(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 666 743**

(51) Int. CI.:

C03C 25/26 (2008.01)
C03C 25/32 (2008.01)
C03C 25/34 (2006.01)
D04H 1/587 (2012.01)
D06M 13/192 (2006.01)
D06M 15/03 (2006.01)
D06M 15/11 (2006.01)
D06M 13/203 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.09.2009 PCT/FR2009/051711**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **18.03.2010 WO10029266**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.09.2009 E 09741402 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018 EP 2324089**

(54) Título: **Composición de apresto para lana mineral a base de azúcar hidrogenado y productos aislantes obtenidos**

(30) Prioridad:

11.09.2008 FR 0856109

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.05.2018

(73) Titular/es:

SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)
18 Avenue d'Alsace
92400 Courbevoie, FR

(72) Inventor/es:

JAFFRENNOU, BORIS

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

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 apresto para lana mineral a base de azúcar hidrogenado y productos aislantes obtenidos

La presente invención se refiere al campo de los productos de aislamiento, térmicos y/o acústicos, a base de lana mineral, en particular de vidrio o de roca, y de un aglutinante orgánico libre de formaldehído.

La invención se refiere de manera más particular a una composición de apresto capaz de reticularse térmicamente para formar dicho aglutinante orgánico, la cual incluye al menos un azúcar hidrogenado y al menos un agente de reticulación polifuncional, y a los productos aislantes que resultan de la misma.

La fabricación de productos de aislamiento a base de lana mineral comprende generalmente una etapa de fabricación de la propia lana, que puede ser llevada a cabo por varios procedimientos, por ejemplo, según la técnica conocida como fibrización por centrifugación interna o externa.

La centrifugación interna consiste en introducir la materia mineral fundida (vidrio o roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de orificios pequeños, siendo proyectada la materia hacia la pared periférica del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga y escapándose de la misma en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y arrastrados hacia un órgano receptor por medio de una corriente gaseosa que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, para formar una napa de fibras (o lana mineral).

La centrifugación externa consiste, por su parte, en verter la materia fundida en la superficie periférica externa de órganos giratorios, denominados rotores, de donde la masa fundida es eyectada bajo la acción de la fuerza centrífuga. También se proporcionan medios para el estiramiento por medio de una corriente gaseosa y para la recogida sobre un órgano de recepción.

Para asegurar el ensamblaje de las fibras entre sí y hacer posible que la napa tenga cohesión, se proyecta sobre las fibras, sobre el trayecto que va de la salida del dispositivo centrífugo hacia el órgano receptor, una composición de apresto que contiene una resina termoendurecible. La napa de fibras recubiertas con apresto se somete a un tratamiento térmico, a una temperatura generalmente superior a 100 ºC, con el fin de efectuar la policondensación de la resina y de este modo obtener un producto de aislamiento térmico y/o acústico que tiene propiedades específicas, en particular, estabilidad dimensional, resistencia a la tracción, recuperación del espesor después de la compresión y color homogéneo.

La composición de apresto a ser proyectada sobre la lana mineral se presenta generalmente en forma de una solución acuosa que incluye la resina termoendurecible y aditivos, tales como un catalizador de reticulación de la resina, un silano promotor de la adhesión, un aceite mineral que evita el polvo, ….. La composición de apresto se aplica la mayoría de las veces sobre las fibras por pulverización.

Las propiedades de la composición de apresto dependen en gran medida de las características de la resina. Desde el punto de vista de la aplicación, es necesario que la composición de apresto presente una buena aptitud para la pulverización y se pueda depositar en la superficie de las fibras para aglutinarlas de manera eficiente.

La resina debe ser estable durante un periodo de tiempo dado antes de ser usada para formar la composición de apresto, cuya composición generalmente se prepara en el momento del uso mezclando la resina y los aditivos mencionados anteriormente.

A nivel regulador, es necesario que la resina sea considerada como no contaminante, es decir, que contenga – y que genere durante la etapa de apresto o posteriormente – lo menos posible de compuestos que puedan perjudicar a la salud humana o al medio ambiente.

Las resinas termoendurecibles más comúnmente usadas son resinas fenólicas pertenecientes a la familia de los resoles. Además de su buena capacidad de reticulación en las condiciones térmicas mencionadas anteriormente, estas resinas son solubles en agua, tienen una buena afinidad por las fibras minerales, en particular las fibras de vidrio y son relativamente baratas.

Estos resoles se obtienen por condensación de fenol y de formaldehído, en presencia de un catalizador básico, en una relación molar de formaldehído/fenol superior a 1, para favorecer la reacción entre el fenol y el formaldehído y para reducir el nivel de fenol residual en la resina. La reacción de condensación entre el fenol y el formaldehído se realiza limitando el grado de condensación de los monómeros, para evitar la formación de cadenas largas, poco hidrosolubles, las cuales reducen la capacidad de dilución. En consecuencia, la resina contiene una cierta proporción de monómeros sin reaccionar, en particular el formaldehído, cuya presencia no es deseable debido a sus efectos nocivos probados.

Por esta razón, las resinas a base de resol se tratan generalmente con urea, la cual reacciona con el formaldehído libre, capturándole en forma de condensados de urea–formaldehído no volátiles. La presencia de urea en la resina aporta además una ventaja económica segura debido a su bajo costo, ya que es posible introducirla en una cantidad

relativamente grande sin afectar las cualidades de uso de la resina, en particular sin poner en peligro las propiedades mecánicas del producto final, lo que disminuye significativamente el costo total de la resina.

No obstante, se ha observado que, en las condiciones de temperatura a las que se somete la napa para obtener la reticulación de la resina, los condensados de urea–formaldehído no son estables; ellos se descomponen volviendo a dar formaldehído y urea (a su vez degradada al menos parcialmente en amoniaco) que son liberados a la atmósfera de la fábrica.

Las regulaciones con respecto a la protección ambiental, que se están volviendo más restrictivas, obligan a los fabricantes de productos de aislamiento a buscar soluciones que hagan posible disminuir aún más los niveles de emisiones indeseables, en particular de formaldehído.

Las soluciones de sustitución de los resoles en las composiciones de apresto son conocidas y se basan en el uso de un polímero de ácido carboxílico, en particular de ácido acrílico.

En el documento US 5 340 868, el apresto comprende un polímero policarboxílico, una β-hidroxiamida y un ácido carboxílico monomérico al menos trifuncional.

Se han propuesto composiciones de apresto que comprenden un polímero policarboxílico, un poliol y un catalizador, cuyo catalizador es un catalizador que contiene fósforo (documentos US 5 318 990, US 5 661 213, US 6 331 350, US 2003/0008978), un fluoroborato (documento US 5 977 232) o bien una cianamida, una dicianamida o una cianoguanidina (documento US 5 932 689).

Se han descrito también composiciones de apresto que comprenden una alcanolamina que incluye al menos dos grupos hidroxilo y un polímero policarboxílico (documentos US 6 071 994, US 6 099 773, US 6 146 746) asociado con un copolímero (documento US 6 299 936).

En el documento US 2002/0091185, el polímero policarboxílico y el poliol se usan en cantidades tales que la relación del número de equivalentes de grupos OH al número de equivalentes de grupos COOH varía de 0,6/1 a 0,8/1.

En el documento US 2002/0188055, la composición de apresto comprende un polímero policarboxílico, un poliol y un tensioactivo catiónico, anfótero o no iónico.

En el documento US 2004/0002567, la composición de apresto incluye un polímero policarboxílico, un poliol y un agente de acoplamiento de tipo silano.

En el documento US 2005/0215153, se describe un apresto formado a partir de un preaglutinante que contiene un polímero de ácido carboxílico y un poliol, y de una dextrina como coaglutinante.

En el documento WO 2006/120523 se describe una composición de apresto que comprende (a) un poli(alcohol vinílico), (b) un agente reticulante multifuncional elegido entre los poliácidos no poliméricos o sus sales, los anhídridos o un poliácido no polimérico y (c) opcionalmente un catalizador, variando la relación en peso (a):(b) de 95:5 a 35:65 y siendo el pH al menos igual a 1,25.

Se conoce también por el documento WO 2008/053332 una composición de apresto que comprende un aducto (a) de un polímero de azúcar y (b) de un agente reticulante multifuncional elegido entre los poliácidos monoméricos o sus sales, y los anhídridos, que se obtiene en condiciones tales que la relación en peso (a):(b) varía de 95:5 a 35:65.

Puede hacerse mención, entre los inconvenientes que presentan las composiciones de apresto que acaban de ser citadas, el costo elevado, una viscosidad importante, un pH bajo que crea problemas de corrosión ácida, y una temperatura de reticulación alta.

La presente invención tiene por objetivo proporcionar una composición de apresto para productos aislantes a base de lana mineral que está desprovista de formaldehído, haciendo posible de este modo tener una alternativa a las composiciones de apresto a base de resoles.

Otro objetivo es proporcionar una composición de apresto elaborada a partir de compuestos naturales procedentes de recursos renovables, en particular recursos vegetales.

Otro objetivo es proporcionar una composición de apresto que hace posible fabricar productos aislantes de color blanco.

Para alcanzar estos objetivos, la presente invención propone una composición de apresto para productos aislantes a base de lana mineral, tal como la definida en la reivindicación 1.

Por “azúcar hidrogenado” se entiende en la presente memoria el conjunto de los productos resultantes de la reducción, en cualquier forma que sea, de un azúcar elegido entre los monosacáridos, los oligosacáridos, y los polisacáridos lineales, cíclicos o ramificados, y las mezclas de estos productos, en particular los hidrolizados de almidón.

Los hidrolizados de almidón según la invención se obtienen de forma conocida *per se*, por ejemplo, por hidrólisis enzimática y/o ácida. El grado de hidrólisis del almidón es caracterizado generalmente por el equivalente en dextrosa, denominado también en inglés “Dextrose-Equivalent” (DE), definido por la siguiente relación:

$$DE = 100\ x\left(\frac{número\ de\ enlaces\ glucosídicos\ escindidos}{número\ de\ enlaces\ glucosídicos\ en\ el\ almidón\ inicial}\right)$$

El DE de los hidrolizados de almidón varía según el modo de hidrólisis usado (tipo de enzima o enzimas, por ejemplo), y el grado de hidrólisis: la distribución en productos con diferentes grados de polimerización puede variar dentro de límites amplios.

Los hidrolizados de almidón preferidos tienen un DE, comprendido entre 5 y 99 y de manera ventajosa entre 10 y 80.

la hidrogenación del azúcar se puede realizar por métodos conocidos que operen en condiciones de presión de hidrógeno y temperatura elevadas, en presencia de un catalizador elegido de los grupos IB, IIB, IVB, VI, VII y VIII de la Tabla Periódica de los Elementos, preferiblemente del grupo que comprende níquel, platino, paladio, cobalto, molibdeno y sus mezclas. El catalizador preferido es el níquel de Raney. La hidrogenación transforma el azúcar o mezcla de azúcares (hidrolizado de almidón) en los polioles correspondientes.

Aunque no es preferible, la hidrogenación puede ser llevada a cabo en ausencia de catalizador de hidrogenación, en presencia de una fuente de hidrógeno diferente del gas hidrógeno, por ejemplo, un borohidruro de metal alcalino, tal como el borohidruro de sodio.

Como ejemplos de azúcares hidrogenados, se pueden citar glicerol, eritritol, arabitol, xilitol, sorbitol, manitol, iditol, maltitol, isomaltitol, lactitol, celobitol, palatinitol, maltotritol y los productos de hidrogenación de los hidrolizados de almidón, en particular los comercializados por la compañía Roquette bajo el nombre de Polysorb®. Preferiblemente, se utilizan los productos de hidrogenación de los hidrolizados de almidón.

El azúcar hidrogenado según la invención tiene una masa molar media en número inferior a 100.000, preferiblemente inferior a 50.000, de manera ventajosa inferior a 5.000 y mejor aún superior a 180.

El azúcar hidrogenado según la invención puede contener azúcares reductores en baja proporción que no excede del 5 % en peso (de materias secas), preferiblemente 1 % y mejor aún 0,5 %.

El agente de reticulación polifuncional es capaz de reaccionar con los grupos hidroxilos del azúcar hidrogenado bajo el efecto del calor para formar enlaces de ésteres que llevan a la obtención de una red polimérica en el aglutinante final. Dicha red polimérica permite establecer enlaces a nivel de los puntos de unión de las fibras en la lana mineral.

El agente de reticulación polifuncional es elegido entre los ácidos policarboxílicos orgánicos o las sales de estos ácidos, los anhídridos y los polialdehídos.

Por “ácido orgánico policarboxílico” se entiende un ácido orgánico que comprende al menos dos funciones carboxílicas, preferiblemente como máximo 300, de manera ventajosa como máximo 70 y mejor aún como máximo 15 funciones carboxílicas.

El ácido orgánico policarboxílico puede ser un ácido no polimérico o polimérico; presenta una masa molar en número generalmente inferior o igual a 50.000, preferiblemente inferior o igual a 10.000, y de manera ventajosa inferior o igual a 5.000.

El ácido orgánico policarboxílico no polimérico es un ácido alicíclico, ramificado o no, saturado o insaturado, un ácido cíclico o un ácido aromático.

El ácido orgánico policarboxílico no polimérico puede ser un ácido dicarboxílico, por ejemplo ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido málico, ácido tartárico, ácido tartrónico, ácido aspártico, ácido glutámico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido traumático, ácido canfórico, ácido ftálico y sus derivados, en particular que contienen al menos un átomo de boro o de cloro, el ácido tetrahidroftálico y sus derivados, en particular que contienen al menos un átomo de cloro, tal como ácido cloréndico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido mesacónico y ácido citracónico; un ácido tricarboxílico, por ejemplo ácido cítrico, ácido tricarbalílico, ácido 1,2,4-butanotricarboxílico, ácido aconítico, ácido hemimelítico, ácido trimelítico y ácido trimésico; un ácido tetracarboxílico, por ejemplo el ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico y el ácido piromelítico.

Como ejemplos de ácido orgánico policarboxílico polimérico, se pueden citar los homopolímeros de ácido carboxílico insaturado, tales como el ácido (met)acrílico, ácido crotónico, ácido isocrotónico, ácido maleico, ácido cinámico, ácido 2-metilmaleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido 2-metilitacónico, ácido α,β-metilenglutárico y los monoésteres de ácido dicarboxílico insaturados, tales como maleatos y fumaratos de alquilo de C_1-C_{10} y los copolímeros de al menos un ácido carboxílico insaturado mencionado anteriormente y de al menos un monómero de vinilo, tal como el estireno sustituido o no por grupos alquilo, hidroxilo o sulfonilo o por un átomo de halógeno, el

(met)acrilonitrilo, la (met)acrilamida sustituida o no por grupos alquilo de C_1-C_{10}, los (met)acrilatos de alquilo, en particular el (met)acrilato de metilo, el (met)acrilato de etilo, el (met)acrilato de n-butilo, el (met)acrilato de isobutilo, el (met)acrilato de glicidilo, el butadieno y un éster de vinilo, en particular el acetato de vinilo.

Preferiblemente, la composición de apresto comprende al menos un ácido orgánico policarboxílico no polimérico que tiene una masa molar en número inferior o igual a 1000, preferiblemente inferior o igual a 750 y de manera ventajosa inferior o igual a 500, opcionalmente en mezcla con al menos un ácido orgánico polimérico.

El agente de reticulación polifuncional puede ser un anhídrido, en particular anhídrido maleico, anhídrido succínico o anhídrido ftálico. Sin embargo, la adición de un anhídrido a la composición de apresto hace caer fuertemente el pH, lo que arrastra problemas de corrosión de las instalaciones en la línea de fabricación y de hidrólisis del azúcar hidrogenado. La introducción de una base hace posible llevar el pH de la composición de apresto a un valor suficiente para evitar estos problemas. El costo unido a la adición suplementaria de la base hace que no se prefiera el uso de anhídrido.

El agente de reticulación polifuncional también puede ser un polialdehído.

Por “polialdehído” se entiende un aldehído que comprende al menos dos funciones aldehído.

Preferiblemente, el polialdehído es un dialdehído no polimérico, por ejemplo, glioxal, glutaraldehído, 1,6-hexanodial o el dialdehido 1,4-tereftálico.

Los polialdehídos tienen una reactividad muy alta frente a los grupos hidroxilo del azúcar hidrogenado, pero también frente a los grupos hidroxilo en general, lo que puede presentar inconvenientes, en particular una reducción de la estabilidad y/o una pregelificación de la composición de apresto antes del tratamiento de reticulación térmica. Para evitar estos inconvenientes, las funciones aldehído del polialdehído son bloqueadas de manera ventajosa, para impedir la reacción con los constituyentes presentes en la composición de apresto antes de la entrada de la lana mineral en la estufa. Como ejemplo de agente que hace posible el bloqueo de las funciones aldehído, se pueden citar la urea y las ureas cíclicas.

En la composición de apresto el azúcar hidrogenado representa al menos el 30 % del peso de la mezcla constituida por azúcar hidrogenado y el agente de reticulación polifuncional, y mejor aún de 30 a 80 %.

La composición de apresto puede comprender además un catalizador, ácido o básico, que tiene especialmente por función ajustar la temperatura de comienzo de la reticulación.

El catalizador puede ser elegido entre las bases y ácidos de Lewis tales como las arcillas, la sílice coloidal o no coloidal, las aminas orgánicas, las aminas cuaternarias, los óxidos de metal, los sulfatos de metal, los cloruros de metal, los sulfatos de urea, los cloruros de urea, y los catalizadores a base de silicatos.

El catalizador también puede ser un compuesto que contiene fósforo, por ejemplo una sal de hipofosfito de metal alcalino, un fosfito de metal alcalino, un polifosfato de metal alcalino, un hidrogenofosfato de metal alcalino, un ácido fosfórico o un ácido alquilfosfónico. Preferiblemente, el metal alcalino es sodio o potasio.

El catalizador también puede ser un compuesto que contiene flúor y boro, por ejemplo, el ácido tetrafluorobórico o una sal de este ácido, en particular un tetrafluoroborato de metal alcalino, tal como el sodio o el potasio, un tetrafluoroborato de metal alcalinotérreo, tal como el calcio o el magnesio, un tetrafluoroborato de zinc y un tetrafluoroborato de amonio.

Preferiblemente, el catalizador es el hipofosfito de sodio, el fosfito de sodio y las mezclas de estos compuestos.

La cantidad de catalizador introducida en la composición de apresto puede representar hasta el 20 % del peso del azúcar hidrogenado y del agente de reticulación polifuncional, preferiblemente hasta el 10 %, y de manera ventajosa es al menos igual al 1 %.

La composición de apresto según la invención puede comprender además los aditivos convencionales siguientes en las siguientes proporciones, calculadas sobre la base de 100 partes en peso de azúcar hidrogenado y de agente de reticulación polifuncional:

- 0 a 20 partes de silano, en particular un aminosilano,
- 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente 4 a 15 partes,
- 0 a 5 partes de agente hidrófobo, en particular una silicona,
- 0 a 20 partes de un poliol diferente de los azúcares hidrogenados,
- 0 a 30 partes de urea, preferiblemente 0 a 20 partes,
- 0 a 30 partes de un “extensor” elegido entre los derivados de la lignina, tales como el lignosulfonato de

amonio (LSA) o el lignosulfonato de sodio, y las proteínas animales o vegetales.

El papel de los aditivos es conocido y se recuerda brevemente: el silano es un agente de acoplamiento entre las fibras y el aglutinante, y también actúa como un agente antienvejecimiento; los aceites son agentes antipolvo e hidrófobos; la urea actúa como plastificante y además hace posible ajustar el tiempo de gelificación de la composición de apresto, para evitar problemas de pregelificación; el "extensor" es una carga orgánica, soluble o dispersable en la composición de apresto, que permite especialmente reducir el costo de ésta.

El poliol agregado como aditivo es necesariamente diferente del azúcar hidrogenado; en particular, se excluyen los polioles que se presentan en forma de polímeros que comprenden motivos no sacarídicos, tales como los polímeros y los copolímeros de alcohol vinílico.

La preparación de la composición de apresto se realiza por mezcla simple de los constituyentes citados anteriormente.

La composición de apresto obtenida presenta un pH ácido, del orden de 1 a 4, el cual se mantiene preferiblemente en un valor al menos igual a 2, de manera ventajosa al menos igual a 3, de modo que se limiten los problemas de corrosión de la línea de fabricación de los productos aislantes a base de lana mineral. El ajuste de pH se puede realizar añadiendo una base a la composición de apresto, en particular una base nitrogenada, tal como la trietanolamina, o el hidróxido de amonio o un hidróxido de sodio o de potasio.

Cuando el agente de reticulación polifuncional es un poliácido no polimérico, puede ser ventajoso someter la composición de apresto a un tratamiento térmico, de modo que se haga reaccionar una parte del azúcar hidrogenado con dicho poliácido. En virtud de este tratamiento térmico, el contenido en poliácidos libres con una masa molar baja en la composición de apresto se reduce, lo que tiene el efecto de limitar las emisiones gaseosas generadas durante el curado del apresto en la estufa. El tratamiento térmico se lleva a cabo a una temperatura que puede ir de 40 a 130 ºC.

La composición de apresto se destina a ser aplicada sobre fibras minerales, en particular fibras de vidrio o de roca.

Convencionalmente, la composición de apresto se proyecta sobre las fibras minerales a la salida del dispositivo centrífugo y antes de su recogida sobre el órgano receptor en la forma de una napa de fibras que se trata a continuación a una temperatura que hace posible la reticulación del apresto y la formación de un aglutinante infusible. La reticulación del apresto según la invención tiene lugar a una temperatura comparable a la de una resina formofenólica convencional, a una temperatura superior o igual a 110 ºC, preferiblemente superior o igual a 130 ºC, y de manera ventajosa superior o igual a 140 ºC.

Los productos aislantes acústicos y/o térmicos obtenidos a partir de estas fibras encoladas también constituyen un objetivo de la presente invención.

Estos productos se presentan generalmente en forma de un colchón o fieltro de lana mineral, de vidrio o de roca, o también de un velo de fibras minerales, también de vidrio o de roca, destinado especialmente a formar un recubrimiento de superficie de dicho colchón o de dicho fieltro. Estos productos presentan un color blanco particularmente ventajoso.

Además, los productos aislantes presentan una gran resistencia al desarrollo de microorganismos, en particular de mohos, lo que es debido a la naturaleza no fermentable del azúcar hidrogenado.

Los siguientes ejemplos permiten ilustrar la invención sin limitarla, sin embargo.

En estos ejemplos, se mide lo siguiente:

- Sobre la composición de apresto

- la temperatura de inicio de la reticulación (T_R) y la velocidad de reticulación (V) por el Método de Análisis Mecánico Dinámico (DMA), que permite caracterizar el comportamiento viscoelástico de un material polimérico. El procedimiento es como sigue: una muestra de papel Whatman se impregna con la composición de apresto (contenido en materias sólidas orgánicas del orden del 40 %) y después se fija horizontalmente entre dos mordazas. Se coloca sobre la cara superior de la muestra un elemento oscilante equipado con un dispositivo para medir el esfuerzo en función de la deformación aplicada. El dispositivo hace posible calcular el módulo de elasticidad E'. La muestra se calienta a una temperatura que varía de 20 a 250 °C a una velocidad de 4 °C/min. A partir de las medidas, se establece la curva de variación del módulo de elasticidad E' (en MPa) en función de la temperatura (en °C), cuya apariencia general se da en la figura 1. Se determinan sobre la curva los valores correspondientes a la temperatura de inicio de la reticulación (T_R), en °C, y la pendiente correspondiente a la velocidad de reticulación (V), en MPa/°C.

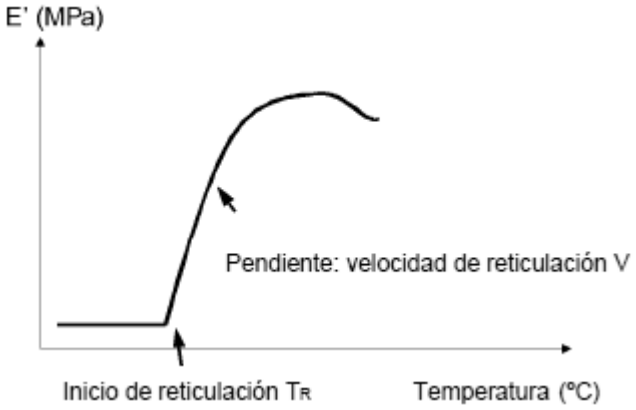

Figura 1

- Sobre el producto de aislamiento

- la resistencia a la tracción se mide según la norma ASTM C 686-71T sobre una muestra cortada por estampado en el producto aislante. La muestra tiene la forma de un toro con una longitud de 122 mm, una anchura de 46 mm, un radio de curvatura del corte del borde externo igual a 38 mm y un radio de curvatura del corte del borde interno igual a 12,5 mm.

La muestra se coloca entre dos mandriles cilíndricos de una máquina de ensayo, uno de los cuales es móvil y se mueve a una velocidad constante. Se mide la fuerza de ruptura F (en gramos fuerza) de la muestra y se calcula la resistencia a la tracción RT, definida por la relación de la fuerza de ruptura F a la masa de la muestra.

La resistencia a la tracción se mide después de la fabricación (resistencia a la tracción inicial) y después de un envejecimiento acelerado en autoclave a una temperatura de 105 ºC bajo humedad relativa del 100 % durante 15 minutos (RT 15).

- el espesor inicial del producto aislante y el espesor después de la compresión durante 24 horas y 12 días con un grado de compresión (definido como la relación del espesor nominal al espesor bajo compresión) es igual a 5/1. Las medidas de espesor, expresadas en %, permiten evaluar el buen comportamiento dimensional del producto.

- la absorción de agua en las condiciones de la norma EN 1609, expresada como kg de agua absorbida por m^2 de producto aislante. Los productos de aislamiento cuya absorción de agua es inferior a 1 kg/m^2 se consideran como poseedores de una baja absorción de agua a corto plazo (24 horas) y pertenecen a la categoría “WS” de acuerdo con la certificación ACERMI.

- el coeficiente de conductividad térmica λ según la norma EN 13162, expresado en $W/(m \times °K)$.

Ejemplos 1 a 4

Se preparan composiciones de apresto que comprenden los constituyentes que aparecen en la Tabla 1, expresados como partes en peso.

El azúcar hidrogenado es el producto de la hidrogenación de un hidrolizado de almidón (70 % de materias secas) que comprende 12 % en peso de maltitol y 12 % en peso de sorbitol.

Las composiciones de apresto se preparan introduciendo sucesivamente, en un recipiente, el azúcar hidrogenado, el ácido cítrico y el hipofosfito de sodio (catalizador) con una agitación vigorosa hasta disolución completa de los constituyentes.

Las propiedades de las composiciones de apresto que aparecen en la siguiente tabla 1 se evalúan en comparación con una composición de apresto convencional que incluye una resina formofenólica y urea (Referencia) preparada según el ejemplo 2, ensayo 1 del documento WO 01/96254 A1.

Tabla 1

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ref.
Composición					
Azúcar hidrogenado (POLYSORB® 70/12/12; ROQUETTE)	58	58	58	57	-
Ácido cítrico	42	42	42	31	-
Homopolímero acrílico (ACUSOL® 445; RÖHM & HASS)	-	-	-	12	-
Hipofosfito de sodio	5	5	5	5	-
Glicerol	-	10	-	-	-
Silicona	-	-	1	-	-
Propiedades					
Temperatura de inicio de la reticulación T_R (ºC)	155	153	n.d.	152	151
Velocidad de reticulación (MPa/ºC)	94	87	n.d.	85	161
Viscosidad a 25 ºC (mPa.s)(1)	9,0	8,7	n.d.	11,0	8,0
Viscosidad a 50 ºC (mPa.s)(1)	6,0	5,9	n.d.	6,7	6,0

(1) solución con 40 % de materias sólidas

n.d.: no determinado

Las composiciones de apresto de los ejemplos 1 a 4 tienen propiedades similares a las de la Referencia en términos de temperatura de inicio de la reticulación (T_R) y de viscosidad. La velocidad de reticulación (V) permanece más baja que la de la Referencia.

Las composiciones de los ejemplos 1 a 4, así como la resina formofenólica (Referencia), se utilizan para formar productos de aislamiento a base de lana de vidrio.

La lana de vidrio se fabrica por la técnica de centrifugación interna en la cual la composición de vidrio fundido se transforma en fibras por medio de una herramienta, denominada base de centrifugación, que comprende una cesta que forma una cámara de recepción de la composición fundida y una banda periférica perforada por una multitud de orificios: la base gira alrededor de su eje de simetría colocado verticalmente, la composición es eyectada a través de los orificios bajo el efecto de la fuerza centrífuga y la materia que se escapa de los orificios se estira en fibras con la ayuda de una corriente de gas de estiramiento.

Convencionalmente, se coloca una corona de pulverización de apresto por debajo de la base fibrizante para distribuir regularmente la composición de apresto sobre la lana de vidrio que se acaba de formar.

La lana mineral, así aprestada, se recoge sobre un transportador de banda equipado con cajas de aspiración internas que retienen la lana mineral en la forma de un fieltro o de una napa en la superficie del transportador. El transportador circula a continuación en una estufa mantenida a 290 ºC donde los constituyentes del apresto se polimerizan para formar un aglutinante. El producto aislante obtenido presenta una densidad igual a 17.5 kg/m^3, un espesor de aproximadamente 82 mm inmediatamente después de la fabricación y una pérdida tras la ignición del orden del 5 %.

Las propiedades de los productos de aislamiento se dan en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2

Composición de apresto	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ref.
Resistencia a la tracción (gf/g)					
Antes del envejecimiento	327	319	258	333	419
Después del envejecimiento	295	269	188	218	351
Pérdida (%)	9,80	15,70	27,10	34,53	16,22
Espesor (mm)					
1 hora	83,0	81,7	83,2	79,6	78,9
24 horas	78,8	77,8	80,2	77,5	77,6
12 días	77,1	75,3	77,0	76,6	77,0
Absorción de agua (kg/m^2)	8,6	n.d.	0,4	n.d	2,6
λ ($W/(m \times °K)$	0,0338	0,0339	0,0337	0,0338	0,0336

n.d: No determinado

Los productos de aislamiento fabricados con las composiciones de apresto de los ejemplos 1 a 4 presentan propiedades similares al producto de referencia en términos de recuperación del espesor después de la compresión durante 12 días y del coeficiente de conductividad térmica λ.

Los productos de aislamiento tratados con la composición de apresto de los ejemplos 1 y 2 presentan una buena resistencia a la tracción después del envejecimiento (pérdida igual a 9,8 y 15,7 % respectivamente) en comparación con la Referencia.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de apresto para productos aislantes a base de lana mineral, en particular de roca o de vidrio, caracterizada porque comprende:

- al menos un azúcar hidrogenado

- al menos un agente de reticulación polifuncional, y

- opcionalmente al menos un poliol diferente de dicho azúcar hidrogenado, representando dicho azúcar hidrogenado al menos un 30 % del peso de la mezcla de azúcar hidrogenado y de agente de reticulación polifuncional, y estando presente dicho poliol en una cantidad que no excede de 20 partes en peso por 100 partes en peso de azúcar hidrogenado y de agente de reticulación polifuncional.

2. La composición según la reivindicación 1, caracterizada porque el azúcar hidrogenado es el producto resultante de la reducción de un azúcar elegido entre los monosacáridos, los oligosacáridos, y los polisacáridos lineales, cíclicos o ramificados.

3. La composición según la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque el azúcar hidrogenado es glicerol, eritritol, arabitol, xilitol, sorbitol, manitol, iditol, maltitol, isomaltitol, lactitol, celobitol, palatinitol, maltotritol y los productos de la hidrogenación de hidrolizados de almidón.

4. La composición según la reivindicación 3, caracterizada porque el azúcar hidrogenado es un producto de la hidrogenación de hidrolizados de almidón.

5. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada porque el azúcar hidrogenado contiene azúcares reductores en una proporción que no excede del 5 % en peso (de materias secas), preferiblemente del 1 % en peso y mejor aún del 0,5 % en peso.

6. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada porque el agente de reticulación polifuncional es elegido entre los ácidos orgánicos policarboxílicos o las sales de esos ácidos, los anhídridos y los polialdehídos.

7. La composición según la reivindicación 6, caracterizada porque el ácido orgánico policarboxílico comprende al menos dos funciones carboxílicas, preferiblemente como máximo 300 funciones carboxílicas, de manera ventajosa como máximo 70 y mejor aún como máximo 15.

8. La composición según la reivindicación 6 o 7, caracterizada porque el ácido orgánico policarboxílico es elegido entre los ácidos orgánicos policarboxílicos no poliméricos alicíclicos, ramificados o no, saturados o insaturados, los ácidos cíclicos y los ácidos aromáticos.

9. La composición según la reivindicación 8, caracterizada porque el ácido orgánico policarboxílico es elegido entre los ácidos dicarboxílicos, especialmente el ácido oxálico, el ácido malónico, el ácido succínico, el ácido glutárico, el ácido adípico, el ácido pimélico, el ácido subérico, el ácido azelaico, el ácido sebácico, el ácido málico, el ácido tartárico, el ácido tartrónico, el ácido aspártico, el ácido glutámico, el ácido fumárico, el ácido itacónico, el ácido maleico, el ácido traumático, el ácido canfórico, el ácido ftálico y sus derivados, en particular los que contienen al menos un átomo de boro o de cloro, el ácido tetrahidroftálico y sus derivados, en particular los que contienen al menos un átomo de cloro, el ácido isoftálico, el ácido tereftálico, el ácido mesacónico y el ácido citracónico; los ácidos tricarboxílicos, en particular el ácido cítrico, el ácido tricabalílico, el ácido 1,2,4-butantricarboxílico, el ácido aconítico, el ácido hemimelítico, el ácido trimelítico y el ácido trimésico; y los ácidos tetracarboxílicos, en particular el ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico y el ácido piromelítico.

10. La composición según la reivindicación 6 o 7, caracterizada porque el ácido orgánico policarboxílico es elegido entre los ácidos orgánicos policarboxílicos poliméricos, en particular los homopolímeros de ácido carboxílico insaturado y los copolímeros de al menos un ácido carboxílico insaturado y de al menos un monómero de vinilo.

11. La composición según la reivindicación 10, caracterizada porque el ácido carboxílico insaturado es el ácido (met)acrílico, el ácido crotónico, el ácido isocrotónico, el ácido maleico, el ácido cinámico, el ácido 2-metilmaleico, el ácido fumárico, el ácido itacónico, el ácido 2-metilitacónico, el ácido α,β-metilenglutárico y los monoésteres de ácidos dicarboxílicos insaturados, y el monómero de vinilo es el estireno sustituido o no por grupos alquilo, hidroxilo o sulfonilo o por un átomo de halógeno, el(met)acrilonitrilo, la (met)acrilamida sustituida o no por grupos alquilo de C_1-C_{10}, los (met)acrilatos de alquilo, los (met)acrilatos de glicidilo, el butadieno y un éster de vinilo.

12. La composición según la reivindicación 6, caracterizada porque el anhídrido es anhídrido maleico, anhídrido succínico o anhídrido ftálico.

13. La composición según la reivindicación 6, caracterizada porque el polialdehído es un dialdehído no polimérico, en particular, glioxal, glutaraldehído, 1,6-hexanodial o 1,4-tereftalaldehído.

14. La composición según la reivindicación 13, caracterizada porque las funciones aldehído del polialdehído están bloqueadas por la urea o ureas cíclicas.

15. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizada porque el azúcar hidrogenado representa 30 a 90 % del peso de la mezcla constituida por azúcar hidrogenado y el agente de reticulación polifuncional, preferiblemente 30 a 85 %, y de manera ventajosa 30 a 80 %.

16. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizada porque comprende además un catalizador elegido entre los ácidos y las bases de Lewis, los compuestos que contienen fósforo y los compuestos que contienen flúor y boro.

17. La composición según la reivindicación 16, caracterizada porque el catalizador representa hasta un 20 % del peso del azúcar hidrogenado y del agente de reticulación polifuncional, preferiblemente hasta un 10 %, y de manera ventajosa al menos un 1 %.

18. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizada porque comprende además los aditivos siguientes en las siguientes proporciones, calculadas sobre la base de 100 partes en peso de azúcar hidrogenado y de agente de reticulación polifuncional:

- 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,

- 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente 4 a 15 partes,

- 0 a 5 partes de un agente hidrófobo, en particular una silicona,

0 a 30 partes de urea, preferiblemente 0 a 20 partes,

- 0 a 30 partes de un “extensor” elegido entre los derivados de lignina, tales como el lignosulfato de amonio (LSA) o el lignosulfonato de sodio, y las proteínas animales o vegetales.

19. Un producto aislante acústico y/o térmico a base de lana mineral, en particular de vidrio o de roca, aprestado con ayuda de la composición se aprestó según una de las reivindicaciones 1 a 18.

20. Un velo de fibras minerales, en particular de vidrio o de roca, aprestadas con ayuda de una composición de apresto según una de las reivindicaciones 1 a 18.