas de aglutinante A11 y A13 mediante la adición de disolución acuosa al 50 % en peso de solución de sosa cáustica se ajustó un pH valor de 11.

5 Las flotas comparativas C1 a C3 se obtuvieron disponiendo 180,0 g del aglutinante comparativo C en un vaso de precipitados de 5 l y luego añadiendo 0,3 g de 3-aminopropiltriethoxisilano y mezclando homogéneamente mediante 10 minutos de agitación. A continuación de esto se diluyeron las disoluciones respectivas mediante la adición de agua desionizada a un contenido de sólidos de polímero del 5 % en peso. En el caso de la flota de aglutinante C2, mediante la adición de disolución acuosa al 50 % en peso de ácido sulfúrico se ajustó un valor de pH de 4 y en el caso de la flota de aglutinante C3 mediante la adición de disolución acuosa al 50 % en peso de solución de sosa cáustica se ajustó un pH valor de 11.

10 Tabla 1: Composición de las flotas de aglutinante

Flotas de aglutinante	Poliamina	Sacárido	
A1	100,0 g de P1	112,5 g de S1	
A2	200,0 g de P1	100,0 g de S1	
A3	400,0 g de P1	50,0 g de S1	
A4	200,0 g de P1	144,0 g de S2	
A5	200,0 g de P1	73,0 g de S3	
A6	200,0 g de P1	73,0 g de S4	
A7	200,0 g de P1	144,0 g de S5	
A8	200,0 g de P2	111,1 g de S1	
A9	200,0 g de P3	111,1 g de S1	
A10	100,0 g de P1	112,5 g de S1	(pH 4)
A11	100,0 g de P1	112,5 g de S1	(pH 11)
A12	200,0 g de P1	100,0 g de S1	(pH 4)
A13	200,0 g de P1	100,0 g de S1	(pH 11)
A14	18,2 g de P5	100,0 g de S1	
A15	36,0 g de P6	100,0 g de S1	
A16	36,0 g de P7	100,0 g de S1	
A17	36,0 g de P8	100,0 g de S1	
A18	54,5 g de P9	100,0 g de S1	
A19	63,0 g de P8	81,3 g de S1	
A20	18,0 g de P8	162,0 g de S2	
A21	36,0 g de P8	144,0 g de S2	
A22	63,0 g de P8	117,0 g de S2	

II. Investigaciones de aplicación técnica

Para la preparación de los cuerpos moldeados se utilizaron materiales no tejidos de microfibras de vidrio (27 cm x 28,5 cm) de la empresa Whatman, tipo GF/A N.º 1820-915 con un peso por unidad de superficie de 54 g/m².

15 Preparación de tiras de ensayo

Para aplicar las flotas de aglutinante (impregnación), se condujeron los materiales no tejidos de fibra de vidrio en dirección longitudinal por las flotas de aglutinante acuosas al 5 % en peso A1 a A22, así como C1 a C3, previamente mencionadas sobre una cinta de tamiz de PES continua con una velocidad de la cinta de 60 cm por minuto

ES 2 640 272 T3

respectivamente. Mediante la posterior aspiración de las flotas de aglutinante acuosas se ajustó la aplicación en húmedo a 216 g/m² (calculado correspondientemente a 10,8 g/m² de aglutinante como sólido). Los materiales no tejidos de fibra de vidrio impregnados así obtenidos se secaron en un horno Matis sobre una red de plástico como soporte durante 3 minutos a 180 °C o a 200 °C a corriente de aire caliente máxima y se curaron. Después de enfriarse a temperatura ambiente, se perforaron tiras de ensayo con un tamaño de 240 mm x 50 mm en la dirección longitudinal de la fibra. Las tiras de ensayo obtenidas se almacenaron a continuación en sala climatizada durante 24 horas a 23 °C y 50 % de humedad relativa del aire. Las tiras de ensayo de material no tejido de fibra de vidrio obtenidas en función de las flotas de aglutinante A1 a A22 utilizadas, así como C1 a C3, se denominan a continuación tiras de ensayo A1 a A22, así como C1 a C3.

- 5
- 10 Determinación de la fuerza de rotura "seca" a temperatura ambiente (= fuerza de rotura en seco; FRS)
- 15 La determinación de la fuerza de rotura a temperatura ambiente se realizó en una máquina de ensayo de tracción de la empresa Zwick-Roell, tipo Z005. Las tiras de ensayo A1 a A22, así como C1 a C3, se incorporaron a este respecto perpendicularmente en un dispositivo tensor de tal forma que la longitud de sujeción libre ascendiera a 200 mm. A continuación, se tiró de las tiras de ensayo sujetadas con una velocidad de 25 mm por minuto en dirección opuesta a la rotura de las tiras de ensayo. Cuanto más alta sea la fuerza necesaria para la rotura de las tiras de ensayo, mejor puede evaluarse la fuerza de rotura correspondiente. Se realizaron respectivamente 5 mediciones separadas. Los valores de FRS especificados en la Tabla 2 representan respectivamente el valor medio de estas mediciones.

Determinación de la fuerza de rotura "húmeda" a 80 °C (= fuerza de rotura en húmedo; FRH)

- 20 Para determinar la fuerza de rotura en húmedo, las tiras de ensayo A1 a A22, así como C1 a C3, se almacenaron durante 15 minutos a 80 °C en agua desionizada y después se empapó el exceso de agua con un tejido de algodón. La determinación de la fuerza de rotura en húmedo se realizó en una máquina de ensayo de tracción de la empresa Zwick-Roell, tipo Z005. Las tiras de ensayo A1 a A22, así como C1 a C3, se incorporaron a este respecto perpendicularmente en un dispositivo tensor de tal forma que la longitud de sujeción libre ascendiera a 160 mm. A continuación, se tiró de las tiras de ensayo sujetadas con una velocidad de 25 mm por minuto en dirección opuesta a la rotura de las tiras de ensayo. Cuanto más alta sea la fuerza necesaria para la rotura de las tiras de ensayo, mejor puede evaluarse la fuerza de rotura en húmedo correspondiente. Se realizaron respectivamente 5 mediciones separadas. Los valores de FRH especificados en la Tabla 2 representan respectivamente el valor medio de estas mediciones.

Determinación de la fuerza de rotura a 180 °C (=fuerza de rotura en caliente; FRC)

- 30 La determinación de la fuerza de rotura a 180 °C se realizó en la máquina de ensayo de tracción Zwick-Roell, tipo Z 010 TH2 A. Las tiras de ensayo A1 a A22, así como C1 a C3, se incorporaron a este respecto perpendicularmente en un dispositivo tensor de tal forma que la longitud de sujeción libre ascendiera a 240 mm. La determinación de la fuerza de rotura se realizó a este respecto de tal forma que las tiras de ensayo A1 a A22, así como C1 a C3, se acondicionaron térmicamente primero durante 60 segundos a 180 °C y luego se tiró a esta temperatura con una velocidad de 25 mm por minuto en dirección opuesta hasta la rotura de las tiras de ensayo. Se realizaron respectivamente 5 mediciones. Los valores de FRC también especificados en la Tabla 2 representan respectivamente el valor medio de estas mediciones.

Tabla 2: Resumen de los resultados de la fuerza de rotura [datos de valores respectivamente en N/50mm]

Tiras de ensayo	FRS		FRH		FRC	
	180 °C	200 °C	180 °C	200 °C	180 °C	200 °C
V1	109	99	60	90	104	104
V2	103	97	32	54	101	103
V3	40	31	3	4	71	75
A1	100	103	37	40	97	109
A2	108	98	57	60	103	99
A3	106	112	62	-	111	100
A4	98	90	70	-	101	92
A5	90	91	64	-	97	93
A6	92	91	70	-	103	102

ES 2 640 272 T3

Tiras de ensayo	FRS		FRH		FRC	
	180 °C	200 °C	180 °C	200 °C	180 °C	200 °C
A7	91	97	53	-	100	102
A8	98	101	64	73	104	112
A9	86	93	46	56	94	101
A10	-	-	37	41	-	-
A11	-	-	45	47	-	-
A12	-	-	56	61	-	-
A13	-	-	62	68	-	-
A14	-	108	-	-	-	106
A15	-	104	-	-	-	106
A16	-	107	62	-	-	98
A17	98	99	47	54	95	98
A18	-	97	-	-	-	93
A19	101	104	57	59	97	93
A20	-	112	-	71	-	102
A21	115	112	73	79	106	105
A22	119	110	74	78	101	107

A partir de los resultados es claramente evidente que los aglutinantes acuosos utilizados según la invención presentan resultados de fuerza de rotura similares o mejores que los sistemas de aglutinantes del estado de la técnica.

REIVINDICACIONES

- 1.- Uso de un aglutinante acuoso, que contiene como constituyentes activos
- a) por lo menos un homopolímero que contiene unidades de vinilamina de una amida de ácido vinilcarboxílico con un grado de hidrólisis ≥ 50 % en moles y/o una polietilenimina con estructura ramificada [poliamina A], y
- 5 b) por lo menos un compuesto de sacárido S, en donde
- c) la relación en peso de la por lo menos una poliamina A con respecto al por lo menos un compuesto de sacárido S asciende a 1:99 a 80:20, y
- d) en donde la cantidad total de los compuestos orgánicos presentes en el aglutinante acuoso, junto con la poliamina A y el compuesto de sacárido S, asciende a ≤ 30 % en peso, referido a la suma de las cantidades
- 10 totales de poliamina A y compuesto de sacárido S,
- para la fabricación de cuerpos moldeados de fibras minerales.
- 2.- Uso según la reivindicación 1, en el que como compuestos de sacárido S se usan monosacáridos, oligosacáridos y/o polisacáridos, así como sus productos de sustitución o derivados.
- 3.- Uso según las reivindicaciones 1 o 2, en el que como por lo menos un compuesto de sacárido S se usan
- 15 glucosa, manosa, galactosa, xilosa, fructosa, ribosa, lactosa, maltosa, sacarosa, maltodextrina y/o sirope de glucosa.
- 4.- Uso según una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la relación en peso de la por lo menos una poliamina A con respecto al por lo menos un compuesto de sacárido S asciende a 5:95 a 50:50.
- 5.- Uso según una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el valor de pH en el intervalo del aglutinante acuoso se
- 20 encuentra en ≥ 6 y ≤ 11 .
- 6.- Uso según una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el contenido de sólidos asciende a ≥ 1 y ≤ 70 % en peso, referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S.
- 7.- Procedimiento para la preparación de un cuerpo moldeado de fibras minerales, caracterizado por que un aglutinante acuoso que contiene como constituyentes activos
- 25 a) por lo menos una poliamina A, y
- b) por lo menos un compuesto de sacárido S, en donde
- c) la relación en peso de la por lo menos una poliamina A con respecto al por lo menos un compuesto de sacárido S asciende a 1:99 a 80:20, y
- d) en donde la cantidad total de los compuestos orgánicos presentes en el aglutinante acuoso, junto con la
- 30 poliamina A y el compuesto de sacárido S, asciende a ≤ 30 % en peso, referido a la suma de las cantidades totales de poliamina A y el compuesto de sacárido S,
- se aplica sobre las fibras minerales, dado el caso se moldean las fibras minerales tratadas con el aglutinante acuoso y a continuación las fibras minerales así tratadas se someten a una etapa de tratamiento térmico a una temperatura ≥ 110 °C.
- 35 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que por cada 100 g de fibras minerales se usan ≥ 1 y ≤ 100 g de aglutinante (calculado como la suma de las cantidades totales de poliamina A y compuesto de sacárido S basado en sólido).
- 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 7 u 8, caracterizado por que la etapa de tratamiento térmico se realiza a una temperatura en el intervalo ≥ 150 y ≤ 250 °C.
- 40 10.- Cuerpo moldeado que puede obtenerse según un procedimiento según una de las reivindicaciones 7 a 9.