

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 685 339**

51 Int. Cl.:

**C07H 5/04** (2006.01)

**C03C 25/26** (2008.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.04.2013 PCT/EP2013/057151**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.10.2013 WO13150123**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.04.2013 E 13716991 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.05.2018 EP 2834256**

54 Título: **Aglutinantes y productos asociados**

30 Prioridad:

**05.04.2012 GB 201206193**

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

**08.10.2018**

73 Titular/es:

**KNAUF INSULATION (100.0%)**

**Rue de Maestricht 95**

**4600 Visé, BE**

72 Inventor/es:

**HAMPSON, CARL;**

**PACOREL, BÉNÉDICTE y**

**JACKSON, ROGER**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**Observaciones :**

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

ES 2 685 339 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

## Aglutinantes y productos asociados

5 La presente divulgación se refiere a una composición de aglutinante prerreaccionada soluble en agua, a un método para su fabricación, a un uso de dicha composición aglutinante prerreaccionada, a un método de fabricación de un conjunto de materiales unidos mediante un aglutinante polimérico, a una solución o una dispersión de aglutinante que comprende dicha composición aglutinante prerreaccionada, así como a productos que comprenden la composición aglutinante prerreaccionada en un estado curado.

10 En general, los aglutinantes son útiles en la fabricación de artículos ya que son capaces de consolidar material sin ensamblar o ligeramente ensamblado. Por ejemplo, los aglutinantes permiten que dos o más superficie se unan. En particular, los aglutinantes pueden usarse para producir productos que comprenden fibras consolidadas. Los aglutinantes termoendurecibles pueden caracterizarse por ser transformados en materiales insolubles e infusibles por medio de o bien acción térmica o catalítica. Entre los ejemplos de un aglutinante termoendurecible se incluyen una amplia diversidad de fenol-aldehído, urea-aldehído, melamina-aldehído y otros materiales de condensación-polimerización como resinas de furano y de poliuretano. Las composiciones aglutinantes que contienen fenol-aldehído, resorcinol-aldehído, fenol/aldehído/urea, fenol/melamina/aldehído y similares se usan ampliamente para la unión de fibras, materiales textiles, plásticos, cauchos y muchos otros materiales.

20 Las industrias de lana mineral y de tableros de madera han utilizado históricamente un aglutinante a base de fenol formaldehído, generalmente extendido con urea. Los aglutinantes de tipo fenol-formaldehído proporcionan propiedades adecuadas a los productos finales; sin embargo, el deseo de una mayor atención medioambiental y de sostenibilidad ha motivado el desarrollo de aglutinantes alternativos. Un tal aglutinante alternativo es un aglutinante a base de hidrato de carbono derivado de la reacción de un hidrato de carbono y un ácido, por ejemplo, la solicitud publicada de los EE.UU. n.º 2007/0027283 y la solicitud PCT publicada WO2009/019235. Otro aglutinante alternativo son los productos de esterificación de la reacción de un ácido policarboxílico y un polioli, por ejemplo, solicitud publicada de los EE.UU. n.º 2005/0202224. Debido a que estos aglutinantes no utilizan formaldehído como reactivo, se han denominado colectivamente aglutinantes libres de formaldehído.

30 Un área de desarrollo actual es encontrar un sustituto para los aglutinantes de tipo fenol formaldehído a través de una gran variedad de productos, que incluye productos en el sector de la construcción y automovilístico (por ejemplo, aislamiento de lana mineral, tableros de madera, tableros de partículas, madera contrachapada, paneles de escritorio y aislamiento de sonido acústico). En particular, los aglutinantes libres de formaldehído previamente desarrollados no poseen todas las propiedades deseadas. Por ejemplo, los aglutinantes a base de ácido acrílico y poli(vinilalcohol) has mostrado características de rendimiento prometedoras para algunos (aunque no todos) productos. Sin embargo, estos son relativamente más costosos que los aglutinantes de fenol formaldehído, derivan esencialmente de recursos basados en petróleo y tienen una tendencia en mostrar tasas de reacción inferiores en comparación con las composiciones de aglutinante a base de fenol formaldehído (que requieren o bien tiempos de curado prolongados o temperaturas de curado aumentadas).

40 Las composiciones de aglutinante a base de hidrato de carbono están fabricadas con precursores relativamente económicos y derivan principalmente de fuentes renovables. Sin embargo, estos aglutinantes también requieren condiciones de reacción para el curado que son sustancialmente distintas de las condiciones en las que se cura el sistema de aglutinante de fenol formaldehído tradicional.

Un compuesto celulósico comprendido de material celulósico y un aglutinante se desvela en el documento US2011/046271A1. Un adhesivo a base de hidratos de carbono se desvela en el documento DE1905054A1.

50 Específicamente, una alternativa versátil a los aglutinantes de fenol formaldehído anteriormente mencionados es el uso de aglutinantes de poliamida de hidrato de carbono que son aglutinantes poliméricos obtenidos mediante la reacción de hidratos de carbono con poliaminas que tienen al menos un grupo amina primario. Estos aglutinantes de poliamina de hidrato de carbono son sustitutos eficaces para los aglutinantes de fenol formaldehído, puesto que poseen características similares o superiores y son altamente compatibles con los procedimientos establecidos.

55 Por lo general, los aglutinantes de poliamida de hidrato de carbono se preparan como una solución, tal como una solución acuosa y se aplican posteriormente sobre material ligeramente ensamblado para ser unido. A continuación, tal material ligeramente ensamblado humedecido, por ejemplo, se trata térmicamente para curar el aglutinante de poliamina de hidrato de carbono.

60 No obstante, la bastante elevada concentración de sólidos en la solución de aglutinante de poliamina de hidrato de carbono está conectada a varias desventajas, tal como rápida gelificación o solidificación de la solución de aglutinante, así como recristalización del componente de hidrato de carbono. Basándose en la bastante corta vida útil, se observan más problemas con respecto al almacenamiento y envío de aglutinantes de poliamina de hidrato de carbono.

65

Por consiguiente, el problema técnico que subyace la presente invención es proporcionar aglutinantes mejorados, particularmente aglutinantes que sea compatibles con los procesos establecidos, sea medioambientalmente aceptables y superen los problemas anteriormente mencionados.

- 5 La invención se define en las reivindicaciones adjuntas. Cualquier divulgación que quede fuera del ámbito de dichas reivindicaciones está prevista únicamente para fines ilustrativos así como comparativos.

10 Con el fin de resolver el problema técnico anterior, como primer aspecto, la presente divulgación proporciona una composición de aglutinante prerreaccionada soluble en agua, que comprende el/los producto(s) de reacción de (i) al menos un componente de hidrato de carbono y (ii) al menos un componente que contiene nitrógeno.

15 El aglutinante prerreaccionado puede ser en la forma de una solución o dispersión acuosa que contenga al menos el 20 % en peso, por ejemplo, al menos el 25 % en peso, 30 % en peso, 35 % en peso, 40 % en peso, 45 % en peso, 50 % en peso, 55 % en peso, 60 % en peso, 65 % en peso, 70 % en peso, 75 % en peso u 80 % en peso de dicha composición de aglutinante prerreaccionada y no más del 85 % en peso, por ejemplo, no más del 80 % en peso, 75 % en peso o 70 % en peso de dicha composición de aglutinante prerreaccionada.

20 De acuerdo con la presente divulgación, la expresión "composición de aglutinante prerreaccionada" no queda particularmente restringida y generalmente incluye cualquiera composición química que se puede obtener y/u obtenida mediante la reacción de un componente de hidrato de carbono y un componente que contiene nitrógeno, que se puede usar como aglutinante, por ejemplo, para unir material ligeramente ensamblado, bien como tal o con modificación adicional.

25 La composición de aglutinante prerreaccionada de realizaciones preferentes de la presente divulgación se basan en un sistema de aglutinante de componente de hidrato de carbono/componente que contiene nitrógeno, es decir, el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno no están únicamente presentes en pequeñas cantidades en el material de partida para preparar la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación, sino que son los componentes principales del material de partida. Por consiguiente, la cantidad total del al menos un componente de hidrato de carbono y el al menos un componente que contiene nitrógeno en el  
30 material de partida para preparar la composición de aglutinante prerreaccionada puede ser de al menos el 20 % en peso, basado en el peso total de la composición de aglutinante antes de la prerreacción. Por ejemplo, la cantidad total del al menos un componente de hidrato de carbono y el al menos un componente que contiene nitrógeno puede ser de al menos el 30 % en peso, 40 % en peso, 50 % en peso, 60 % en peso, 70 % en peso, 80 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso o 98 % en peso antes de la prerreacción.

35 De acuerdo con una realización de la presente divulgación, la cantidad total de el/los producto(s) de reacción de (i) al menos un componente de hidrato de carbono y (ii) al menos un componente que contiene nitrógeno, el/los componente(s) de hidrato de carbono no reaccionado(s) y el/los componente(s) que contiene(n) nitrógeno no reaccionado(s) en la composición de aglutinante prerreaccionada, es decir, (cantidad de producto(s) de reacción de (i) y (ii))+  
40 (cantidad de componente(s) de hidrato de carbono no reaccionado(s))+ (cantidad de componente(s) que contiene(n) nitrógeno no reaccionado(s)), es de al menos el 20 % en peso, basado en el peso total de la composición de aglutinante prerreaccionada, por ejemplo, al menos el 30 % en peso, 40 % en peso, 50 % en peso, 60 % en peso, 70 % en peso, 80 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso o 98 % en peso.

45 En comparación con el estado de la técnica en la que los reactivos de hidrato de carbono y poliamina se disuelven para formar un aglutinante que se aplica a un material ligeramente ensamblado y posteriormente se reticulan mediante aplicación de calor para producir un aglutinante polimérico, la composición de aglutinante prerreaccionada es una composición que:

- 50 a) en comparación con tales aglutinantes de la técnica anterior como se aplican a material ligeramente ensamblado (a saber antes de la reticulación mediante aplicación de calor) puede tener: especie(s) de reacción intermedias tales como prepolímeros, en cantidades significativas y/o viscosidad reducida por contenido de sólidos y/o peso molecular promedio aumentado y/o color aumentado y/o absorción de luz (por ejemplo, UV); y/o  
55 b) en comparación con tales aglutinantes de la técnica anterior una vez parcial o completamente reticulados (a saber posteriormente a la aplicación de calor) pueden tener un grado significativamente inferior y/o un tipo distinto de reticulación y/o viscosidad inferior.

60 Como se usa en este documento, la expresión "prepolímero" no queda específicamente restringida e incluye cualquier producto(s) de reacción de (i) el al menos un componente de hidrato de carbono y (ii) el al menos un componente que contiene nitrógeno.

65 De acuerdo con una realización de la presente divulgación, la cantidad de el/los producto(s) de reacción de (i) al menos un componente de hidrato de carbono y (ii) al menos un componente que contiene nitrógeno es de al menos el 20 % en peso, basado en el peso total de prepolímeros en la composición de aglutinante prerreaccionada, por ejemplo, al menos el 30 % en peso, 40 % en peso, 50 % en peso, 60 % en peso, 70 % en peso, 80 % en peso, 90 % en peso, 95 % en peso o 98 % en peso. De acuerdo con una realización específica, la cantidad de el/los producto(s)

de reacción de (i) al menos un componente de hidrato de carbono y (ii) al menos un componente que contiene nitrógeno es del 100 % en peso, basado en el peso total de prepolímeros en la composición de aglutinante.

De acuerdo con una realización, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación comprende al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de 1 a 500 kDa. Preferentemente, dicho al menos un prepolímero está contenido, basado en el peso total de la composición de aglutinante, en una cantidad del 2 % en peso o más, por ejemplo, el 5 % en peso o más, 10 % en peso o más, 15 % en peso o más, 20 % en peso o más, 25 % en peso o más, 30 % en peso o más, 35 % en peso o más, 40 % en peso o más, 45 % en peso o más o 50 % en peso o más.

De acuerdo con una realización adicional, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación comprende al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de más de 80 a 500 kDa (prepolímero de alto peso molecular). Preferentemente, dicho al menos un prepolímero de alto peso molecular está contenido, basado en el peso total de la composición de aglutinante, en una cantidad del 0,2 % en peso o más, por ejemplo, el 0,5 % en peso o más, 0,75 % en peso o más, 1 % en peso o más, 1,75 % en peso o más, 2,5 % en peso o más, 5 % en peso o más, 10 % en peso o más, 15 % en peso o más, 20 % en peso o más, 30 % en peso o más, 40 % en peso o más o 50 % en peso o más.

De acuerdo con una realización adicional, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación comprende al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de más de 10 a 80 kDa (prepolímero de medio peso molecular). Preferentemente, dicho al menos un prepolímero de medio peso molecular está contenido, basado en el peso total de la composición de aglutinante, en una cantidad del 0,3 % en peso o más, por ejemplo, el 0,5 % en peso o más, 1 % en peso o más, 1,5 % en peso o más, 2 % en peso o más, 2,5 % en peso o más, 5 % en peso o más, 10 % en peso o más, 15 % en peso o más, 20 % en peso o más, 30 % en peso o más, 40 % en peso o más o 50 % en peso o más.

De acuerdo con una realización adicional, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación comprende uno o más compuestos que tienen un peso molecular en el intervalo de 10 kDa o inferior (prepolímero de bajo peso molecular) en los que son distintos de (i) el al menos un componente de hidrato de carbono y (ii) el al menos un componente que contiene nitrógeno. De acuerdo con una realización específica, los compuestos de bajo peso molecular comprenden uno o más de un glicolaldehído, gliceraldehído, 2-oxopropanal, acetol, dihidroxiacetona, acetoina, butanodiona, etanal, glucosona, 1-desoxihexosulosa, 3-desoxihexosulosa, 3-desoxipentosulosa, 1,4-didesoxihexosulosa, glioxal, metilglioxal, diacetilo y 5-(hidroximetil)furfural.

Además, en el presente documento la expresión "soluble en agua" no queda específicamente restringida e incluye todos los grados de solubilidad en agua de la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente. En particular, la expresión "soluble en agua" incluye solubilidad en agua a 20 °C de 100 g/l o más, 150 g/l o más, 200 g/l o más o 250 g/l o más. Por ejemplo, la expresión " soluble en agua" puede incluir una solubilidad en agua de la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente de 300 g/l o más, 400 g/l o más, 500 g/l o más o 600 g/l o más (a 20 °C). También la práctica infinita solubilidad en agua puede considerarse que está dentro del ámbito de la presente divulgación.

En este contexto, la expresión "insoluble en agua" según la presente divulgación se refiere a casos en los que la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente es esencialmente no soluble en agua a 20 °C. Por ejemplo, la expresión insoluble en agua incluye una solubilidad en agua a 20 °C de 50 g/l o menos, 40 g/l o menos, 30 g/l o menos, o del 20 g/l o menos. Preferentemente, la expresión insoluble en agua incluye casos de solubilidad en agua de 10 g/l o menos, 5 g/l o menos, 1 g/l o menos o del 0,1 g/l o menos.

La composición de aglutinante prerreaccionada puede ser disoluble en agua donde esto significa que 1 parte en peso de composición de aglutinante prerreaccionada mezclada con al menos 25 partes, en particular, al menos 50 partes o 100 partes de agua desionizada no forma una precipitación al mezclarse.

De acuerdo con una realización preferente de la presente divulgación, una solución acuosa que contiene el 70 % en peso de la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación tiene una viscosidad a 20 °C de como máximo 2000 cP. Por ejemplo, una solución acuosa que contiene el 70 % en peso de la composición de aglutinante prerreaccionada anteriormente definida (es decir, una solución acuosa que contiene el 70 % en peso de sólidos) puede tener una viscosidad inicial después de su preparación de 100 a 1500 cP, de 150 a 1200 cP, de 200 a 800 cP, de 220 a 600 cP o de 250 a 400 cP. Desde el punto de vista de manipulación, una viscosidad preferente se encuentra en el intervalo de 280 a 350 cP. La viscosidad puede medirse usando un Viscosímetro Brookfield de par LV, huso de LV-63 a 60 rpm.

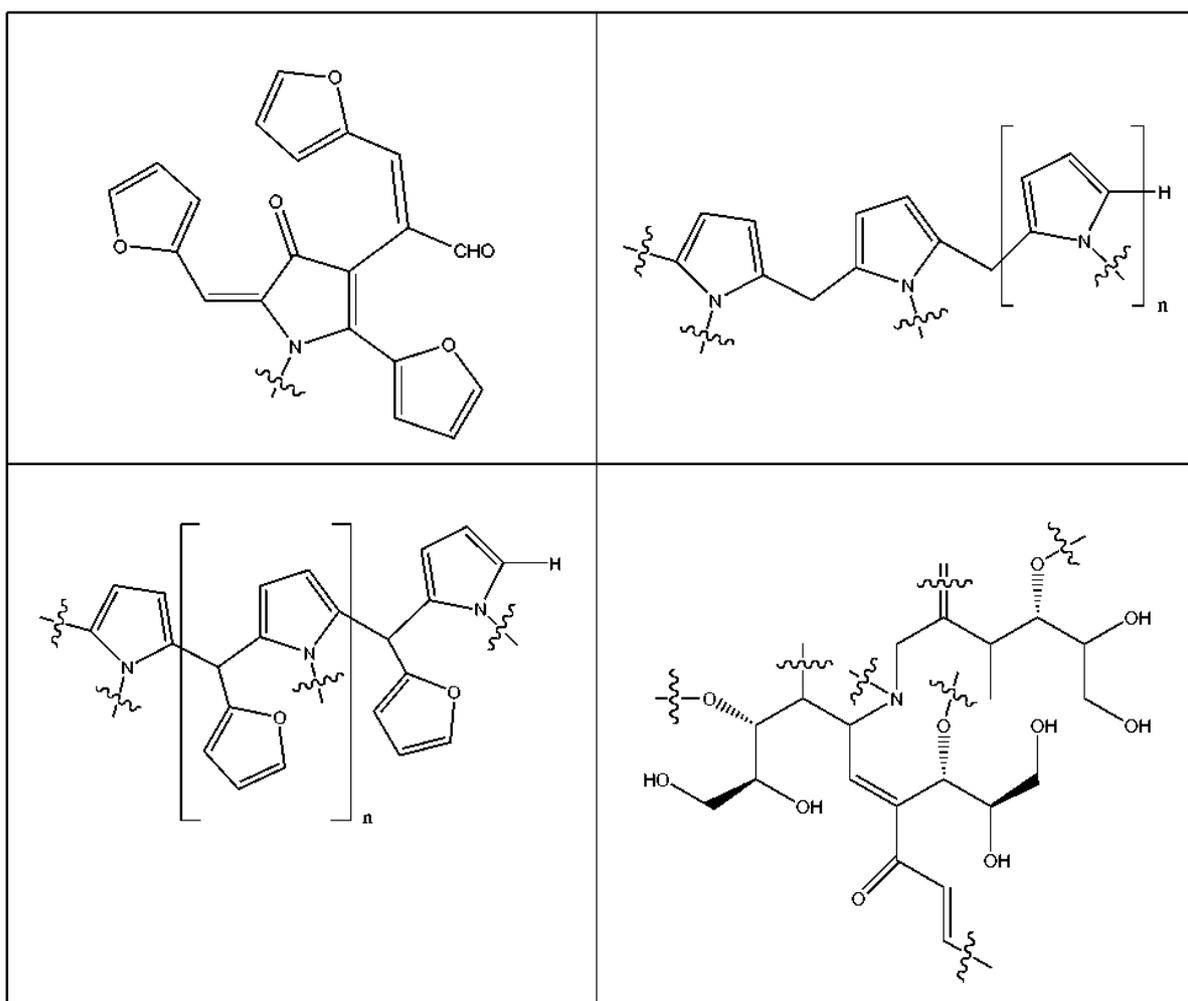
Además, la viscosidad de dicha solución acuosa debe preferentemente no aumentar más de 500 cP cuando se deja reposar a 20 °C durante 12 horas, 24 horas, 48 horas, 72 horas o 96 horas. De acuerdo con una realización preferida adicional, la viscosidad de dicha solución acuosa no debe aumentar más de 500 cP en una semana, 10 días, 12 días o dos semanas. Periodos más largos, tales como tres o cuatro semanas o incluso dos, tres o más meses, donde la viscosidad no aumentará por más de 500 cP son incluso más preferentes.

De acuerdo con una realización adicional, la cantidad por la cual la viscosidad aumente dentro de las primeras 12 horas cuando dejan reposar un 70 % en peso de solución acuosa de la composición de aglutinante prerreaccionada a 20 °C no debe exceder preferentemente 450 cP o 400 cP o incluso 350 cP. Aumentos preferentes en la viscosidad incluyen aumentos de 300 cP o menos, 280 cP o menos, 250 cP o menos y de 200 cP o menos.

5 De acuerdo con la presente divulgación, los períodos de tiempo y aumentos anteriormente mencionados no quedan limitados a los ejemplos mencionados anteriormente y pueden combinarse libremente. Por ejemplo, preferentemente, la solución acuosa del 70 % en peso anteriormente mencionada de la composición de aglutinante prerreaccionada no aumenta en viscosidad por más de 300 cP en las primeras 48 horas después de su preparación o más de 400 cP dentro de las dos semanas después de su preparación. En general, si la viscosidad de una solución acuosa respectiva se vuelve demasiado alta, por ejemplo, causada por gelificación, la composición de aglutinante prerreaccionada puede convertirse inutilizable.

15 De acuerdo con una realización adicional, la composición de aglutinante prerreaccionada anteriormente mencionada es capaz de reaccionar con un reticulante para proporcionar una composición insoluble en agua, por ejemplo, para proporcionar una o más melanoidinas como una composición insoluble en agua. En la presente divulgación, la composición de aglutinante prerreaccionada puede funcionar como un precursor o intermediarios que puede hacerse reaccionar adicionalmente con un reticulante para obtener un aglutinante polimérico. Por ejemplo, este aglutinante polimérico puede contener melanoidinas de alto peso molecular como productos de reacción de Maillard que son esencialmente insolubles en agua.

20 Por ejemplo, la una o más melanoidinas tal como se ha definido anteriormente pueden contener los siguientes motivos estructurales genéricos:



25 en el que n un número entero de al menos 1.

En el presente documento, el término "reticulante" no queda particularmente restringido e incluye cualquier medio químico o físico para reticular adicionalmente la composición de aglutinante prerreaccionada para proporcionar un

aglutinante polimérico adecuado para unir material ligeramente ensamblado, tal como fibras de materia o minerales.

De acuerdo con una realización específica de la presente divulgación, el reticulante puede ser el mismo componente que contiene nitrógeno que se ha hecho reaccionar con el componente de hidrato de carbono o puede ser un componente que contiene nitrógeno distinto. Por ejemplo, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación puede prepararse haciendo reaccionar un componente de hidrato de carbono con hexametildiamina. Posteriormente, puede agregarse hexametildiamina adicional a la composición de aglutinante prerreaccionada para conseguir un alto grado de polimerización requerido en la aplicación respectiva. Un ejemplo adicional incluye el caso en el que la composición de aglutinante prerreaccionada se prepara haciendo reaccionar un componente de hidrato de carbono con una solución acuosa de amoníaco y para el curado adicional final se agrega hexametildiamina.

Sin embargo, de acuerdo con la presente divulgación, el reticulante no está limitado a los componentes que contienen nitrógeno definidos en el presente documento e incluye, a modo de ejemplo, ácidos de Lewis, isocianatos, isocianatos bloqueados, epóxidos, epóxidos bloqueados, compuestos que contienen carbonilo (aldehídos, cetonas, es decir, glioxal) y carbonatos orgánicos. Ejemplos específicos del reticulante incluyen ácido cítrico, ácidos policarboxílicos y anhídridos (por ejemplo, ácido succínico, anhídrido maleico, anhídridos tetra- y hexa-hidroftálicos, copolímeros de anhídrido estirenomaleico), soluciones de ácido policarboxílico y derivados de anhídrido (por ejemplo, sales de amonio de los mismos).

De acuerdo con una realización adicional de la composición de aglutinante prerreaccionada definida anteriormente, la relación de los grupos carbonilo totales en el componente de hidrato de carbono con respecto a grupos que contienen nitrógeno reactivos totales en el componente que contiene nitrógeno es de 5:1 a 1:5. Por ejemplo, la relación de grupos carbonilo con respecto a grupos que contienen nitrógeno puede ser de 5:1 a 1:4,5, de 5:1 a 1:4, de 5:1 a 1:3,5, de 5:1 a 1:3, de 5:1 a 1:2,5, de 5:1 a 1:2, de 5:1 a 1:1,8, de 5:1 a 1:1,5, de 5:1 a 1:1,2, de 5:1 a 1:1, de 5:1 a 1:0,8 y de 5:1 a 1:0,5. Ejemplos adicionales incluyen relaciones tales como de 4:1 a 1:5, de 3,5:1 a 1:5, de 3:1 a 1:5, de 2,5:1 a 1:5, de 2:1 a 1:5, de 1,5:1 a 1:5, de 1:1 a 1:5, de 0,8:1 a 1:5 y 0,5:1 a 1:5. De acuerdo con la presente divulgación, los límites superior e inferior de las relaciones anteriormente mencionadas pueden combinarse libremente.

En el presente documento, la expresión "grupo que contiene nitrógeno reactivo" no queda particularmente restringida e incluye cualquier grupo que contiene nitrógeno en el componente que contiene nitrógeno que sea capaz de reaccionar con el componente de hidrato de carbono. Específicamente, ejemplos de detalles de grupos que contienen nitrógeno reactivo incluyen grupos de amina primaria, secundaria, terciaria y cuaternaria, grupos amida, imina e imida, así como grupos cianato e isocianato.

En el presente documento, la expresión "componente de hidrato de carbono" no queda específicamente restringida y generalmente incluye cualquier compuesto de hidrato de carbono que sea capaz de reaccionar con un componente que contiene nitrógeno.

De acuerdo con una realización del aglutinante prerreaccionado definido anteriormente, el al menos un componente de hidrato de carbono se selecciona del grupo que consiste en monosacáridos, disacáridos, polisacáridos o un producto de reacción de los mismos.

Preferentemente, el componente de hidrato de carbono es o comprende un azúcar reductor y/o un componente que proporciona un azúcar reductor *in situ*. Como se usa en este documento, la expresión "azúcar reductor" indica uno o más azúcares que contienen aldehído o grupos cetona o que pueden isomerizar, es decir, tautomerizar, para contener aldehído o grupos cetona, cuyos grupos pueden oxidarse con, por ejemplo, iones de Cu para proporcionar ácidos carboxílicos. De acuerdo con la presente divulgación, cualquier componente de hidrato de carbono puede sustituirse opcionalmente, tal como con hidroxilo, halo, alquilo, alcoxi y similares. En cualquier tal componente de hidrato de carbono, uno o más centros quirales pueden estar presente y ambos isómeros ópticos posibles en cada centro quiral están incluidos en la divulgación que se describe en el presente documento. Además, también debe entenderse que diversas mezclas, que incluyen mezclas racémicas y otras mezclas diastereoméricas de diversos isómeros ópticos de cualquier tal componente de hidrato de carbono, así como diversos isómeros geométricos de los mismos, pueden usarse en una o más realizaciones descritas en el presente documento.

Azúcares no reductores, por ejemplo, sacarosa, pueden usarse como el componente de hidrato de carbono o como parte del mismo, especialmente cuando son capaces y/o se someten a conversión *in situ* en un azúcar reductor. Además, también se entiende que un monosacárido, un disacárido o un polisacárido puede hacerse reaccionar parcialmente con un precursor para formar un producto de reacción de hidrato de carbono. En la medida de que el producto de reacción de hidrato de carbono está derivado de un monosacárido, un disacárido o un polisacárido y mantiene una reactividad similar con el componente que contiene nitrógeno para formar productos de reacción similares a los de un monosacárido, un disacárido o un polisacárido con un componente que contiene nitrógeno, el producto de reacción de hidrato de carbono se encuentra dentro del ámbito de la expresión de componente de hidrato de carbono.

Preferentemente, cualquier componente de hidrato de carbono debe ser suficientemente no volátil para maximizar su capacidad de permanecer disponible para la reacción con el componente que contiene nitrógeno. El componente de hidrato de carbono puede ser un monosacárido en su forma aldosa o cetosa, que incluye triosa, una tetrosa, una pentosa, una hexosa o una heptosa; o un polisacárido; o combinaciones de los mismos. Por ejemplo, cuando una triosa sirve como el componente de hidrato de carbono o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, puede utilizarse un azúcar de aldotriosa o un azúcar de cetotriosa, tal como gliceraldehído y dihidroacetona, respectivamente. cuando una tetrosa sirve como el componente de hidrato de carbono o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, azúcares de aldotetrosa, tales como eritrosa y treosa; y azúcares de cetotetrosa, tales como eritrosa, pueden utilizarse. Cuando una pentosa sirve como el componente de hidrato de carbono o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, azúcares de aldopentosa, tales como ribosa, arabinosa, xilosa y lixosa; y azúcares de cetopentosa, tales como ribulosa, arabulosa, xilulosa y lixulosa, pueden utilizarse. Cuando una hexosa sirve como el componente de hidrato de carbono o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, azúcares de aldohexosa, tales como glucosa (es decir, dextrosa), manosa, galactosa, alosa, altrosa, talosa, gulosa e idosa; y azúcares de cetoheptosa, tales como fructosa, psicosa, sorbosa y tagatosa, pueden utilizarse. Cuando una heptosa sirve como el componente de hidrato de carbono o se usa en combinación con otros azúcares reductores y/o un polisacárido, puede utilizarse un azúcar de cetoheptosa tal como sedoheptulosa. Otros estereoisómeros tales como componentes de hidrato de carbono no conocidos por ser de origen natural también se contemplan como útiles en la preparación de composiciones de aglutinante tal como se ha descrito en el presente documento. En una realización, el componente de hidrato de carbono es jarabe de maíz de alta fructosa (JMAF).

Como se ha mencionado anteriormente, el componente de hidrato de carbono puede ser polisacárido. Por ejemplo, el componente de hidrato de carbono puede ser polisacárido con un bajo grado de polimerización es incluye, por ejemplo, molasas, almidón, hidrolizados de celulosa o mezclas de los mismos. De acuerdo con un ejemplo específico, el componente de hidrato de carbono es un hidrolizado de almidón, una maltodextrina o una mezcla del mismo. Mientras que los hidratos de carbono de grados superiores de polimerización pueden ser no preferentes, pueden ser, sin embargo, útiles dentro del ámbito de la presente divulgación por despolimerización *in situ*.

Además, de acuerdo con la presente divulgación, el componente de hidrato de carbono puede usarse en combinación con un reactivo polihidroxi de no hidrato de carbono. Ejemplos de reactivos polihidroxi de no hidrato de carbono que pueden usarse en combinación con el componente de hidrato de carbono incluyen, aunque sin limitación, trimetilolpropano, glicerol, pentaeritritol, alcohol polivinílico, acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado, acetato de polivinilo completamente hidrolizado y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el reactivo polihidroxi de no hidrato de carbono es suficientemente no volátil para maximizar su capacidad de permanecer disponible para la reacción con una poliamina monomérica o polimérica. Además, de acuerdo con la presente divulgación, la hidrofobicidad del reactivo polihidroxi de no hidrato de carbono puede ser un factor en la determinación de las propiedades físicas de un aglutinante preparado tal como se describe en el presente documento. Otros compuestos de co-reacción, por ejemplo, como compuestos que contienen carbonilo -aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos y anhídridos, se podrían usar.

En una realización preferente de la composición de aglutinante prerreaccionada definida anteriormente, el al menos un componente de hidrato de carbono se selecciona del grupo que consiste en ribosa, arabinosa, xilosa, lixosa, glucosa (dextrosa), manosa, galactosa, alosa, altrosa, talosa, gulosa, idosa, fructosa, psicosa, sorbosa, dihidroxiacetona, sacarosa y tagatosa, así como mezclas de los mismos.

Además, en el presente documento la expresión "componente que contiene nitrógeno" no queda particularmente limitada e incluye cualquier compuesto químico o mezcla de compuestos, que contiene el menos un átomo de nitrógeno y que es capaz de reaccionar con el al menos un componente de hidrato de carbono.

De acuerdo con una realización, en la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente, el al menos un componente que contiene nitrógeno es  $\text{NH}_3$ , una amina inorgánica o una amina orgánica que comprende al menos un grupo amina primario, así como sales de los mismos. Por ejemplo, como el componente que contiene nitrógeno  $\text{NH}_3$  puede usarse como tal (por ejemplo, en forma de una solución acuosa), así como cualquier tipo de sales de amonio inorgánicas y orgánicas, siempre y cuando estas sales sean capaces de reaccionar con el componente de hidrato de carbono definido anteriormente. Ejemplos específicos de sales de amonio inorgánicas incluyen sulfato de amonio ( $\text{AmSO}_4$ ), fosfato de amonio, cloruro de amonio y nitrato de amonio.

De acuerdo con la presente divulgación, el componente que contiene nitrógeno puede ser una poliamina. En el presente documento, el término "poliamina" incluye cualquier compuesto orgánico que tiene dos o más grupos amina, que puede sustituirse independientemente. Como se usa en este documento, una "poliamina primaria" es un compuesto orgánico que tiene dos o más grupos amina primarios ( $-\text{NH}_2$ ). Dentro del ámbito del término poliamina primaria están los compuestos que son capaces de modificarse *in situ* o isomerizar para generar un compuesto que tenga dos o más grupos amina primarios ( $-\text{NH}_2$ ).

Por ejemplo, la poliamina puede ser una poliamina primaria. De acuerdo con una realización de la presente divulgación, la poliamina primaria puede ser una molécula que tiene la fórmula  $\text{H}_2\text{N-Q-NH}_2$ , en la que Q es alquilo,

cicloalquilo, heteroalquilo o cicloheteroalquilo, cada uno de los cuales pueden estar opcionalmente sustituidos. Por ejemplo, Q puede ser un grupo alquilo seleccionado entre un grupo que consiste en C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub>, un alquilo seleccionado entre un grupo que consiste C<sub>2</sub>-C<sub>9</sub>, un alquilo seleccionado entre el grupo que consiste en alquilo C<sub>3</sub>-C<sub>7</sub>. De acuerdo con una realización preferida, Q es un alquilo C<sub>6</sub>. De acuerdo con otra realización, Q puede ser un ciclohexilo, ciclopentilo o ciclobutilo o un grupo bencilo.

Como se usa en este documento, el término "alquilo" incluye una cadena de átomos de carbono, que puede estar opcionalmente ramificada. Como se usa en este documento, los términos "alqueno" y "alquino" incluyen independientemente una cadena de átomos de carbono, que puede estar opcionalmente ramificados e incluye al menos un enlace doble o un enlace triple, respectivamente. Debe entenderse que alquino puede incluir también uno o más enlaces dobles. Debe entenderse además que alquilo está ventajosamente limitado en longitud, que incluye C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub>, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, y C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. Debe entenderse además que alqueno y/o alquino puede estar cada uno ventajosamente limitado en longitud, que incluye C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub>, C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, y C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>. En particular, grupos alquilo, alqueno y/o alquino más cortos puede agregar menos hidrofobicidad al compuesto y, por consiguiente, tendrá una reactividad distinta hacia el componente de hidrato de carbono o solubilidad en una solución de aglutinante.

Como se usa en este documento, el término "cicloalquilo" incluye una cadena de átomos de carbono, que puede estar opcionalmente ramificada, donde al menos una parte de la cadena es cíclica. Además, de acuerdo con la presente divulgación debe entenderse que el término "cicloalquilalquilo" se entiende como un subconjunto de cicloalquilo y el término "cicloalquilo" también incluye estructuras policíclicas. Por ejemplo, tales cicloalquilos incluyen, aunque sin limitación, ciclopropilo, ciclopentilo, ciclohexilo, 2-metilciclopropilo, ciclopentilet-2-ilo, adamantilo y similares. Como se usa en este documento, el término "cicloalqueno" incluye una cadena de átomos de carbono, que pueden estar opcionalmente ramificados e incluye al menos un enlace doble, donde al menos una parte de la cadena es cíclica. De acuerdo con la presente divulgación, dicho al menos un enlace doble puede ser en la parte cíclica del cicloalqueno y/o la parte no cíclica del cicloalqueno. Además, debe entender que se cicloalquenalquilo y cicloalquilalqueno se entienden cada uno como subconjuntos de cicloalqueno. Además, según la presente divulgación "cicloalquilo" puede ser policíclico. Ejemplos de tales cicloalquenos incluyen, aunque sin limitación, ciclopentenilo, ciclohexilet-2-ilo, cicloheptenilpropenilo y similares. Además, la cadena que forma cicloalquilo y/o cicloalqueno tiene de forma ventajosa una longitud limitada, que incluye C<sub>3</sub>-C<sub>24</sub>, C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub>, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>, C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>, y C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>. De acuerdo con la presente divulgación, cadenas alquilo y/o alqueno más cortas que forman cicloalquilo y/o cicloalqueno, respectivamente, pueden agregar menos lipofobicidad al compuesto y, por consiguiente, tendrán un comportamiento distinto.

Como se usa en este documento, el término "heteroalquilo" incluye una cadena de átomos que incluye tanto carbono como al menos un heteroátomo y está opcionalmente ramificado. Ejemplos de tales heteroátomos incluyen nitrógeno, oxígeno y azufre. En determinadas variaciones, dichos heteroátomos también incluyen fósforo y selenio. En una realización, un heteroalquilo es un poliéter. Como se usa en este documento, el término "cicloheteroalquilo" que incluye heterociclilo y heterociclo, incluye una cadena de átomos que incluye tanto carbono como al menos un heteroátomo, tal como heteroalquilo y puede estar opcionalmente ramificado, donde al menos una parte de la cadena es cíclica. Asimismo, ejemplos de cicloheteroalquilo incluyen, aunque sin limitación, tetrahidrofurilo, pirrolidinilo, tetrahidropirranilo, piperidinilo, morfolinilo, piperazinilo, homopiperazinilo, quinuclidinilo y similares.

En el presente documento, la expresión "opcionalmente sustituido" incluye el reemplazo de átomos de hidrógeno con otros grupos funcionales en el radical que se sustituye opcionalmente. Tales otros grupos funcionales incluyen de forma ilustrativa, aunque sin limitación, amino, hidroxilo, halo, tiol, alquilo, haloalquilo, heteroalquilo, arilo, arilalquilo, arilheteroalquilo, nitro, ácidos sulfónicos y derivados de los mismos, ácidos carboxílicos y derivados de los mismos, y similares. De manera ilustrativa, cualquiera de amino, hidroxilo, tiol, alquilo, haloalquilo, heteroalquilo, arilo, arilalquilo, arilheteroalquilo y/o ácido sulfónico se sustituye opcionalmente.

Por ejemplo, la poliamina primaria puede ser una diamina, triamina, tetraamina o pentamina. De acuerdo con una realización, la poliamina es una triamina seleccionada entre una dietilentriamina, 1-piperazinaetanoamina o bis(hexametileno)triamina. En otra realización, la poliamina es una tetraamina, por ejemplo, trietilentetramina. En otra realización, la poliamina es una pentamina, por ejemplo, tetraetilenopentamina.

Un aspecto de la poliamina primaria es que puede poseer impedimento estérico bajo. Por ejemplo, 1,2-diaminoetano, 1,4-diaminobutano, 1,5-diaminopentano, 1,6-diaminohexano, 1,12-diaminododecano, 1,4-diaminociclohexano, 1,4-diaminobenceno, dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenopentamina, 1-piperazinaetanoamina, 2-metil-pentametilenodiamina, 1,3-pentanodiamina y bis(hexametileno)triamina, así como 1,8-diaminooctano tienen impedimento estérico bajo dentro del ámbito de la presente divulgación. De acuerdo con una realización preferente de la composición de aglutinante prereaccionada tal como se ha definido anteriormente, el componente que contiene nitrógeno es la poliamina primaria 1,6-diaminohexano (hexametilendiamina, HMDA). En una realización adicional el componente que contiene nitrógeno es 1,5-diamino-2-metilpentano (2-metilpentametilendiamina).

En otra realización, el componente que contiene nitrógeno es la poliamina primaria de poliamina de poliéter. Por ejemplo, de acuerdo con la presente divulgación, dicha poliamina de poliéter es una diamina o una triamina. En una

realización, la poliamina de poliéter es una amina primaria trifuncional que tiene un peso molecular promedio de 440 conocido como Polieteramina T-403 Jeffamine (Huntsman Corporation). también se pueden usar EDR-104 y EDR-148 (Huntsman).

5 En una realización adicional, el componente que contiene nitrógeno puede incluir una poliamina polimérica. Por ejemplo, las poliaminas poliméricas dentro del ámbito de la presente divulgación incluyen quitosano, polilisina, polietilenimina, poli(N-vinil-N-metil amina), poliaminoestireno y polivinilaminas. En un ejemplo específico, el componente que contiene nitrógeno comprende una amina de polivinilo. Como se usa en este documento, la amina de polivinilo puede ser un homopolímero o un copolímero.

10 El término "disolvente" que se usa en el presente documento no queda particularmente restringido e incluye cualquier disolvente que pueda usarse para llevar a cabo una reacción entre el componente de hidrato de carbono y el componente que contiene nitrógeno. Por ejemplo, el disolvente puede ser agua, un disolvente orgánico o mezclas de los mismos. Entre los ejemplos de disolventes orgánicos se incluyen alcoholes, éteres, ésteres, cetonas, aldehídos, alcanos y cicloalcanos. Preferentemente, el disolvente consiste en o consiste esencialmente de agua.

15 De acuerdo con una realización adicional, la composición de aglutinante prerreaccionada definida anteriormente tiene un peso molecular promedio en el intervalo de 200 a 5000 g/mol. De acuerdo con la presente divulgación, el peso molecular promedio de la composición de aglutinante prerreaccionada puede estar en el intervalo de 300 a 4500 g/mol, de 400 a 4000 g/mol, de 450 a 3500 g/mol, de 500 a 300 g/mol o de 600 a 1500 g/mol. Sin embargo, el peso molecular promedio de la composición de aglutinante prerreaccionada no queda limitada a dichos intervalos y los valores superiores e inferiores pueden combinarse libremente.

20 Una realización adicional de la presente divulgación se refiere a la composición de aglutinante prerreaccionada definida anteriormente, en la que la relación de peso entre el componente de hidrato de carbono y el componente que contiene nitrógeno es de 0,5:1 a 30:1. Ejemplos de relaciones molares adicionales incluyen relaciones de 0,7:1 a 25:1, de 1:1 a 22:1, de 1.5:1 a 20:1, de 2:1 a 15:1, de 2.5:1 a 10:1 o de 3:1 a 8:1. Sin embargo, de acuerdo con la presente divulgación, la relación molar de componente de hidrato de carbono con respecto a componente que contiene nitrógeno no queda limitada a dichos intervalos y los límites superiores e inferiores pueden combinarse libremente.

25 Una realización adicional se refiere a la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente que comprende al menos un 10 % de los grupos carbonilo iniciales proporcionados por el componente de hidrato de carbono. En particular, en algunas realizaciones de la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación algunos de los grupos carbonilo iniciales del componente de hidrato de carbono no han reaccionado con el componente que contiene nitrógeno y están aún presentes en el mismo. Ejemplos adicionales del número de grupos carbonilo no reaccionados en la composición de aglutinante prerreaccionada incluyen al menos el 15 %, al menos el 20 %, al menos el 25 %, al menos el 30 %, al menos el 35 %, al menos el 40 %, al menos el 50 %, al menos el 60 % o al menos el 75 % de grupos carbonilo presentes en el componente de hidrato de carbono antes de la reacción con el componente que contiene nitrógeno. De acuerdo con una realización específica, los grupos carbonilo iniciales están presentes en la forma de hidrato de carbono no reaccionado.

30 Como se usa en este documento, la expresión componente de "hidrato de carbono no reaccionado" se refiere a cualquier compuesto del (i) al menos un componente de hidrato de carbono que está aún presente en su forma inicial, es decir, que no ha sido sometido a ninguna reacción. De acuerdo con una realización, la composición de aglutinante prerreaccionada comprende, basado en el peso total de la composición de aglutinante, hasta el 80 % en peso de hidrato de carbono no reaccionado, por ejemplo, hasta el 75 % en peso, hasta el 70 % en peso, hasta el 65 % en peso, hasta el 60 % en peso, hasta el 55 % en peso o hasta el 50 % en peso.

35 Dependiendo de su composición química, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación puede usarse como tal, es decir, aplicándola a material ligeramente ensamblado y curándolo, por ejemplo, mediante aplicación de calor y/o radiación para llegar a un aglutinante polimérico.

40 En una realización adicional, la composición de aglutinante prerreaccionada puede usarse añadiendo posteriormente un reticulante, aplicando la mezcla sobre el material ligeramente ensamblado y curando la mezcla, formando, de este modo, un aglutinante polimérico altamente reticulado que tiene propiedades similares o incluso mejoradas sobre los aglutinantes a base de hidrato de carbono conocidos. En este caso, la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente solicitud puede prepararse, almacenarse y/o enviarse de forma ventajosa y usarse más tarde y/o en un lugar distinto añadiendo un reticulante, para completar la composición de aglutinante final.

45 Si no se indica lo contrario, cualquiera de las anteriores definiciones también aplica a los aspectos adicionales y realizaciones de la presente divulgación que se describe a continuación.

50 Un aspecto adicional de la presente divulgación se refiere a un método de fabricación de la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente, que comprende las etapas de:

- (i) proporcionar al menos un componente de hidrato de carbono,
- (ii) proporcionar al menos un componente que contiene nitrógeno,
- (iii) mezclar en un disolvente el/los componente(s) de hidrato de carbono y el/los componente(s) que contiene(n) nitrógeno y

5 (iv) hacer reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno en la solución o dispersión obtenida en la etapa (iii).

10 De acuerdo con la presente divulgación, el método de fabricación de la composición de aglutinante prerreaccionada puede llevarse a cabo en las mismas condiciones (es decir, componentes y relaciones) tal como se ha definido anteriormente con respecto a la composición de aglutinante prerreaccionada.

15 En una realización preferida, la preparación de la composición de aglutinante prerreaccionada se lleva a cabo en un disolvente, tal como agua, para proporcionar directamente una solución aglutinante útil para el almacenamiento, envío o como base para preparar la composición de aglutinante final. Por ejemplo, la composición de aglutinante prerreaccionada puede prepararse en una solución acuosa concentrada del componente de hidrato de carbono y componente que contiene nitrógeno. La solución de aglutinante prerreaccionada concentrada obtenida de este modo puede usarse, por lo tanto, por ejemplo, en un tiempo posterior y/o en un lugar distinto, por ejemplo, mediante dilución y adición de un reticulante, como un aglutinante eficaz para consolidar material ligeramente ensamblado.

20 De acuerdo con una realización preferente de la presente divulgación, las etapas anteriores (i) a (iv) se llevan a cabo mientras que el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno no están en contacto con un conjunto de material que va a ser unido mediante un aglutinante polimérico.

25 La temperatura en la etapa (iv) del método anterior de fabricación de la composición de aglutinante prerreaccionada de la presente divulgación no queda específicamente restringida e incluye temperaturas en el intervalo de 10 a 120 °C, 15 a 110 °C, 20 a 100 °C o 25 a 90 °C. Por ejemplo, la temperatura de reacción puede estar en el intervalo de 25 a 85 °C, 30 a 80 °C, 35 a 75 °C o de 40 a 70 °C. Ejemplos específicos del intervalo de temperatura incluyen de 40 a 90 °C, 45 a 85 °C y de 50 a 75 °C. De acuerdo con la presente divulgación, la temperatura en la que se prepara la composición de aglutinante prerreaccionada no queda limitada a los intervalos anteriores y los valores superiores e inferiores de dichos intervalos pueden combinarse libremente.

30 De acuerdo con una realización, la etapa de reacción (iv) del método anterior se lleva a cabo haciendo reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno a una temperatura de como máximo 120 °C, por ejemplo, como máximo 115 °C, como máximo 110 °C, como máximo 105 °C, como máximo 100 °C, como máximo 95 °C, como máximo 90 °C, como máximo 85 °C o como máximo 80 °C.

35 Asimismo, la duración de hacer reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno en la etapa de reacción (iv) en el método anterior no queda específicamente restringida e incluye duraciones de 5 a 240 minutos, 5 a 210 minutos, 5 a 180 minutos, 5 a 150 minutos, 5 a 120 minutos, 5 a 90 minutos, 5 a 75 minutos, 5 a 60 minutos, 5 a 40 minutos, 5 a 30 minutos y de 5 a 25 minutos. Ejemplos adicionales incluyen duraciones de 5 a 240 minutos, 10 a 240 minutos, 15 a 240 minutos, 20 a 240 minutos, 25 a 240 minutos, 30 a 240 minutos, 40 a 240 minutos, 45 a 240 minutos, 60 a 240 minutos, 120 a 240 minutos y de 180 a 240 minutos. Sin embargo, duraciones de hasta un, dos, tres, cuatro, cinco y seis días, así como duraciones de una, dos o tres semanas también pueden ser razonables dentro del ámbito de la presente divulgación. De acuerdo con la presente divulgación, la duración de la preparación de la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente no queda limitada a los ejemplos anteriores y los valores superiores e inferiores de dichos intervalos puede combinarse libremente en el presente documento.

40 De acuerdo con una realización, la etapa de reacción (iv) se lleva a cabo haciendo reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componentes que contiene nitrógeno durante un período de como máximo 96 horas, por ejemplo, como máximo 90 horas, como máximo 85 horas, como máximo 80 horas, como máximo 75 horas, como máximo 70 horas, como máximo 65 horas, como máximo 60 horas, como máximo 55 horas, como máximo 50 horas, como máximo 45 horas, como máximo 40 horas, como máximo 35 horas, como máximo 30 horas, como máximo 25 horas, como máximo 20 horas, como máximo 15 horas, como máximo 10 horas, como máximo 5 horas o como máximo 3 horas. La etapa de reacción (iv) puede llevarse a cabo haciendo reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno durante un período de al menos 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60 12 o 180 minutos.

45 De acuerdo con una realización específica, la etapa de reacción (iv) se lleva a cabo haciendo reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno a un intervalo de temperatura de 40 a 120 °C durante un periodo de 5 a 180 minutos.

50 De acuerdo con otra realización específica, la etapa de reacción (iv) se lleva a cabo haciendo reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y componente(s) que contiene(n) nitrógeno a un intervalo de temperatura 20 a 30 °C durante un periodo de 1 a 96 horas.

De acuerdo con la presente divulgación, la duración y temperatura para llevar a cabo la etapa de reacción (iv) del método anterior no queda limitada a los ejemplos anteriores y los valores superiores e inferiores de dichos intervalos puede combinarse libremente en el presente documento.

5 De acuerdo con una realización adicional, la viscosidad de la solución o dispersión durante la etapa (iv) de hacer reaccionar el/los componente(s) de hidrato de carbono y el/los componente(s) que contiene(n) nitrógeno no aumentan en más de 300 cP, cuando se determina a 20 °C y hay presente una concentración de partida del 70 % de hidrato de carbono total y componentes que contienen nitrógeno antes de dicha etapa (iv). Por ejemplo, la viscosidad no aumenta por más de 275 cP, más de 250 cP, más de 225 cP, más de 200 cP, más de 175 cP, más de 150 cP,  
10 más de 100 cP, más de 75 cP o más de 50 cP.

La etapa de reacción (iv) puede llevarse a cabo a o sustancialmente a presión atmosférica, por ejemplo, en un vaso de precipitación abierto. Como alternativa, la etapa de reacción (iv) puede llevarse a cabo en un vaso de reacción cerrado; puede llevarse a cabo a una presión por encima de presión atmosférica.

15 De acuerdo con otro aspecto, la presente divulgación se refiere a una composición de aglutinante prerreaccionada soluble en agua que se puede obtener mediante el método tal como se define anteriormente.

20 Por ejemplo, una realización se refiere a la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente, en la que dicha composición de aglutinante se puede obtener haciendo reaccionar en un disolvente el al menos un componente de hidrato de carbono con el al menos un componente que contiene nitrógeno a una temperatura de al menos 10 °C durante un período de al menos 5 minutos.

25 De acuerdo con otro aspecto, la presente divulgación se refiere a un uso de la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente en la fabricación de un producto que comprende un conjunto de material unido mediante un aglutinante polimérico.

30 En el presente documento, la expresión "conjunto de material" no queda particularmente restringida e incluye cualquier conjunto de material que comprende fibras seleccionadas entre el grupo que consiste en fibras minerales (que incluye fibras de lana de escoria, fibras de lana de roba, fibras de vidrio), fibras de aramida, fibras de cerámica, fibras de metal, fibras de carbono, fibras de poliimida, fibras de poliéster, fibras de rayón y fibras celulósicas. Ejemplos adicionales de un conjunto de material incluyen: partículas tales como carbón, arena; fibras celulósicas; astillas de madera, serrín, pulpa de madera, madera molida, virutas de madera, hebras de madera, capas de madera; otras fibras naturales tales como yute, lino, cáñamo y paja; chapas de madera; revestimientos;  
35 revestimientos de madera, partículas, materiales tejidos y no tejidos (por ejemplo, que comprenden fibras, a saber del/ de los tipo(s) referidos anteriormente).

40 Un aspecto adicional de la presente divulgación se refiere a un método de fabricación de un conjunto de materiales unidos mediante un aglutinante polimérico que comprende las etapas de:

- (i) proporcionar un conjunto de material,
- (ii) proporcionar la composición de aglutinante prerreaccionada anteriormente definida o una composición de aglutinante prerreaccionada obtenida mediante el método tal como se ha definido anteriormente, en un disolvente para obtener una solución o una dispersión,
- 45 (iii) aplicar la solución o dispersión obtenida en la etapa (ii) a un conjunto de material y
- (iv) aplicar energía al conjunto de material que contiene dicha solución o dispersión para curar la composición de aglutinante.

50 La etapa (iv) de aplicar energía al conjunto de material tal como se ha definido en el anterior método no queda particularmente restringida e incluye, por ejemplo, calentar en un horno a una temperatura de 100 °C a 350 °C, dependiendo del tipo de material, la cantidad de aglutinante y otras condiciones.

55 De acuerdo con una realización del método anterior, en la etapa (ii) se agrega un reticulante a la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente o la composición de aglutinante prerreaccionada obtenida mediante el método tal como se ha definido anteriormente o la solución o dispersión del mismo.

60 En una realización adicional del método anteriormente definido de fabricación de un conjunto de material, la composición de aglutinante prerreaccionada tal como se ha definido anteriormente o composición de aglutinante prerreaccionada obtenida mediante el método tal como se ha definido anteriormente se ha envejecido durante al menos 24 horas antes de añadir la reticulación en la etapa (ii). Ejemplos adicionales incluyen periodos de envejecimiento de al menos 48 horas, al menos 72 horas, al menos 96 horas, al menos una, dos o tres semanas o al menos uno o dos meses.

65 De acuerdo con la presente divulgación, la composición de aglutinante prerreaccionada puede cambiar durante el tiempo en su composición química al continuar la reacción entre el componente de hidrato de carbono y el componente que contiene nitrógeno. Por ejemplo, incluso a temperaturas relativamente bajas, tal como temperatura

ambiente (20 °C) o inferior, reacciones de tipo Maillard pueden continuar entre el componente de hidrato de carbono y el componente que contiene nitrógeno hacia la formación de melanoidinas. Como consecuencia, el envejecimiento de la composición de aglutinante prereaccionada puede llevar a un proceso de curado final acelerado del aglutinante y/o a una resistencia de unión mejorada.

5 De acuerdo con una realización adicional del método anteriormente definido de fabricación de un conjunto de material, antes de la etapa de aplicación de la solución o dispersión obtenida en la etapa (ii) a un conjunto de material, el conjunto de material está sustancialmente libre de aglutinante.

10 Un aspecto adicional de la presente divulgación se refiere a una solución o dispersión de aglutinante que comprende en un disolvente la composición de aglutinante prereaccionada tal como se ha definido anteriormente y un reticulante.

15 La solución o dispersión de composición de aglutinante prereaccionada, particularmente en el estado aplicado al material a unir, puede comprender:

- al menos el 5 %, 10 %, 15 % o 18 % de sólidos y/o
- menos del 80 %, 70 % o 60 % (particularmente en el caso de aplicaciones de tableros de madera) o inferior al 50 %, 40 % o 20 % de sólidos (particularmente en el caso de aplicaciones de aislamiento con fibras minerales)

20 determinado particularmente como sólidos cocidos en peso después de secado a 140 °C durante 2 horas.

25 De acuerdo con aspecto adicional, la presente divulgación se refiere a un producto de fibras o que contiene partículas que comprende uno o más tipos de fibras y/o partículas y la composición de aglutinante prereaccionada tal como se ha definido anteriormente en un estado curado.

30 Los aglutinantes de acuerdo con la presente divulgación puede usarse como aglutinantes, por ejemplo, en artículos seleccionados entre el grupo que consiste en: materiales de aislamiento térmico; aislamiento de lana mineral (que incluye aislamiento de lana de vidrio y aislamiento de lana de roca); tableros de madera; tableros de fibra; tableros de partículas de madera; tableros de virutas; tableros de virutas orientado; tableros de fibras de densidad media; madera contrachapada; laminados de alta presión.

35 La calidad del aglutinante en el producto terminado, particularmente, en el caso del aislamiento de lana mineral, puede ser:

- Superior al: 1 %, 2 %, 2,5 %, 3 %, 3,5 % o 4 %; y/o
- Inferior al: 20 %, 15 %, 10 % u 8 %

40 medido en peso en seco del producto terminado.

La cantidad de aglutinante para el aislamiento de lana mineral se mide normalmente por pérdida por calcinación (LOI).

45 Particularmente, en el caso del aislamiento de fibras minerales, los productos pueden tener uno o más de las siguientes resistencias de separación:

Resistencia de separación ordinaria de

- Al menos 120 g/g, preferentemente al menos 150 g/g; y/o
- Menos de 400 g/g

Resistencia de separación alterada por atmósfera de

- Al menos 120 g/g, preferentemente al menos 150 g/g; y/o
- Menos de 400 g/g
- Menos del 10 %, preferentemente menos de un 5 %

60 La resistencia de separación se expresa en gramos/gramo siendo la carga de rotura total de seis especímenes de ensayo dividida por su carga total.

El ensayo se lleva a cabo sobre mantas de fibra mineral tal como se recibieron para su ensayo (resistencia de separación ordinaria) y después de un ensayo de alteración por tiempo acelerada tal como se explica a continuación (resistencia de separación alterada por atmósfera).

65 Un primer conjunto de seis muestra de la forma y dimensión que se muestra en la Fig. 14 se corta a partir de la manta de fibra mineral que va a ser sometida a ensayo. Las dimensiones son:

r: radio 12,7 mm;  
 DC: distancia entre centros 44,5 mm;  
 a: 25,4 mm;  
 b: 121 mm.

5 El eje largo de las muestras debe ser paralelo a la dirección de la cinta transportadora y las muestras deben tomarse en toda la anchura de la manta mineral. Un segundo conjunto de seis muestras se toma a continuación del mismo modo.

Se registra el peso total del primer grupo de seis muestras W1 en gramos.

10 Se registra el peso total del segundo grupo de seis muestras W2 en gramos; estas muestras se colocan a continuación en una autoclave precalentada y acondicionada sobre un estante de malla metálica lejos de la parte inferior de la cámara a vapor húmedo a 35kN/m<sup>2</sup> durante una hora. A continuación, se retiran y se secan en un horno a 100 °C durante cinco minutos y se someten a ensayo inmediatamente para la resistencia de separación.

15 Para evaluar la resistencia de separación, cada muestra se monta en cambio sobre las mandíbulas de una máquina de resistencia a la tracción 5500 Instron y se registra la carga de rotura máxima en gramos o Newtons. Si la carga de rotura se mide en Newtons se convierte a gramos multiplicándola por 101,9. Se obtienen seis resultados para cada conjunto de muestras: G1 G2 G3 G4 G5 y G6 para el primer conjunto de muestras y G7 G8 G9 G10 G11 y G12 para el segundo conjunto de muestras.

20 La resistencia de separación ordinaria se calcula a partir del primer conjunto de muestras usando la fórmula de resistencia de separación ordinaria = (G1+G2+G3+G4+G5+G6)/W1.

La resistencia de separación de alteración por tiempo se calcula a partir del segundo conjunto de muestras usando la fórmula de resistencia de separación de alteración por tiempo = (G7+G8+G9+G10+G11+G12)/W2.

25 Cuando el producto es aislamiento de lana mineral puede tener una o más de las siguientes características:

- Una densidad superior a 5, 8 o 10 kg/m<sup>3</sup>;
- Una densidad inferior a 200, 180 o 150 kg/m<sup>3</sup>
- Comprende fibras de lana de vidrio y tiene una densidad superior a 5, 8 o 10 kg/m<sup>3</sup> y/o inferior a 80, 60 o 50 kg/m<sup>3</sup>;
- 30 • Comprende fibras de lana de roca y tiene una densidad superior a 15, 20 o 25 kg/m<sup>3</sup> y/o inferior a 220, 200 o 180 kg/m<sup>3</sup>;
- Una conductividad térmica  $\lambda$  inferior a 0,05 W/mK y/o superior a 0,02 W/mK
- Comprende menos del 99 % en peso y/o más del 80 % en peso de fibras minerales.
- Un espesor superior a 10 mm, 15 mm o 20 mm y/o inferior a 400 mm, 350 mm o 300 mm.

35 Cuando el producto es un producto de tablero de madera, puede tener una o más de las siguientes características:

- Dimensiones de al menos 50 cm x 80 cm, preferentemente al menos 1 m x 2 m
- Espesor de al menos 11 mm, 12 mm o 15 mm
- 40 • Un tiempo de curado inferior a 25, 15, 12 o 10 minutos
- Una resistencia de enlace interno medida según EN319 de al menos: 0,4 N/mm<sup>2</sup> o 0,45 N/mm<sup>2</sup> (particularmente para tableros de partículas o tableros de fibras) o medido según EN300 de al menos 0,28 N/mm<sup>2</sup> (particularmente para tableros de virutas orientado)
- Un espesor de hinchamiento después de 24 horas en agua a 20 °C según EN317 inferior al 12 %, preferentemente menos de un 10 %
- 45 • Una absorción de agua después de 24 horas en agua a 20 °C inferior al 40 %, preferentemente inferior al 30 %
- Un módulo de elasticidad según EN310 de al menos: 1800 N/mm<sup>2</sup> (particularmente para tableros de partículas o tableros de fibras) o 2500 N/mm<sup>2</sup> (particularmente para tableros de virutas orientado) o 3500 N/mm<sup>2</sup> o 4800 N/mm<sup>2</sup>
- 50 • Una resistencia a la flexión (MOR) de al menos: 14 N/m<sup>2</sup> (particularmente para tableros de partículas o tableros de fibras) o 18 N/mm<sup>2</sup> (particularmente para tablero de virutas orientado) o 20 N/mm<sup>2</sup> o 28 N/mm<sup>2</sup>
- Cera como aditivo, por ejemplo, en el intervalo del 0,1 al 2 % en peso, preferentemente del 0,5 al 1 % en peso
- Un contenido de aglutinante (peso de resina seca con respecto a peso de partículas de madera secas) en el intervalo del 8 al 18 % en peso, preferentemente del 10 al 16 % en peso, más preferentemente del 12 al 14 % en peso.
- 55 • Se cura en una prensa, particularmente entre placas o platinas que tienen una temperatura superior a 180 °C o 200 °C y/o inferior a 280 °C o 260 °C.

60 Puede incorporarse diversos aditivos a la composición de aglutinante. Estos aditivos proporcionan a los aglutinantes de la presente divulgación características deseables adicionales. Por ejemplo, el aglutinante puede incluir un agente de acoplador que contiene silicio. Muchos agentes acopladores que contienen silicio están disponibles en el mercado por Dow-Corning Corporation, Evonik Industries y Momentive Performance Materials. De manera ilustrativa, el agente acoplador que contiene sílice incluye compuestos tales como sililéteres y éteres de alquilsililo, cada uno de los cuales pueden estar opcionalmente sustituidos, tal como halógeno, alcoxi, amino y similares. En una variación, el compuesto que contiene sílice es un silano sustituido con amino, tal como, gama-aminopropiltietoxi silano (SILQUEST A-1101; Momentive Performance Materials, Corporate Headquarters: 22 Corporate Woods Boulevard,

Albania, NY 12211 EE.UU.). En otra variación, el compuesto que contiene sílice es un silano sustituido con amino, por ejemplo, aminoetilaminopropiltrimetoxi silano (Dow Z-6020; Dow Chemical, Midland, MI; EE.UU.). En otra variación, el compuesto que contiene sílice es gama-glicidoxipropiltrimetoxisilano (SILQUEST A-187; Momentive). En aún otra variación, el compuesto que contiene sílice es un siloxano oligomérico aminofuncional (HYDROSIL 2627, Evonik Industries, 379 Interpace Pkwy, Parsippany, NJ 07054).

Los agentes acopladores que contienen sílice están normalmente presentes en el aglutinante en el intervalo del 0,1 por ciento a aproximadamente el 1 por ciento en peso basándose en los sólidos de aglutinante disueltos (es decir, aproximadamente del 0,05 % a aproximadamente el 3 % basándose en el peso de sólidos añadidos a la solución acuosa). Estos compuestos que contienen sílice mejoran la capacidad del aglutinante de adherirse al material sobre el que se dispone el aglutinante, tal como fibras de vidrio. Aumentar la capacidad del aglutinante en adherirse al material mejora, por ejemplo, su capacidad de producir o promover la cohesión de sustancia(s) no ensambladas o ligeramente ensambladas.

En otra realización ilustrativa, un aglutinante de la presente divulgación puede incluir uno o más inhibidores de corrosión. Estos inhibidores de corrosión evitan o inhiben la corrosión o desgaste de una sustancia, tal como, metal causada por descomposición química llevada a cabo por un ácido. Cuando se incluye un inhibidor de corrosión en un aglutinante de la presente divulgación, la corrosividad del aglutinante disminuye en comparación con la corrosividad del aglutinante sin el inhibidor presente. En una realización, estos inhibidores de la corrosión pueden utilizarse para disminuir la corrosividad de las composiciones que contienen fibras minerales descritas en el presente documento. De manera ilustrativa, los inhibidores de la corrosión incluyen uno o más de los siguientes, aceite de desempolvado o un fosfato de monoamonio, metasilicato de sodio pentahidratado, melamina, oxalato de estaño(II) y/o emulsión de fluido de silicona de metilhidrógeno. Cuando se incluye en un aglutinante de la presente divulgación, los inhibidores de corrosión están presentes normalmente en el aglutinante en un intervalo de aproximadamente el 0,5 por ciento a aproximadamente el 2 por ciento en peso basándose en los sólidos de aglutinante disueltos.

De acuerdo con una realización, el producto que contiene fibras o partículas tal como se ha definido anteriormente se puede obtener mediante el método de fabricación de un conjunto de material tal como se ha descrito anteriormente.

De acuerdo con una realización específica, el producto que contiene fibras o partículas contiene una o más de fructosacinas. Preferentemente, dicha una o más fructosacinas están presentes en una cantidad del 0,001 al 5 % en peso, por ejemplo, del 0,01 al 5 % en peso, del 0,05 al 5 % en peso, del 0,1 al 5 % en peso, del 0,15 al 5 % en peso, del 0,2 al 5 % en peso, del 0,25 al 5 % en peso, del 0,3 al 5 % en peso, del 0,4 al 5 % en peso, del 0,5 al 5 % en peso, del 0,75 al 5 % en peso, del 1 al 5 % en peso, del 1,5 al 5 % en peso, del 2 al 5 % en peso o del 2,5 al 5 % en peso. Ejemplos adicionales incluyen intervalos del 0,01 al 4,5 % en peso, del 0,01 al 4 % en peso, del 0,01 al 3,5 % en peso, del 0,01 al 3 % en peso, del 0,01 al 2,5 % en peso, del 0,01 al 2 % en peso, del 0,01 al 1,5 % en peso, del 0,01 al 1 % en peso o del 0,01 al 0,75 % en peso. De acuerdo con la presente divulgación, la cantidad en la que una o más fructosacinas están contenidas en el producto que contiene fibras o partículas de la presente divulgación no queda limitada a los intervalos anteriores y los valores superiores e inferiores de dichos intervalos pueden combinarse libremente.

Las Figuras muestran:

La figura 1 muestra: Tasas de curado de aglutinantes de dextrosa prerreaccionada con amoníaco y su pH.

La figura 2 muestra: Tasas de curado de aglutinantes de dextrosa prerreaccionada con HMDA y su pH.

La figura 3 muestra: Resultados de enlace interno promedio e hinchamiento para tabloncillos fabricados con un aglutinante de dextrosa/fructosa + HDMA prerreaccionado en edades distintas.

La figura 4 muestra: Viscosidad y tiempo de gelificación de un aglutinante de dextrosa/fructosa + HMDA prerreaccionado que envejece, medido el mismo día que se fabricaron los tabloncillos.

La figura 5 muestra: El aglutinante prerreaccionado (GWE2) desvaneciéndose menos que el aglutinante estándar (GWST) durante el ensayo de exposición a medidor de tiempo con 327 horas con luz de xenón.

La figura 6 muestra: Evolución de viscosidad para diversos aglutinantes prerreaccionados.

La figura 7 muestra: Evolución de viscosidad para diversos aglutinantes prerreaccionados.

La figura 8 muestra: Evolución de viscosidad para diversos aglutinantes prerreaccionados.

La figura 9 muestra: Evolución de pH para diversos aglutinantes prerreaccionados.

La figura 10 muestra: Tiempo de curado dependiente de relación molar de JMAF/Amoníaco/HMDA a 120 °C de

temperatura de curado.

La figura 11 muestra: Tiempos de curado de prereaccionados de JMAF/Amoníaco reticulados a 120 °C dependientes de diamina (HMDA frente a EDR-104).

La figura 12 muestra: Tiempos de curado de prereaccionados de JMAF/Amoníaco reticulados a 140 °C dependientes de diamina (HMDA frente a EDR-104).

La figura 13 muestra: Tiempos de curado de prereaccionados de JMAF/Amoníaco reticulados a 160 °C dependientes de diamina (HMDA frente a EDR-104).

La figura 14 muestra: una vista de planta de una muestra de ensayo de fibras minerales.

La figura 15 muestra: Viscosidad y adsorbancia de una composición de aglutinante prereaccionada.

La figura 16 muestra: Calibración del dispositivo de GPC.

La figura 17 muestra: Cromatogramas de GPC de la composición de aglutinante prereaccionada con diversos tiempos de prereacción.

La figura 18 muestra: Cromatogramas de GPC de composición de aglutinante prereaccionada con diversas temperaturas de prereacción.

La composición de aglutinante prereaccionada de la presente divulgación supera de forma ventajosa varios inconvenientes conocidos de los aglutinantes a base de hidratos de carbono. En particular, realizaciones preferentes de la composición de aglutinante prereaccionada puede almacenarse o enviarse durante un tiempo prolongado sin recristalización del componente de hidrato de carbono o gelificación lo que volvería inutilizable la composición de aglutinante. Además, realizaciones preferentes de la composición de aglutinante prereaccionada de la presente divulgación da como resultado tiempos de curado mejorados, resistencia de unión mejorada y desvanecimiento reducido, por ejemplo, de productos de fibras resultantes. Al usar realizaciones preferentes de la composición de aglutinante prereaccionada de la presente divulgación, puede obtenerse productos que contienen fibras o partículas que tienen un contenido reducido de componentes de hidratos de carbono no reaccionados, de modo que son más estables frente a la degradación microbiana.

La presente divulgación se ilustrará adicionalmente en los siguientes ejemplos, sin limitación a los mismos. Únicamente los ejemplos cubiertos por el ámbito de las reivindicaciones forman parte de la invención.

**Ejemplo 1: Composición de aglutinante prereaccionada de dextrosa y amoníaco y reticulación con HMDA, ácido cítrico y sulfato de amonio**

Se prereaccionó dextrosa durante diversos tiempos  $t = 0, 1$  y  $3$  h) a  $100\text{ °C}$  con amoníaco y posteriormente se reticuló con HMDA, ácido cítrico o sulfato de amonio.  $t=0$  corresponde a la mezcla del componente de hidrato de carbono y componente que contiene nitrógeno y a la adición inmediata del reticulante, es decir, sin dejar tiempo para la prereacción.

Cálculos:

Los aglutinantes se calcularon con equivalente molar óptimo, donde los azúcares con medio equimolar de grupos de amonio se prereaccionan y reticulan con la otra mitad (Tablas 1, 2 y 3).

Las relaciones globales son: C=O de azúcares/-NH<sub>3</sub> de amoníaco/-NH<sub>2</sub> de HMDA o AmSO<sub>4</sub> o -COOH de equivalentes de ácido cítrico 2/1/1.

Tabla 1: formulaciones de aglutinantes que prereaccionan amoníaco con dextrosa y están reticulados con HMDA a un pH alcalino (~11)

(82,76 % de DMH+ 3,92 % de amoníaco) prereaccionado+ 13,32 % de HMDA:				
Componentes	Fórmula (%)	Sólidos (%)	Masa (g)	Moles (mol)
DMH	82,76	90,9	318,66	1,61
Amoníaco	3,92	32	42,88	0,81
HMDA	13,32	70	66,60	0,40
Agua			71,87	

Tabla 2: formulaciones de aglutinantes que prerreaccionan amoníaco con dextrosa y se reticulan con ácido cítrico a un pH ácido (~4)

(81,63 % de DMH+ 3,87 % de amoníaco) prerreaccionado+ 14,5 % de ácido cítrico:				
Componentes	Fórmula (%)	Sólidos (%)	Masa (g)	Moles (mol)
DMH	81,63	90,9	314,31	1,59
Amoníaco	3,87	32	42,33	0,80
Ácido cítrico	14,5	91,4	55,53	0,26
Agua			87,84	

5

Tabla 3: formulaciones de aglutinantes que prerreaccionan amoníaco con dextrosa y están reticulados con ácido cítrico a un pH neutro (~8)

(81,22 % de DMH+ 3,85 % de HMDA) prerreaccionado+ 14,93 % de AmSO <sub>4</sub> :				
Componentes	Fórmula (%)	Sólidos (%)	Masa (g)	Moles (mol)
DMH	81,22	90,9	312,73	1,58
Amoníaco	3,85	32	42,11	0,79
AmSO <sub>4</sub>	14,93	99	52,78	0,39
Agua			92,38	

Curado de aglutinantes prerreaccionados:

10 Como se ha descrito anteriormente, se prepararon nueve aglutinantes al 70 % de sólidos y se diluyeron al 7 % de sólidos para curarlos sobre filtros de microfibras. Los filtros se curaron durante 5 minutos (bien burados) o 2,5 minutos (dejando un ligero extracto en agua). Asimismo, los aglutinantes se diluyeron al 22,5 % para seguir sus tasas de curado (véase Figura 1). Para seguir las tasas de curado, se colocaron gotas de aglutinante sobre filtros de fibras de vidrio y se curaron durante diversos tiempos. Los puntos curados se extrajeron en agua y se midió la absorbancia del lixiviado usando un espectrofotómetro. La absorbancia aumenta inicialmente debido a la formación de compuestos coloreados solubles. A continuación, la absorbancia cae debido a la reticulación de estos compuestos solubles. La velocidad de curado se considera que es el tiempo que lleva la absorbancia a que caiga al valor mínimo.

20 En esta serie de experimentos, el HMDA es el reticulante más rápido seguido por sulfato de amonio y ácido cítrico. Una prerreacción de 1 hora mostró tasas de curado mejoradas. La reticulación con ácido cítrico fue más lenta con 3 horas de prerreacción. El sulfato de amonio y HMDA reticularon con la misma tasa después de 1 o 3 horas de prerreacción.

### 25 Ejemplo 2: Composición de aglutinante prerreaccionada de dextrosa y HMDA

Se prerreaccionó dextrosa durante 0, 15 y 60 minutos a 60 °C con HMDA y se reticuló con HMDA, ácido cítrico o sulfato de amonio.

30 Cálculos:

Los aglutinantes se calcularon basándose en el Ejemplo 1:

Las relaciones globales son: C=O de azúcares/-NH<sub>2</sub> de HMDA/-NH<sub>2</sub> de HMDA o AmSO<sub>4</sub> o -COOH de equivalentes de ácido cítrico 2/0,8/0,8 (Tabla 4, 5 y 6).

35 Tabla 4: formulaciones de aglutinantes que prerreaccionan HMDA con dextrosa y están reticulados con HMDA a un pH alcalino (~11)

(80 % de DMH+ 10 % de HMDA) prerreaccionado+ 10 % de HMDA:				
Componentes	Fórmula (%)	Sólidos (%)	Masa (g)	Moles (mol)
DMH	80	90,9	308,03	1,55
HMDA	10	70	50,00	0,30
HMDA	10	70	50,00	0,30
Agua			91,97	

Tabla 5: formulaciones de aglutinantes que prerreaccionan HMDA con dextrosa y se reticulan con ácido cítrico a un pH ácido (~6)

(79,2 % de DMH+ 9,9 % de HMDA) prerreaccionado+ 10,9 % de ácido cítrico:				
Componentes	Fórmula (%)	Sólidos (%)	Masa (g)	Moles (mol)
DMH	79,2	90,9	304,95	1,54
HMDA	9,9	70	49,50	0,30
Ácido cítrico	10,9	91,4	41,74	0,20
Agua			103,81	

5

Tabla 6: formulaciones de aglutinantes que prerreaccionan HMDA con dextrosa y están reticulados con sulfato de amonio a pH neutro (~9)

(78,9 % de DMH+ 9,86 % de HMDA) prerreaccionado+ 11,24 % de AmSO <sub>4</sub> :				
Componentes	Fórmula (%)	Sólidos (%)	Masa (g)	Moles (mol)
DMH	78,9	90,9	303,80	1,53
HMDA	9,86	70	49,30	0,30
AmSO <sub>4</sub>	11,24	99	39,74	0,30
Agua			107,17	

Curado de aglutinantes prerreaccionados:

10 Como se describe en la sección Ejemplo 1, se curaron los aglutinantes sobre filtros (durante 5 minutos a 200 °C) y en platos de aluminio. Se compararon sus tasas de curado a 140 °C (véase, Figura 2) usando el procedimiento descrito con respecto al Ejemplo 1 durante las siguientes tasas de curado.

15 En esta serie de experimentos, cuando se prerreaccionan dextrosa y HMDA, el HMDA es aún el reticulante más rápido seguido por ácido cítrico y sulfato de amonio. Esto sugiere que los polímeros formados a través de la prerreacción con HMDA son distintos de los formados con amoníaco, por lo tanto, el ácido cítrico se convierte en un reticulante más eficaz que el sulfato de amonio.

### Ejemplo 3: Estudio de envejecimiento en composición de aglutinante prerreaccionado

#### 20 Propósito

25 Para evaluar cómo cambian los aglutinantes prerreaccionados durante el tiempo con respecto a la producción de tableros de partículas. En particular, proporciona una indicación de cómo un aglutinante prerreaccionado envejecido produce tableros de mejor o peor resistencia de enlace interno (EI) y el efecto en el grado de hinchamiento frente al uso de aglutinante prerreaccionado nuevo.

#### Introducción

30 Puede llevar unas pocas semanas desde la producción inicial de un aglutinante hasta su uso en ensayos de laboratorios o de planta. Esto se debe principalmente a los tiempos de envío, programas de fabricación y retrasos de ensayo. Es necesario conocer si el envejecimiento de un aglutinante a las pocas semanas afecta las propiedades de cualquier tablero fabricado con él. Se cree que el aglutinante prerreaccionado mantendrá su reacción a una velocidad mucho inferior a temperatura ambiente (~20°C), lo que puede resultar en i) una continuación de la reacción de Maillard hacia las melanoidinas, lo que significa que el curado final tiene menos reacciones para conseguirlo y como tal, debe ser más rápido y fácil de conseguir, ii) la reacción podría proceder de algún modo trayectorias distintas haciendo moléculas que cuando se enlazan como melanoidinas son más fuertes o posiblemente más débiles cuando se curan completamente y iii) estas reacciones extra podrían producir subproductos no deseados tales como ácidos, que pueden ralentizar el curado.

#### 40 Método

Se fabricó 1,8 kg de aglutinante prerreaccionado, que consiste en:

45 616 g de dextrosa,  
560 g de fructosa,  
200 g de HMDA y  
424 g de agua.

Se controló la prerreacción durante 15 minutos a 60-63 °C. A esto se necesitaría añadir 200 g de HMDA extra para fabricar 2 kg de aglutinante. La cantidad extra de HMDA que se necesitaría realmente por mezcla se calculó y se añadió como y cuando se necesitara a la cantidad requerida de prerreacción. No se añadió HMDA extra al volumen de la prerreacción en cualquier momento.

5 Se fabricaron tableros el día después de la fabricación del aglutinante y cada 7 días desde este punto en adelante. La viscosidad del aglutinante prerreaccionado y el tiempo de gelificación del aglutinante producido a partir de este se midieron cuando se fabricaron los tableros. Se fabricaron dos tableros con cada mezcla mediante el prensado y curado entre pletinas de una prensa con las siguientes condiciones;

10 Tamaño de tablero - 300 mm x 300 mm x 10 mm

Densidad deseada - 650 kg/m<sup>3</sup>

Humedad de virutas - 3,1 %

% de aglutinante - 10,0 % en peso

Temperatura de pletina - 195 °C

15 Factor de prensado - 14 s/mm

Presión - 504 KN

20 Asumiendo que la primera mezcla se realiza el día 0, se produjeron tableros el día 0, 7, 14 y 21. En los días 0 y 14, solo se evaluó un tablero, como el día 0, se fabricó un tablero a 12 s/mm y el día 14, se usó un tablero para someter a ensayo un procedimiento nuevo.

Después de la producción, los tableros se acondicionaron en condiciones similares durante un mínimo de 3 días antes del ensayo. El ensayo consistió en ensayos de enlace interno en una máquina testométrica y tanto ensayos de hinchamiento de 2 horas y 24 horas en un baño de agua establecido a 20 °C.

25 Resultados:

Tabla 7: Resultados de enlace interno y ensayos de hinchamiento (también véase Figura 3)

Edad (días)	EI (N/mm <sup>2</sup> )	Hinchamiento 2 h	Hinchamiento 24 h
0	0,29081	65,87 %	78,56 %
7	0,41936	65,62 %	77,70 %
14	0,45989	63,62 %	77,95 %
21	0,47871	65,11 %	78,61 %

30 **Ejemplo 4: Método de preparación para la fabricación de composiciones de aglutinante prerreaccionadas**

Puede fabricarse una composición de aglutinante prerreaccionada mediante el siguiente procedimiento:

1. Añadir una cantidad requerida de agua caliente a una cantidad requerida de azúcar(es).
- 35 2. Registrar peso total del vaso de precipitados, solución y varilla de vidrio.
3. Aplicar calor y agitar para ayudar a disolver. Una placa caliente y un agitador eléctrico funcionan bien. Esto puede llevar 30 minutos o más. Asegurarse que todos los cristales se han disuelto y la solución es clara.
4. La temperatura de la solución de hidrato de carbono (por ejemplo, dextrosa) debe ser de aproximadamente 55 °C - 60 °C una vez disuelta. Si no, ajustarla a continuación para que lo cumpla.
- 40 5. Comprobar el peso del vaso de precipitados, solución y agitadora y recargar con peso registrado en (2.) con agua, para contabilizar la evaporación.
6. Añadir la cantidad requerida de componente que contiene nitrógeno (por ejemplo, HMDA) y registrar el nuevo peso total, a continuación, aplicar agitación.
- 45 7. La temperatura de reacción debe aumentar a 60 °C y debe mantenerse entre 60-63 °C, usando una placa caliente si es necesario.
8. Mantener a temperatura durante 15 minutos, agitarse continuamente con agitador eléctrico. La solución debe volverse amarilla -> marrón --> marrón muy oscuro.
9. Comprobar peso y recargar al peso registrado en (6.), para contabilizar la evaporación.
- 50 10. Refrigerar la solución rápidamente en recipiente ligeramente sellados, para evitar la evaporación lo máximo posible. Un baño caliente funciona bien, así como la solución de separación en múltiples partes para ayudar a refrigerarse. Es importante que la mezcla de reacción se refrigere antes de su uso y se reduzca la posible evaporación.
11. Una vez refrigerada, la solución prerreaccionada está completada. La viscosidad a 20 °C debe ser en la

55 **Ejemplo 5: Estabilidad de aglutinantes de xilosa:fructosa + HMDA prerreaccionados**

Sin prerreacción, cuando se combina una solución de hidrato de carbono que contiene el 50 % de xilosa, la

gelificación se produce generalmente a los 5 minutos. Por consiguiente, la fabricación de tableros a partir del uso de tal aglutinante es imposible. Con prerreacción, sin embargo, es posible fabricar un aglutinante estable que se ha usado exitosamente para crear tableros de madera.

- 5 La Tabla 8 muestra los resultados del ensayo de estabilidad de un aglutinante prerreaccionado (Xilosa: Fructosa: HMDA 44,44 : 44,44 : 11,11 % en peso de reactivo). La Tabla 9 muestra los resultados del ensayo de estabilidad de estos aglutinantes prerreaccionados seguido de una adición adicional de HMDA después de que se haya llevado a cabo la prerreacción para proporcionar un contenido de reactivos total en peso de Xilosa: Fructosa: HMDA/ 40:40:20 (que también puede expresarse como: prerreaccionado (Xilosa: Fructosa: HMDA) + HMDA agregado posteriormente (40:40:10) + 10). Se sometieron a ensayo distintos tiempos de prerreacción.

Tabla 8 - Muestra de estabilidad de prerreacciones de Xilosa:Fructosa, calentadas a distintas longitudes, con el tiempo. Se observó poca diferencia en las prerreacciones por encima de los 15 minutos. Estudio de viscosidad y análisis de contenido de agua requeridos para mostrar mayores diferencias.

Prerreaccionado durante (min)	Estabilidad en tiempo			
	Día 0	Día 1	Día 2	Día 3
7,5	Estable	Gelificado		
15	Estable	Estable	Ligero espesamiento	Espesamiento
22,5	Estable	Estable	Ligero espesamiento	Espesamiento
30	Estable	Estable	Ligero espesamiento	Espesamiento
37,5	Estable	Estable	Ligero espesamiento	Espesamiento

- 15 Tabla 9 - Muestra de estabilidad de aglutinantes de Xilosa\_Fructosa, seguido de prerreacción y 2ª adición de HMDA, basándose en distintas prerreacciones (véase Tabla 8).

Prerreaccionado durante (min) + adición posterior de HMDA	Estabilidad en tiempo			
	Día 0	Día 1	Día 2	Día 3
15	Estable	Gelificado		
22,5	Estable	Estable	Estable	Curado
30	Estable	Estable	Estable	Curado
37,5	Estable	Estable	Estable	Curado

- 20 En esta serie de experimentos, se mostró poca diferencia en los aglutinantes creados a partir de soluciones de aglutinante prerreaccionado de 22,5 minutos y superiores. Puede observarse que el aglutinante fabricado a partir de la prerreacción de 15 minutos había gelificado, mientras que los otros aglutinantes habían curado.

- 25 El estudio anterior sobre estabilidad de aglutinante de xilosa ha mostrado que el tiempo de prerreacción de 22,5 minutos es el menor conocido para crear un aglutinante estable. El punto real se sitúa aproximadamente entre 15 y 22,5 minutos. La velocidad de curado mostrada por aglutinantes de xilosa es claramente visible aquí según el aglutinante se cura a temperatura ambiente en 3 días.

### Ejemplo 6: Comparación de aglutinante prerreaccionado con aglutinante convencional

- 30 En esta serie de experimentos, la receta de aglutinante es como sigue:  
85 % de DMH (monohidrato de dextrosa)+ 15 % de AmSO<sub>4</sub> (sulfato de amonio)+ 1,25 % de NH<sub>4</sub>OH + 9 % de emulsión de aceite + 0,3 % de ISI0200 (silano)

- 35 Para aglutinante prerreaccionado, se prerreaccionaron DMH y AmSO<sub>4</sub> durante 2 horas a 100 °C con un 65 % de sólidos. El día del ensayo, este aglutinante se diluyó; se añadieron a este amoniaco, emulsión de aceite y silano.

- 40 240 kg de aglutinante prerreaccionado (65 % de sólidos) se prepararon en el laboratorio. El día del ensayo, este aglutinante se diluyó, también se añadieron silano y emulsión de aceite para proporcionar un 15 % de sólido de aglutinante.

El aglutinante no reaccionado se fabricó combinando los ingredientes el día del ensayo sin calentamiento.

- 45 Los aglutinantes se usaron en la fabricación de un aislamiento de lana mineral de 25 mm de espesor (losa universal CS32), densidad = 32 kg/m<sup>3</sup>, con un contenido de aglutinante (% en peso medido como LOI) = 7,5 %.

Se encontró que el aglutinante prerreaccionado proporcionó un producto que era más rígido y polvoriento que con un

aglutinante no prerreaccionado estándar. El aumento en empolvamiento podría indicar que el aglutinante se había sobre-curado. El curado y contenido de aglutinante (% en peso medido como LOI) con el aglutinante prerreaccionado y no prerreaccionado fueron similares. El aglutinante prerreaccionado también se desvaneció menos cuando se expuso a luz lo que muestra que el polímero prerreaccionado proporciona un cromóforo distinto (véase Figura 5).

La Tabla 10 a continuación muestra que:

i) Ambos aglutinantes proporcionan un producto de aislamiento de lana de vidrio que tiene un LOI, curado y resistencia de separación similares. El aglutinante prerreaccionado fue más rígido y polvoriento. El aumento en polvo puede explicarse parcialmente puede que por una densidad mayor para el producto fabricado con el aglutinante prerreaccionado.

ii) La humedad de rampa varía en lugares de la manta lo que puede deberse a un desequilibrio de succión en la cinta transportadora de formación.

Tabla 10: Comparación de aglutinante estándar con aglutinante prerreaccionado

Aglutinante	Humedad de rampa	LOI / %	Curado	Rigidez (hueco=100 cm)	Rigidez (hueco=80 cm)	Polvo	Densidad (kg/m <sup>3</sup> )	Resistencia de separación g/g
Estándar (no prerreaccionado)	Izquierda: 5,52 %	7,63	0,09	3 losas: m = 1,7 kg, Gota: 48,1 cm	1 losa: m = 0,57 kg, Altura: 65,5 cm	0,43 g/kg 12,42 g/m <sup>3</sup>	31,42	273,26
	Derecha: 9,54 %							
Prerreaccionado	Izquierda: 5,51 %	7,02	0,09	3 losas: m = 1,8 kg, Gota: 31,1 cm	1 losa: m = 0,60 kg, Altura: 67,8 cm	0,44 g/kg 15,42 g/m <sup>3</sup>	33,23	282,33
	Derecha: 7,39 %							

La Figura 5 muestra que el aglutinante prerreaccionado (GWE2) se desvanece menos que el aglutinante estándar (GWST) durante el ensayo de exposición a medidor de tiempo con 327 horas con luz de xenón. Este tiempo de exposición es representativo de cuatro meses de exposición en el Reino Unido.

El aglutinante prerreaccionado mostró una ventaja en rigidez del producto fabricado. Otras ventajas potenciales de tener el prerreaccionado de DMH son menos recristalización antes del horno de curado y disminución del nivel de bacterias en el agua de lavado. Los experimentos de desvanecimiento mostraron que el aglutinante prerreaccionado se desvanece menos.

**Ejemplo 7: Viscosidad de composiciones de aglutinante prerreaccionadas**

Preparación de aglutinante prerreaccionado:

Prerreaccionados de DMH/HMDA se prepararon mezclando DMH (88,89 % en peso, basado en el peso total de la composición de aglutinante sin agua) y HMDA (11,11 % en peso, basado en el peso total de la composición de aglutinante sin agua), es decir, 5,16 equivalentes molares de DMH y 1 equivalente molar de HMDA, en agua (al 70 % de sólidos) en una botella de vidrio sellada y calentada a 60 °C durante 20 min para preparar una composición de aglutinante prerreaccionada.

La composición de aglutinante prerreaccionada se calentó adicionalmente durante 11 días a 60 °C mientras que se seguía la viscosidad y adsorbancia de la solución de aglutinante. Como se muestra en la Figura 15, en esta serie de experimentos solo la adsorbancia de la prerreacción aumento de forma constante durante el tiempo de prerreacción, mientras que la viscosidad de la prerreacción no aumentó hasta la última etapa de la prerreacción.

**Ejemplo 8: Análisis de GPC de diversas composiciones de aglutinante prerreaccionadas**

Configuración del análisis de GPC:

**Configuración de HPLC**

Bomba

Shimadzu LC-9A

Automuestreador / controlador de sistema	Shimadzu SIL-6B / Shimadzu SCL 6B
Módulo de bus de comunicaciones	Shimadzu CBM-10A
Detector de índice refractivo	Shimadzu RID-6A
Detector de matriz de diodos	Shimadzu SPD-M10A
Software de evaluación	Shimadzu Class LC-10

#### Configuración del método

Temperatura de columna	20 °C
Gradiente de concentración	Isocrático
Disolvente	Agua (desionizada)
Caudal	1 ml/min
Tiempo de análisis	35 min

#### Columnas de GPC

Precolumna	Agilent, Columnas de protección de GPC/SEC, Protector PL aquagel-OH, 8 µm 50 x 7,5 mm
1. Columna	TosoHaas, TSKGel G 3000, 10 µm, 300 x 7,5 mm
2. Columna	TosoHaas, TSKGel G 4000 PWXL, 10 µm 300 x 7,8 mm

El dispositivo de GPC anteriormente descrito se calibró usando sacarosa y diversos pululanos (Figura 16).

5

D-Glucosa (44,45 % en peso, basado en la cantidad total de composición de aglutinante sin agua), D-fructosa (44,45 % en peso, basado en la cantidad total de composición de aglutinante sin agua) y HMDA (11,1 % en peso, basado en la cantidad total de composición de aglutinante sin agua) se mezclaron en agua para obtener una composición de aglutinante.

10

#### Análisis de GPC después de diversas duraciones de prerreacción:

La figura 17 muestra cromatogramas de GPC (estándar: sacarosa) de la composición de aglutinante anterior cuando se prerreacciona a 60 °C durante 0 min, 20 min, 40 min y 60 min.

15

El diagrama de GPC muestra claramente la presencia de prepolímeros que tienen un peso molecular relativamente alto (retención de GPC de aproximadamente de 10 a 15 minutos) de prepolímeros de medio peso molecular (retención de GPC de aproximadamente de 15 a 20 minutos) y la baja fracción molecular de la composición de aglutinante prerreaccionada (retención de GPC aproximadamente > 20 minutos).

20

#### Análisis de GPC en diversas temperaturas de prerreacción:

La figura 18 muestra cromatogramas de GPC (estándar: sacarosa) de la composición de aglutinante anterior cuando se prerreacciona durante 20 min a 60 °C, 80 °C y 100 °C.

25

El diagrama de GPC muestra claramente la presencia de prepolímeros que tienen un peso molecular relativamente alto (retención de GPC de aproximadamente de 10 a 15 minutos) de prepolímeros de medio peso molecular (retención de GPC de aproximadamente de 15 a 20 minutos) y la baja fracción molecular de la composición de aglutinante prerreaccionada (retención de GPC aproximadamente > 20 minutos).

30

## REIVINDICACIONES

1. Un método de fabricación de un conjunto de materiales unidos mediante un aglutinante polimérico, que comprende las etapas de:
- 5 (i) proporcionar un conjunto de material,  
 (ii) proporcionar una composición de aglutinante prerreaccionada soluble en agua en forma de una solución o una dispersión acuosas, conteniendo la solución o la dispersión acuosas no más del 80 % en peso de dicha composición de aglutinante prerreaccionada y comprendiendo la composición de aglutinante prerreaccionada el/los producto(s) de reacción de
- 10 (a) al menos un azúcar reductor y  
 (b) hexametildiamina,
- 15 en donde la composición de aglutinante prerreaccionada comprende al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de 1 a 500 kDa en una cantidad del 2 % en peso o más, basado en el peso total de la composición de aglutinante prerreaccionada,  
 (iii) aplicar la composición de aglutinante prerreaccionada soluble en agua en forma de una solución o una dispersión acuosas al conjunto de material y
- 20 (iv) aplicar energía al conjunto de material que contiene dichas solución o dispersión para curar la composición de aglutinante.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende adicionalmente almacenar y posteriormente añadir un reticulante a dicha composición de aglutinante prerreaccionada, especialmente en donde el reticulante comprende hexametildiamina.
- 25 3. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de 1 a 500 kDa está contenido en una cantidad del 5 % en peso o más, preferentemente del 10 % en peso o más, más preferentemente del 20 % en peso o más, incluso más preferentemente del 35 % en peso o todavía más preferentemente del 50 % en peso o más, basado en el peso total de la composición de aglutinante.
- 30 4. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el aglutinante prerreaccionado está en forma de una solución o una dispersión acuosas que contiene al menos el 30 % en peso, preferentemente al menos el 40 % en peso, más preferentemente al menos el 50 % en peso, incluso más preferentemente al menos el 55 % en peso de dicha composición de aglutinante prerreaccionada.
- 35 5. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha composición de aglutinante prerreaccionada comprende al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de más de 80 a 500 kDa (prepolímero de alto peso molecular) en una cantidad del 0,2 % en peso o más, preferentemente del 0,5 % en peso o más, más preferentemente del 0,75 % en peso o más, basado en el peso total de la composición de aglutinante prerreaccionada.
- 40 6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha composición de aglutinante prerreaccionada comprende al menos un prepolímero que tiene un peso molecular en el intervalo de más de 10 a 80 kDa (prepolímero de mediano peso molecular) en una cantidad del 1 % en peso o más, preferentemente del 5 % en peso o más, más preferentemente del 10 % en peso o más, incluso más preferentemente del 30 % en peso o todavía más preferentemente del 50 % en peso o más, basado en el peso total de la composición de aglutinante prerreaccionada.
- 45 7. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha composición de aglutinante prerreaccionada comprende uno o más compuestos que tienen un peso molecular de 10 kDa o menos (compuestos de bajo peso molecular) y que son distintos de (a) el al menos un azúcar reductor y (b) hexametildiamina, especialmente en donde los compuestos de bajo peso molecular comprenden uno o más de un glicolaldehído, gliceraldehído, 2-oxopropanal, acetol, dihidroxiacetona, acetoína, butanodiona, etanal, glucosona, 1-desoxihexosulosa, 3-desoxihexosulosa, 3-desoxipentosulosa, 1,4-didesoxihexosulosa, glioxal, metilglioxal, diacetilo y 5-(hidroximetil)furfural.
- 50 8. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde al menos un azúcar reductor de la composición prerreaccionada se selecciona entre el grupo que consiste en monosacáridos, disacáridos, polisacáridos, especialmente en donde al menos un azúcar reductor de la composición prerreaccionada se selecciona entre el grupo que consiste en ribosa, arabinosa, xilosa, lixosa, glucosa (dextrosa), manosa, galactosa, alosa, altrosa, talosa, gulosa, idosa, fructosa, psicosa, sorbosa, dihidroxiacetona y tagatosa, así como mezclas de los mismos.
- 55 9. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el azúcar reductor lo
- 60
- 65

proporciona *in situ* un componente de hidrato de carbono, especialmente sacarosa.

- 5 10. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el conjunto de material comprende material seleccionado entre el grupo que consiste en fibras minerales, fibras de lana de escoria, fibras de lana de roca, fibras de vidrio, fibras de aramida, fibras de cerámica, fibras de metal, fibras de carbono, fibras de poliiimida, fibras de poliéster, fibras de rayón, fibras celulósicas, carbón, arena, astillas de madera, serrín, pulpa de madera, madera molida, virutas de madera, hebras de madera, capas de madera, yute, lino, cáñamo, paja, chapas de madera, revestimientos, revestimientos de madera, partículas y materiales tejidos y no tejidos.
- 10 11. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual una solución acuosa que contiene el 70 % en peso de dicha composición de aglutinante prerreaccionada tiene una viscosidad a 20 °C de como máximo 2000 cP según se ha medido usando un viscosímetro Brookfield de par LV, huso de LV-63 a 60 rpm.
- 15 12. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la viscosidad de una solución acuosa que contiene el 70 % en peso de dicha composición de aglutinante prerreaccionada no aumenta en más de 500 cP cuando se deja reposar a 20 °C durante 12 horas, la viscosidad según se ha medido usando un viscosímetro Brookfield de par LV, huso de LV-63 a 60 rpm.
- 20 13. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la cantidad total del al menos un azúcar reductor (a) y hexametildiamina (b) en el material de partida para preparar la composición de aglutinante prerreaccionada con respecto al peso total de la composición de aglutinante antes de la prerreacción es de al menos el 20 % en peso, más preferentemente de al menos el 40 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 60 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 80 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 95 % en peso.
- 25 14. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la cantidad total del/de los producto(s) de reacción del al menos un azúcar reductor (a), y hexametildiamina (b) con respecto al peso total de la composición de aglutinante prerreaccionada es de al menos el 20 % en peso, más preferentemente de al menos el 40 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 60 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 80 % en peso, incluso más preferentemente de al menos el 95 % en peso.
- 30 15. Un producto que contiene fibras o partículas obtenido mediante el método de cualquier reivindicación anterior.

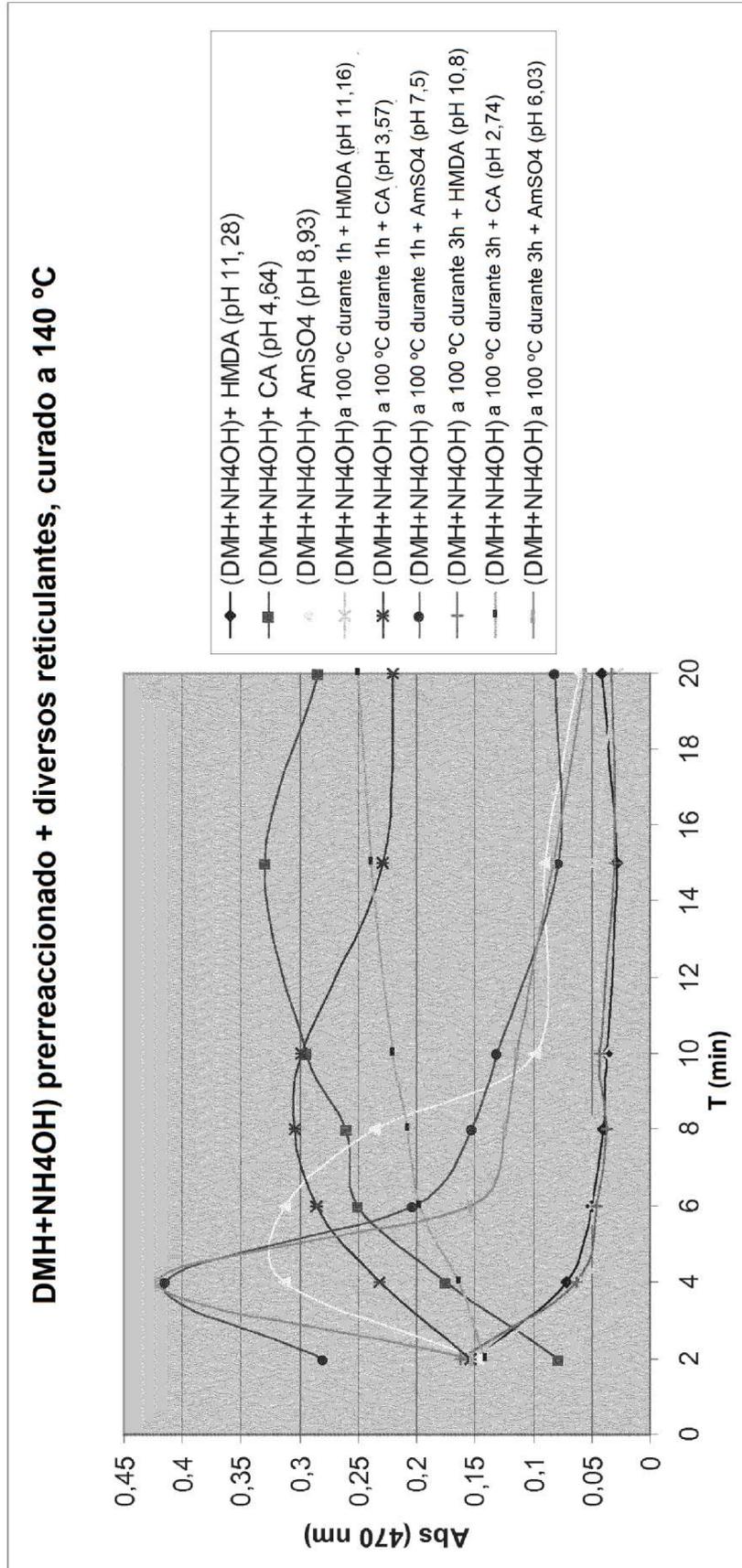


Figura 1

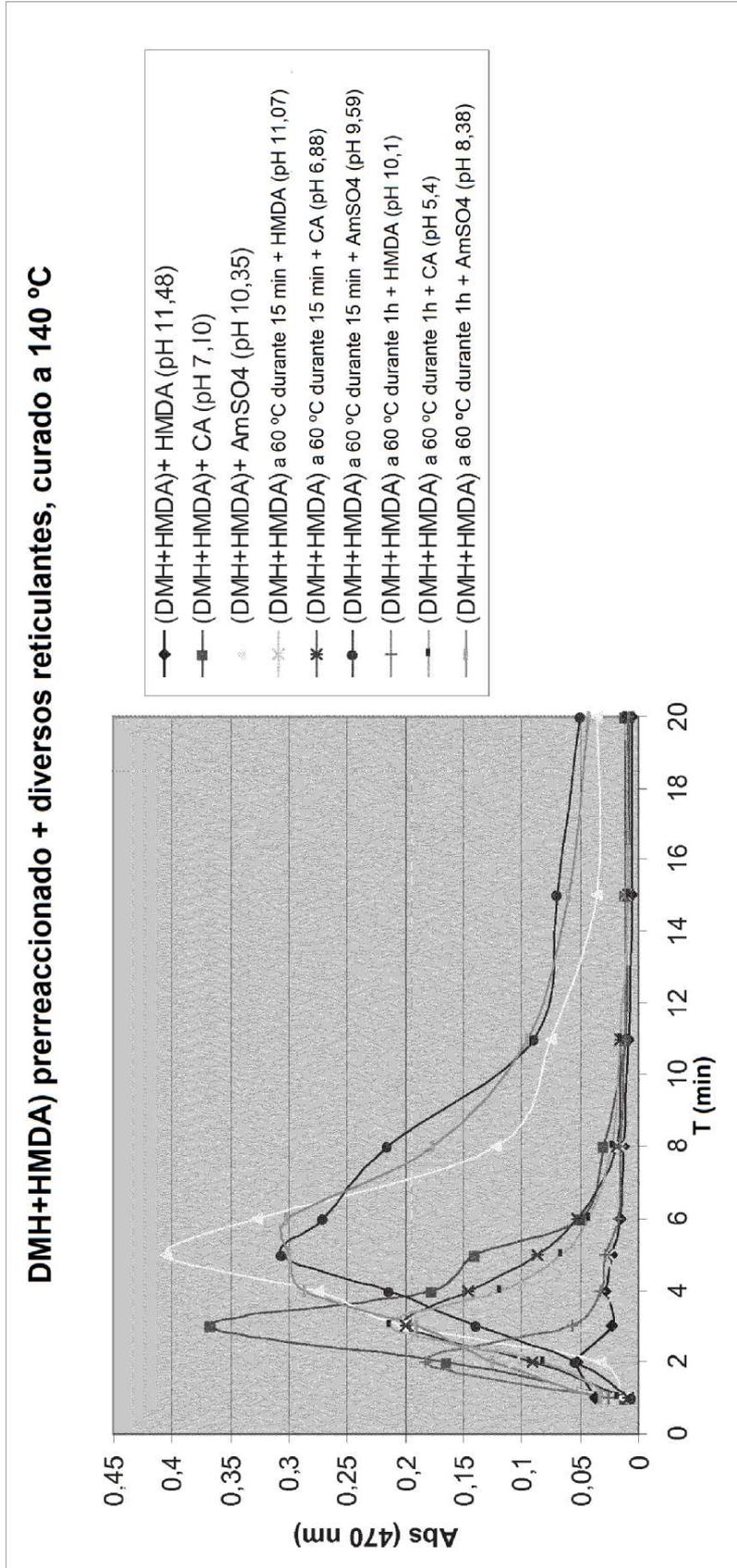


Figura 2

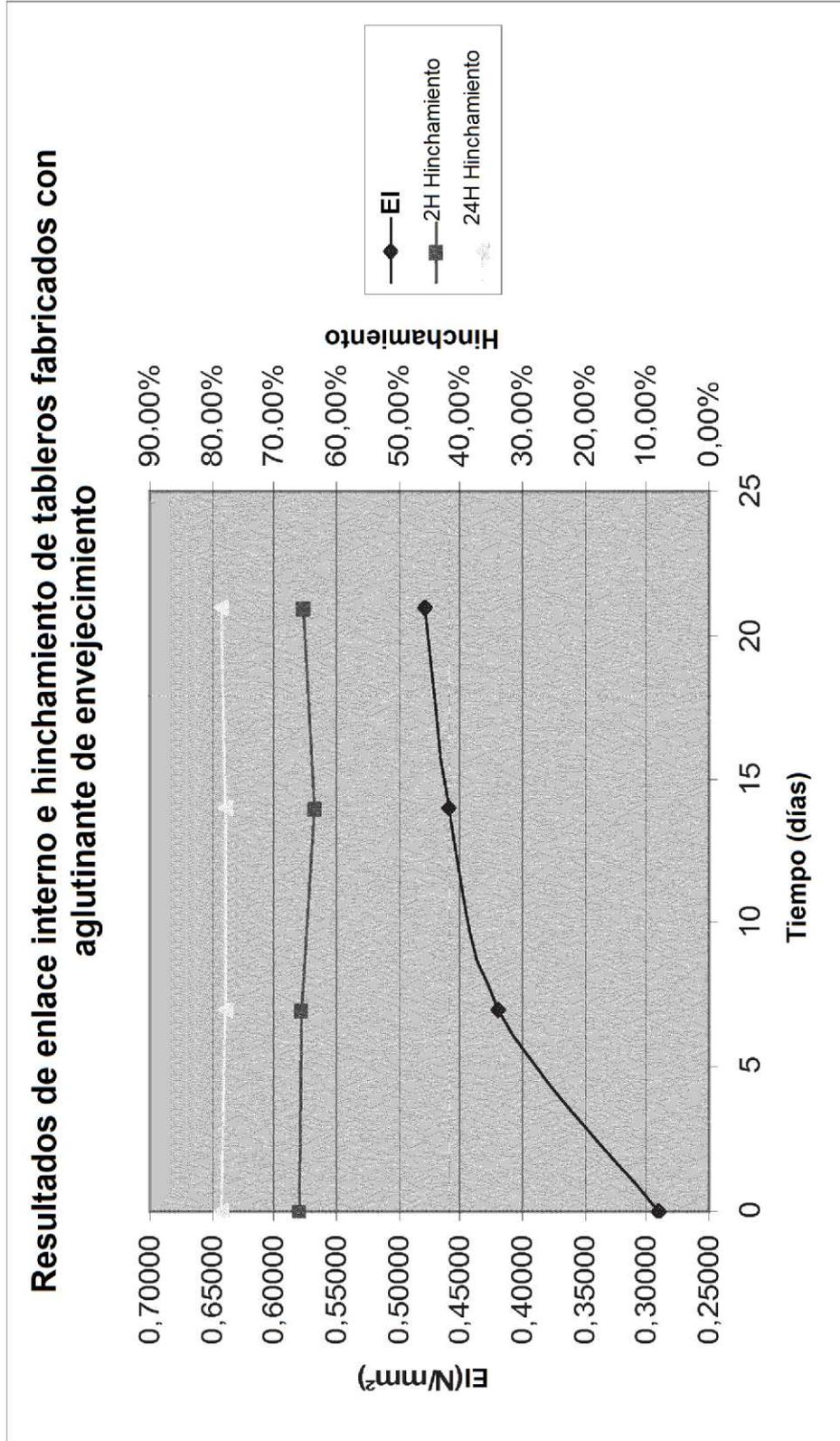


Figura 3

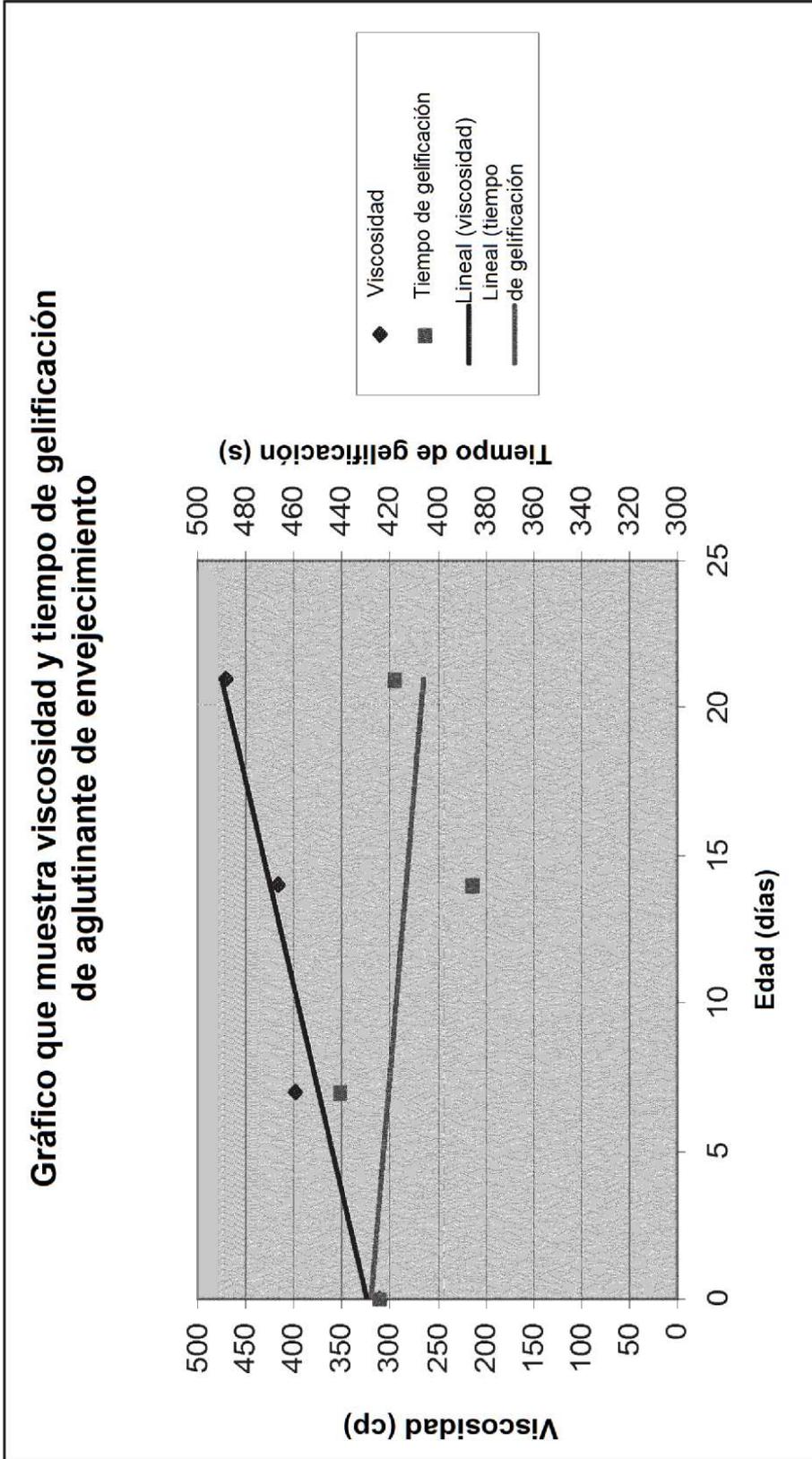


Figura 4



GWST y GWE2 : 324 h

Figura 5

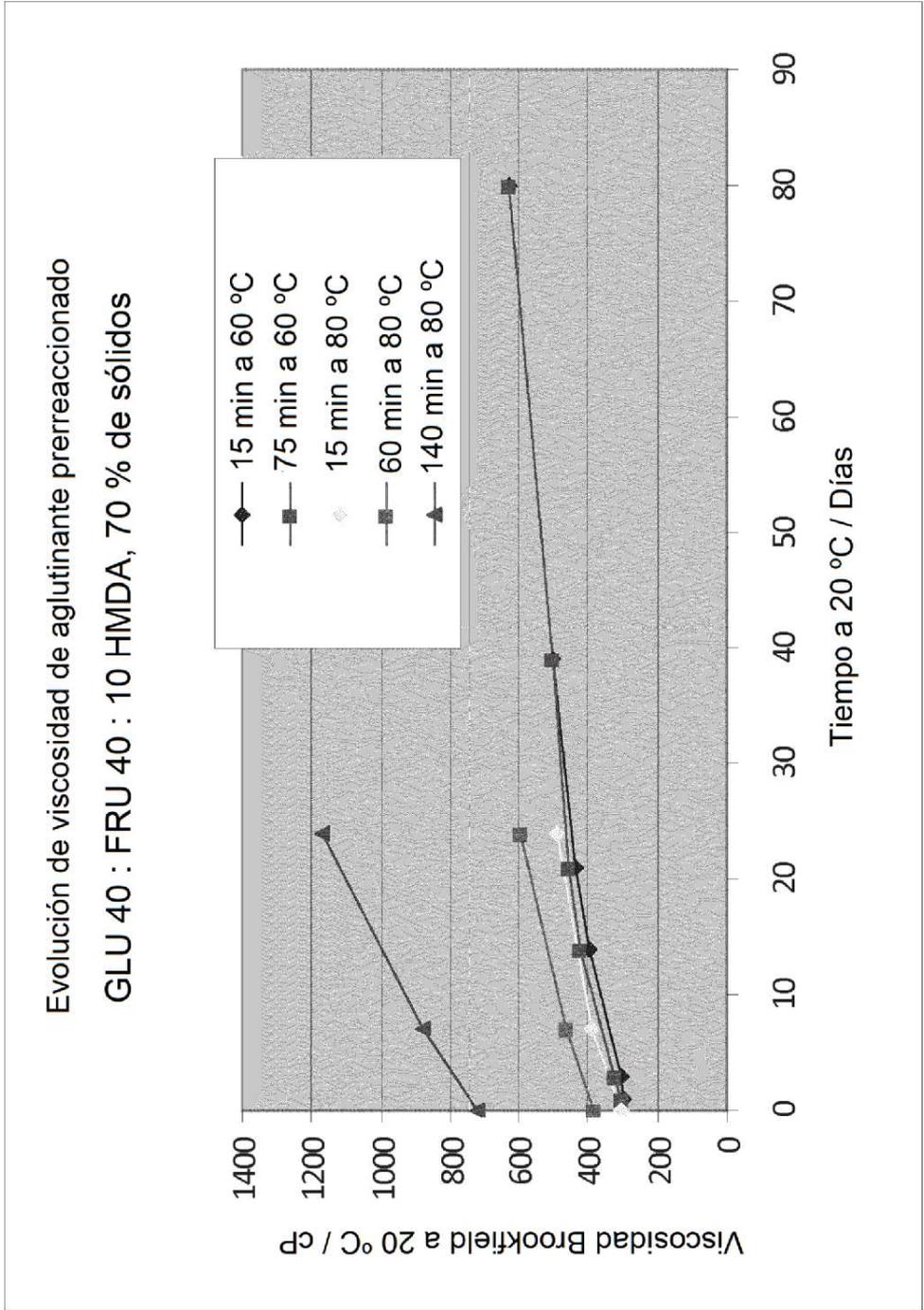


Figura 6

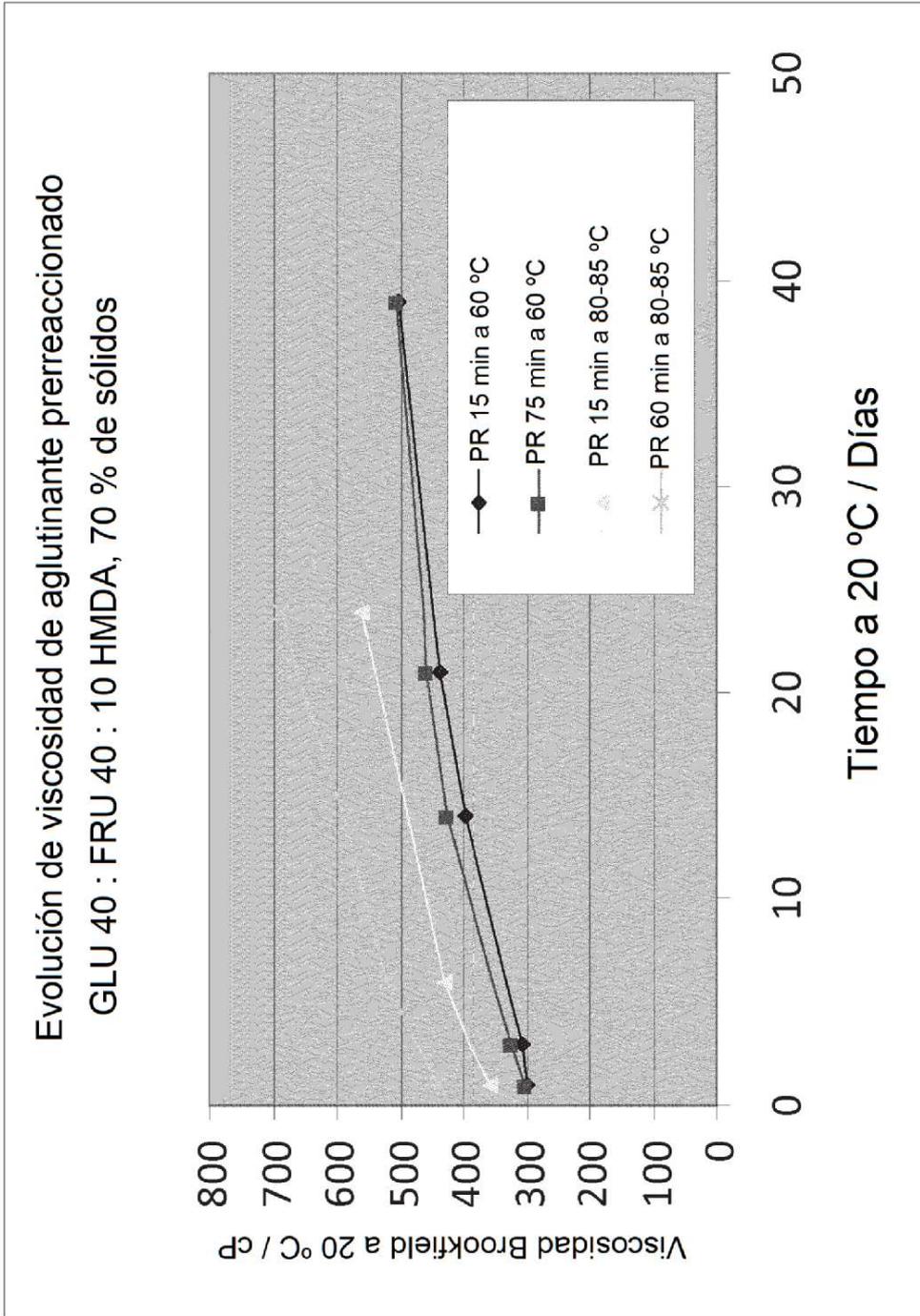


Figura 7

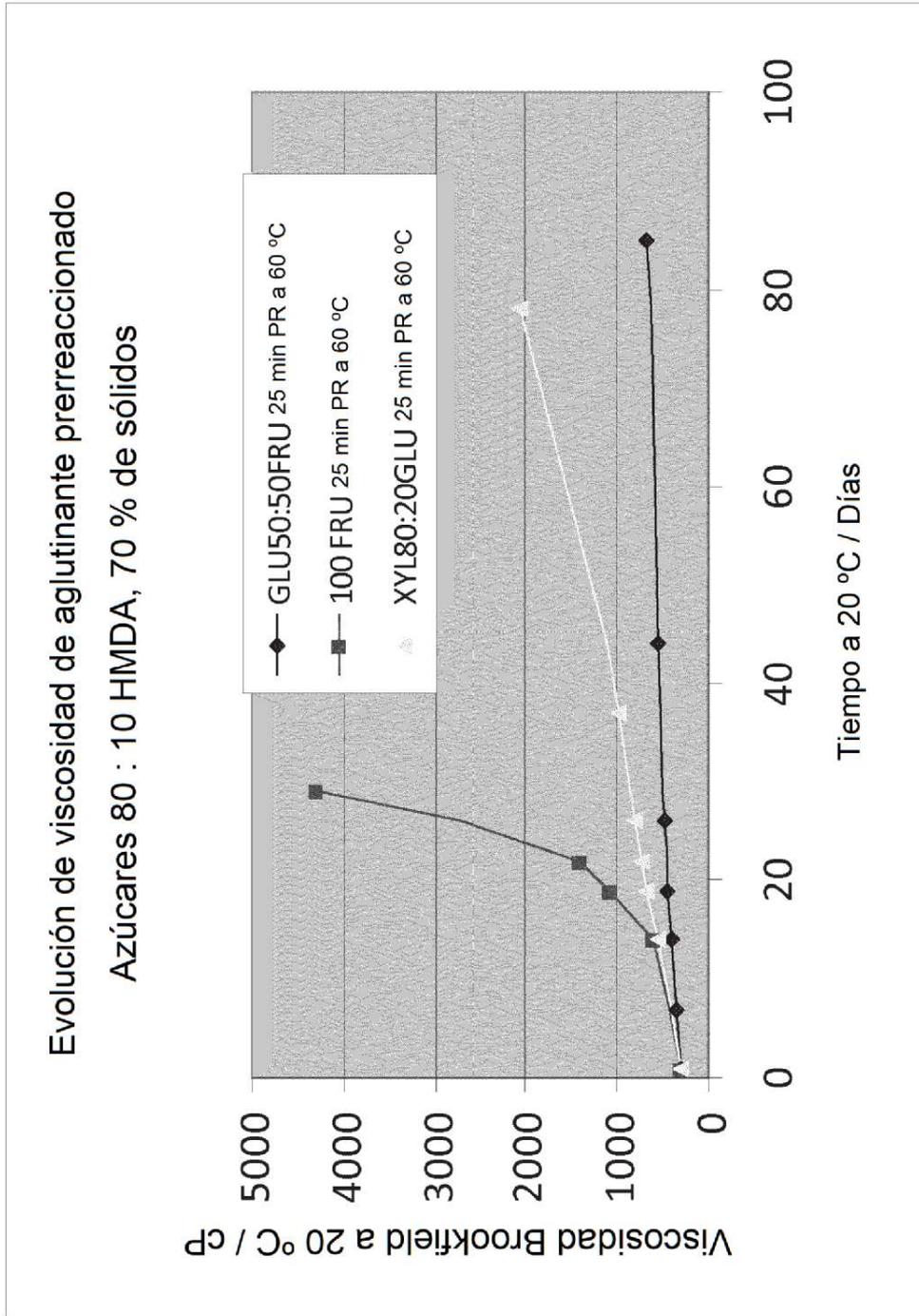


Figura 8

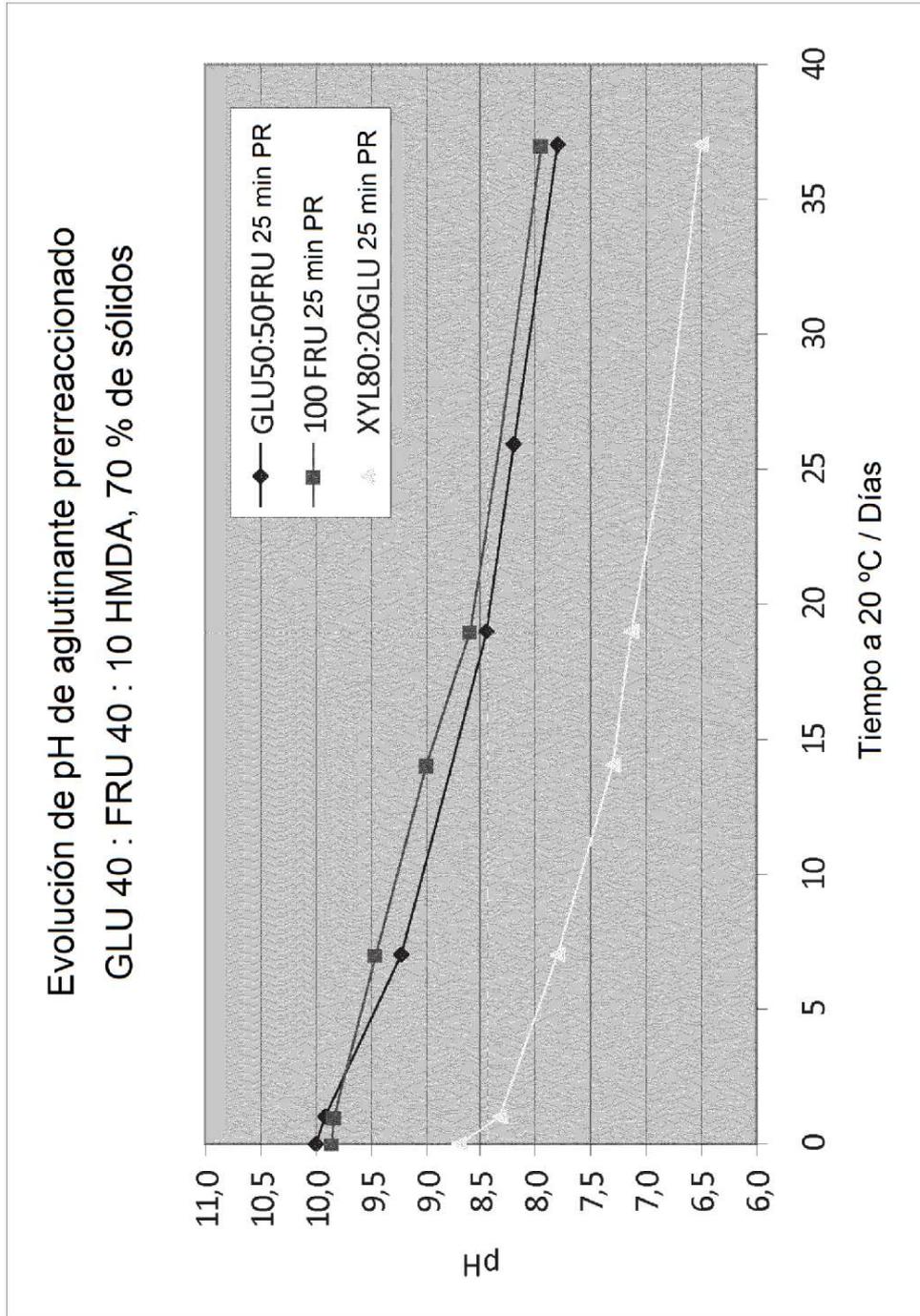


Figura 9

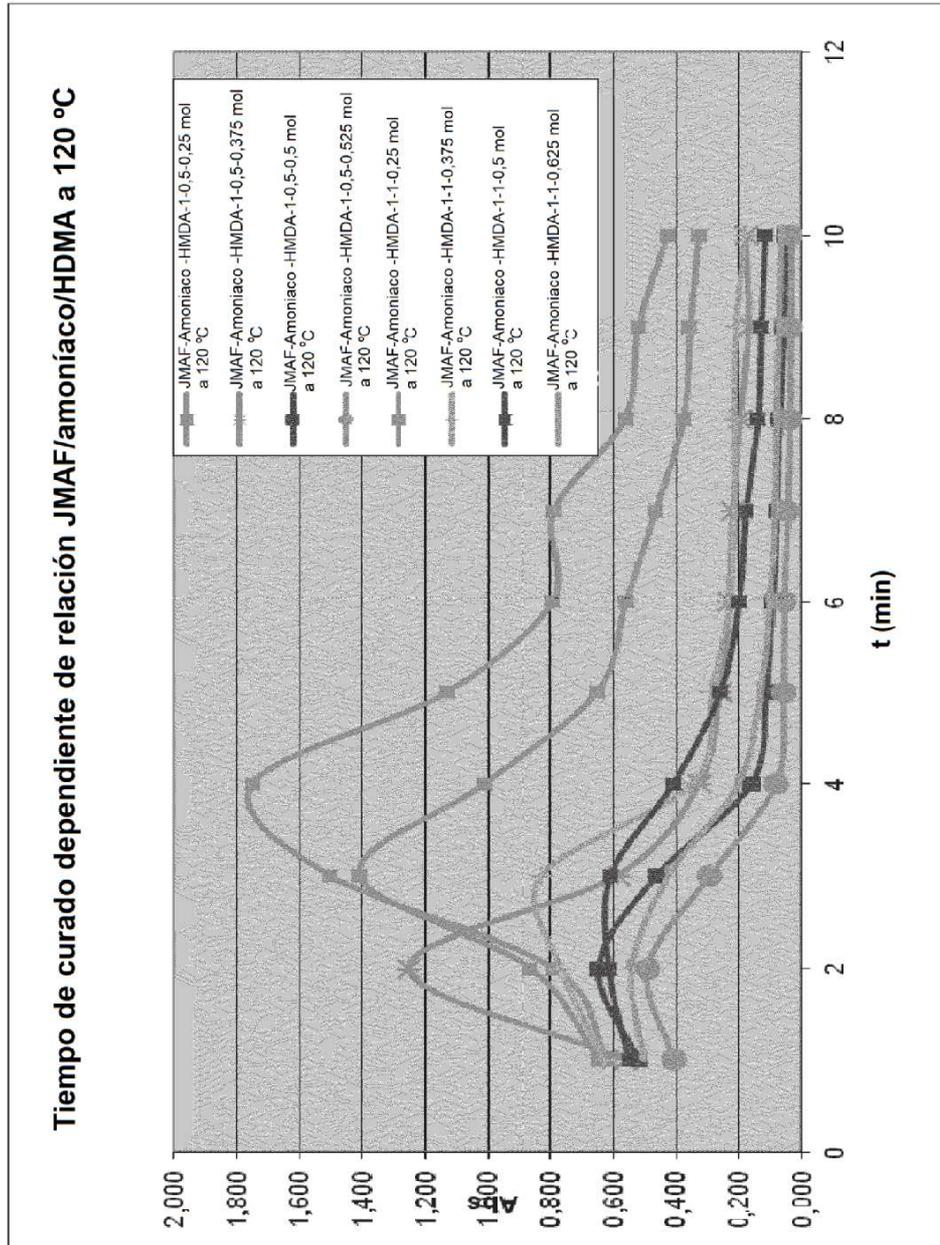


Figura 10

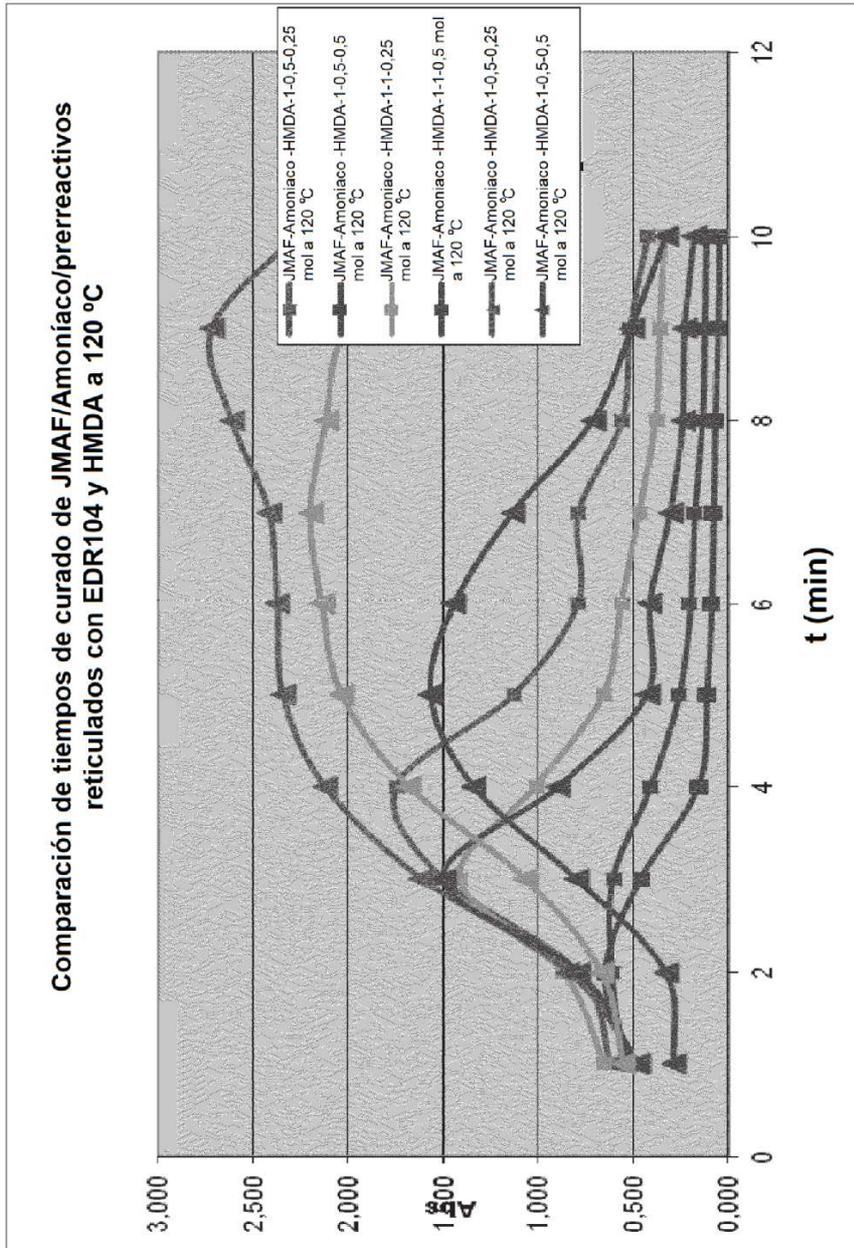


Figura 11

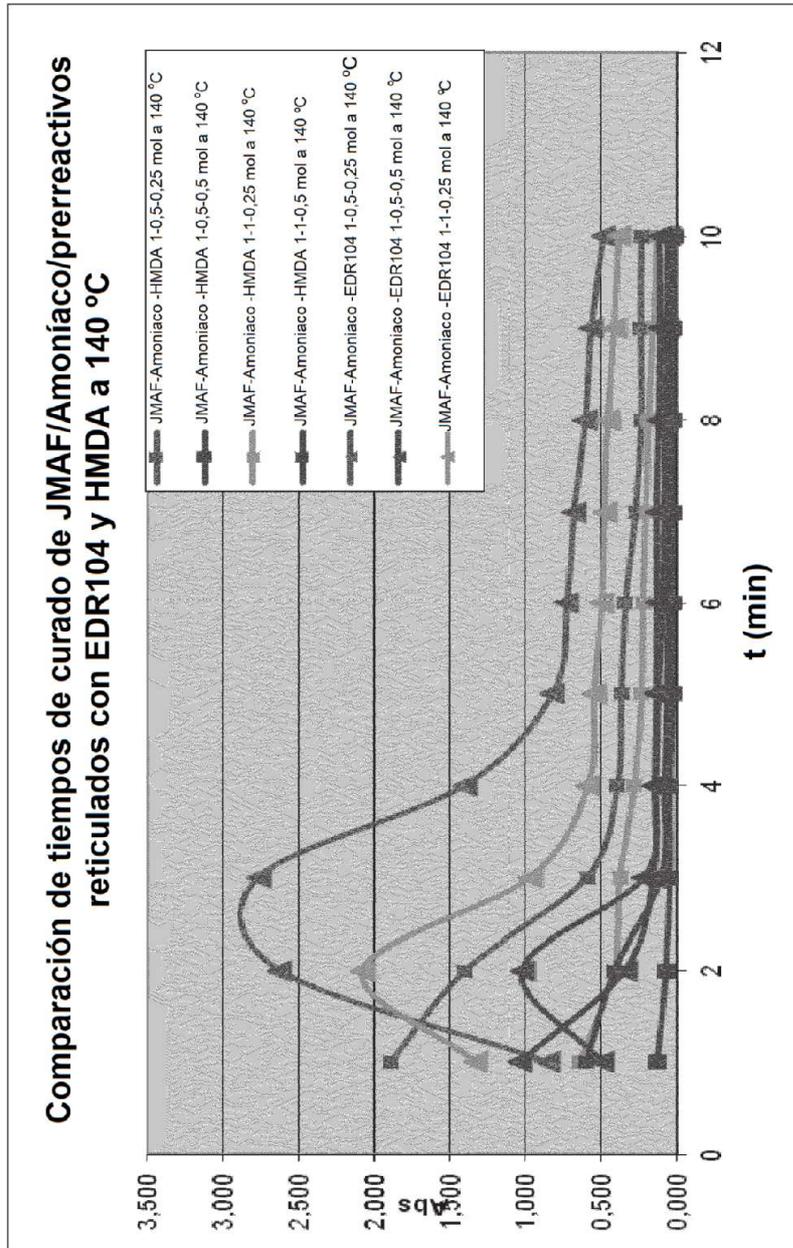


Figura 12

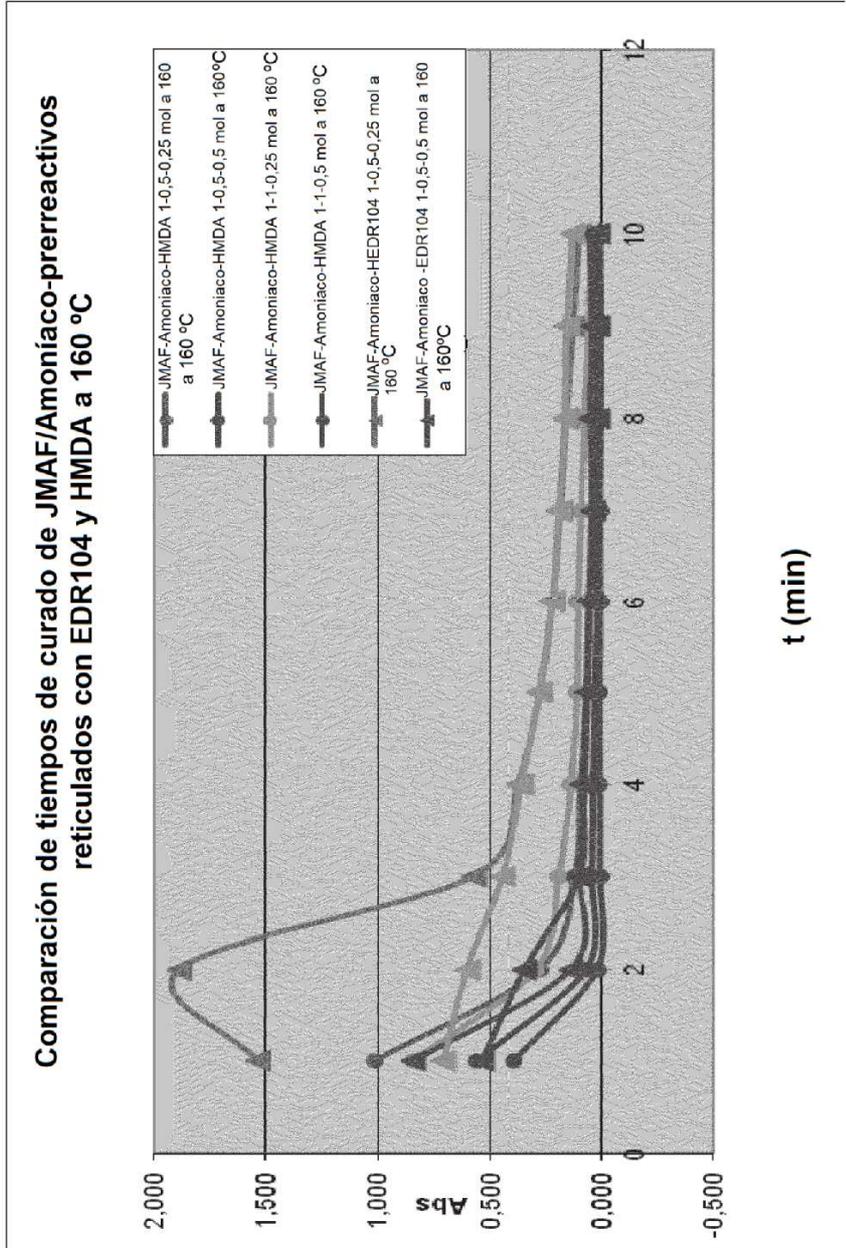


Figura 13

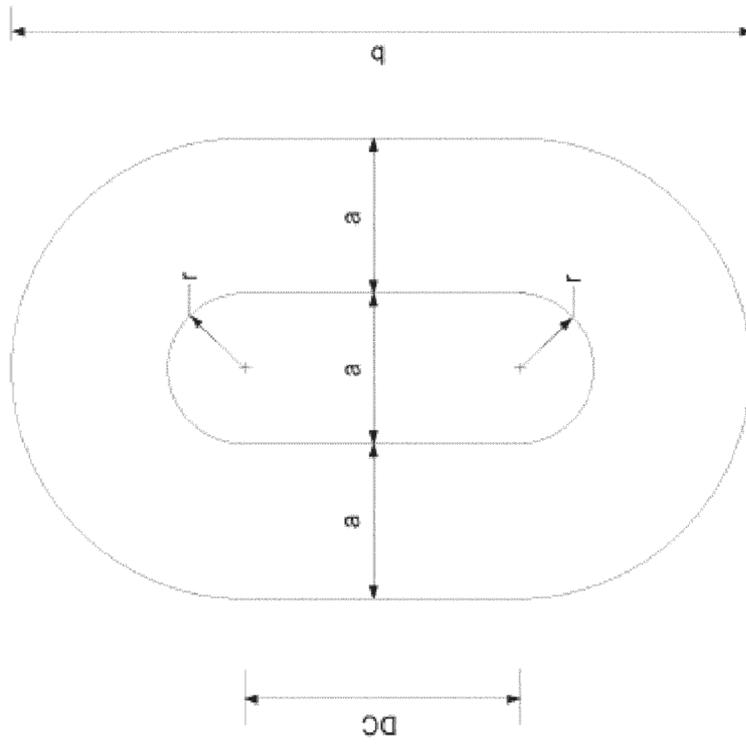


Figura 14

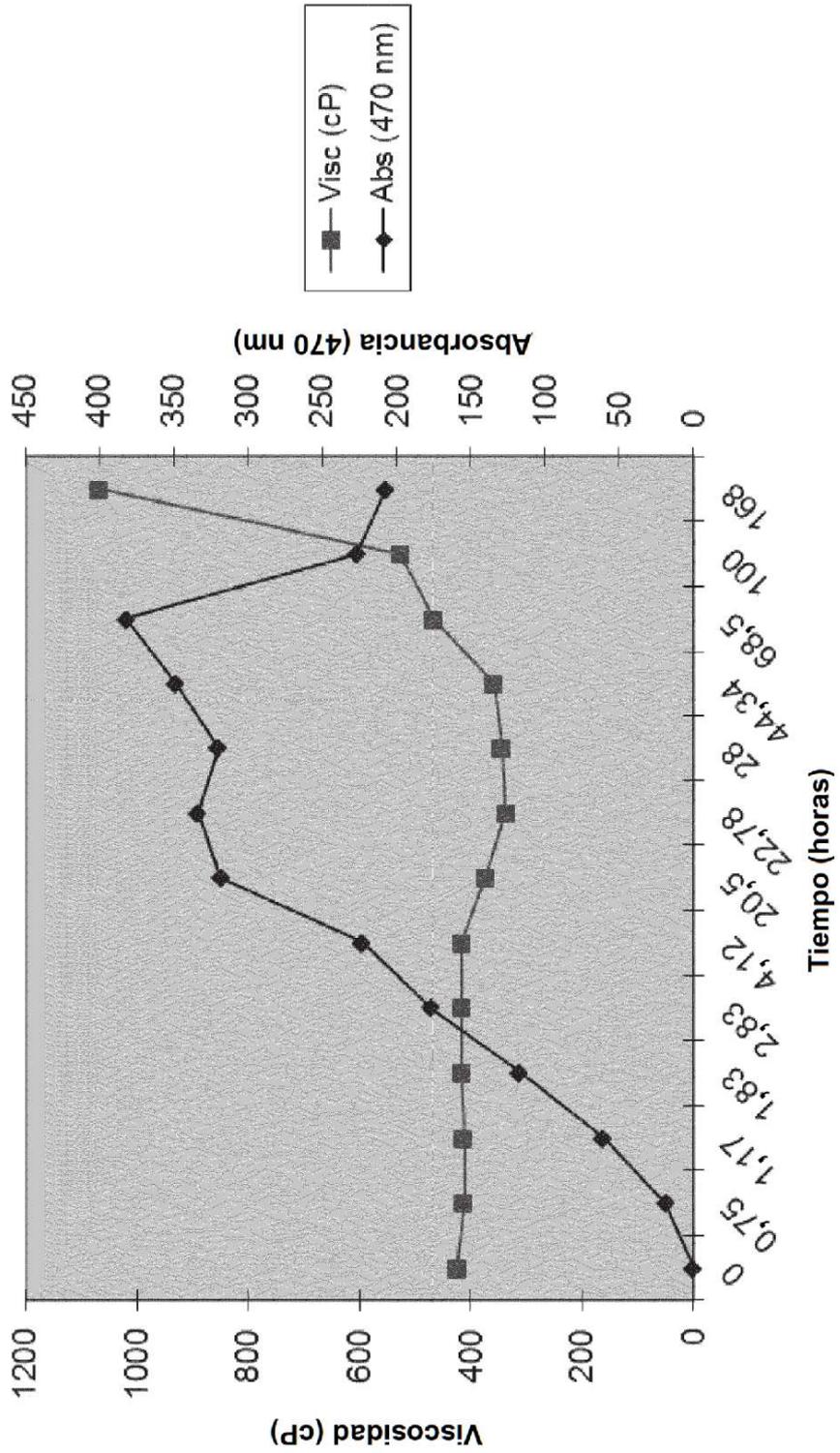
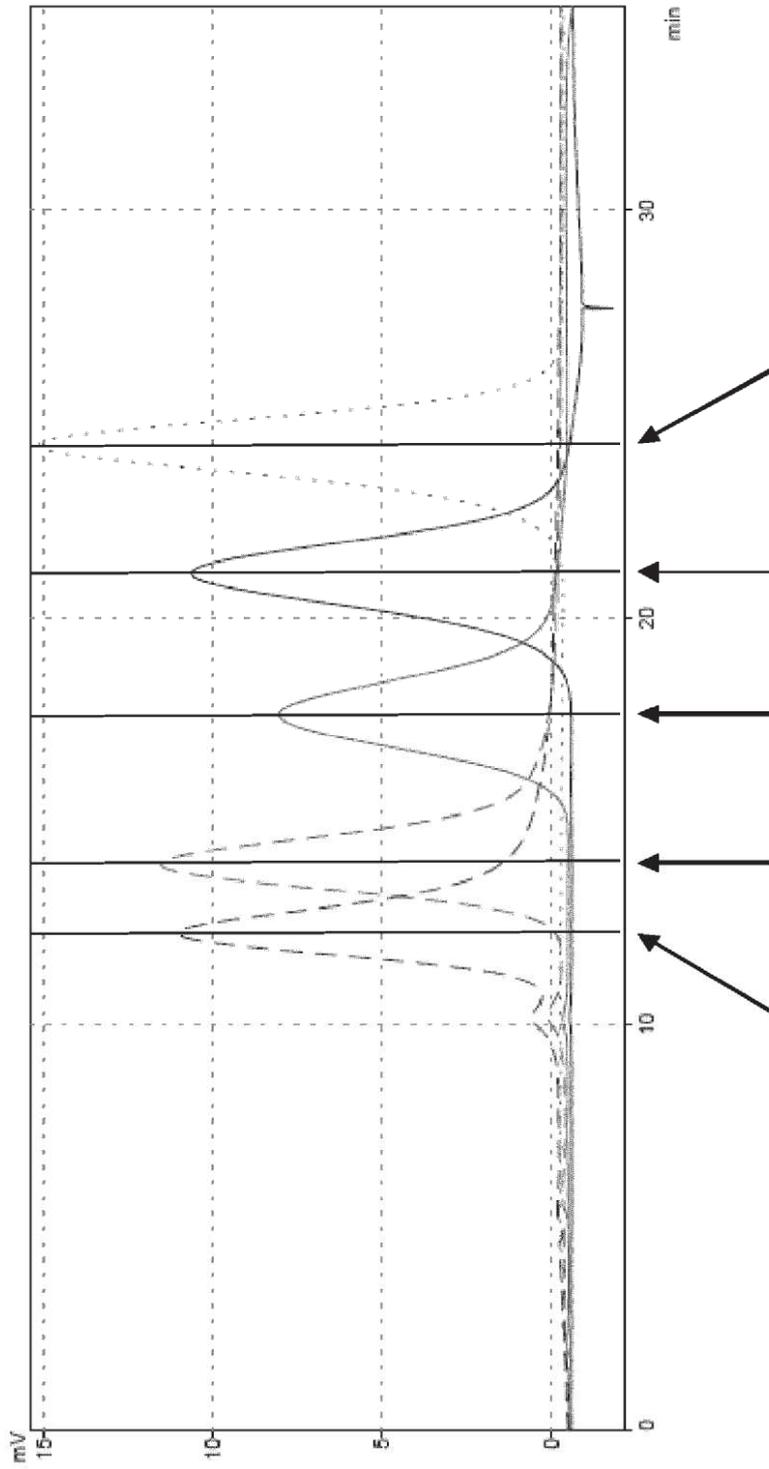


Figura 15



400 kDa 100 kDa 20 kDa 5 kDa <1 kDa (sacarosa)

Cromatograma de referencia de tamaño molecular de sacarosa y distintos pululanos

Figura 16

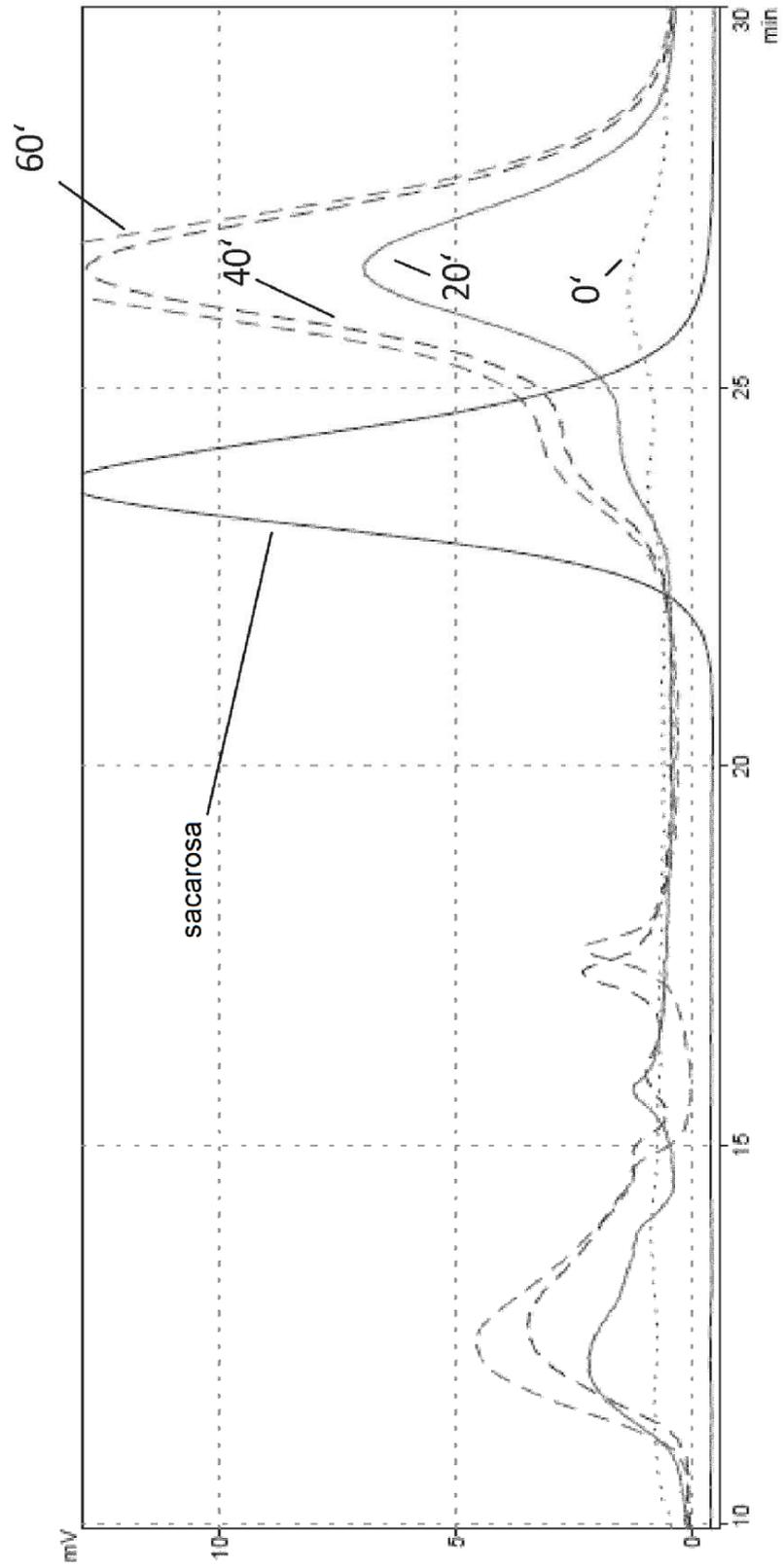


Figura 17

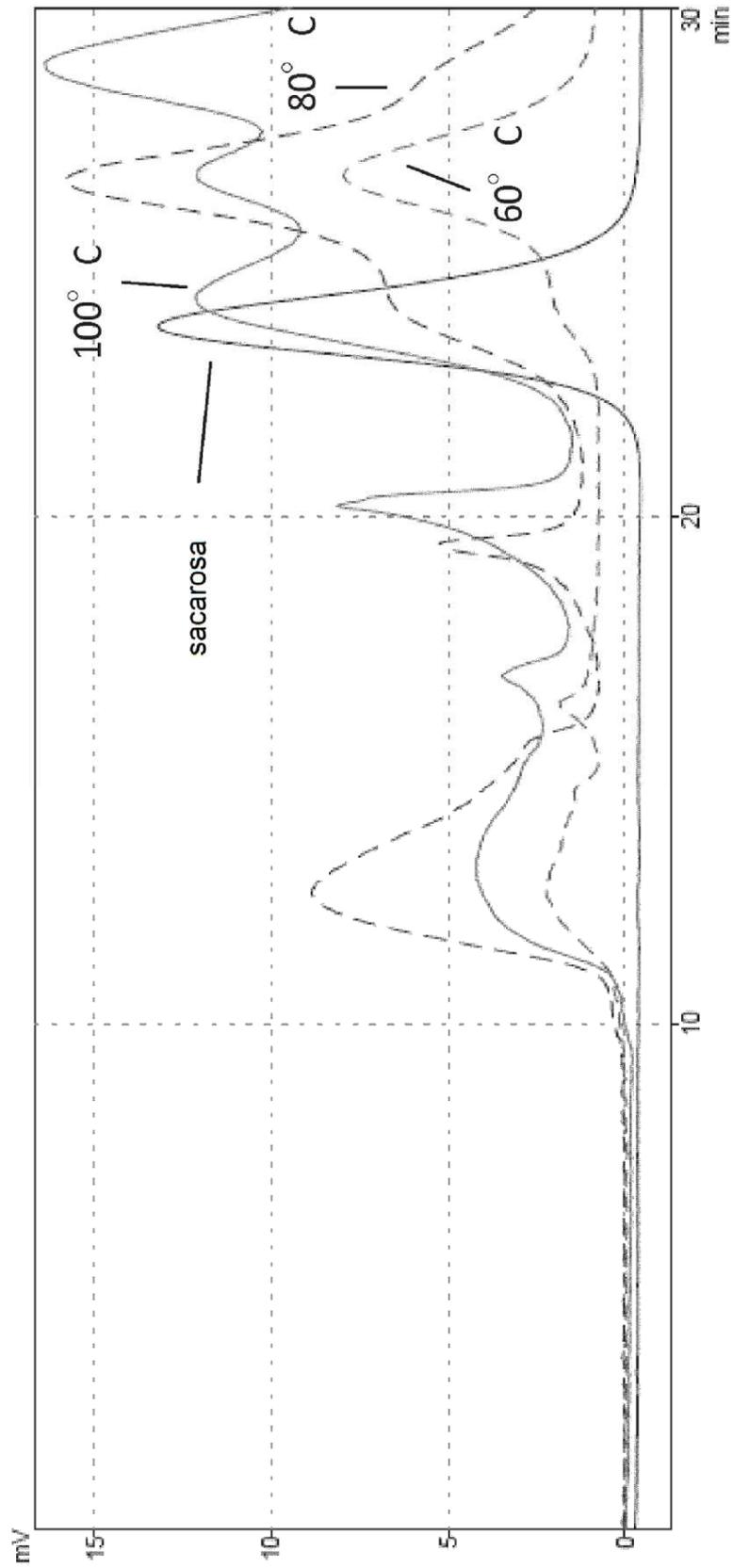


Figura 18