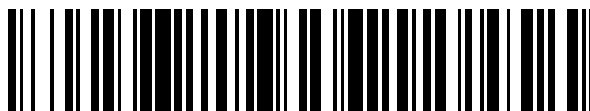


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 697 526**

51 Int. Cl.:

C08K 5/092	(2006.01)	C09J 167/00	(2006.01)
C08K 5/151	(2006.01)	C09J 105/00	(2006.01)
C08K 3/32	(2006.01)	D04H 1/645	(2012.01)
C03C 25/321	(2008.01)	D04H 1/64	(2012.01)
C03C 25/32	(2008.01)	D04H 1/587	(2012.01)
C03C 25/146	(2008.01)	D04H 1/4209	(2012.01)
C08G 63/668	(2006.01)	D04H 1/4218	(2012.01)
C09J 101/00	(2006.01)		
C09J 103/00	(2006.01)		
C09J 103/02	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.12.2008 PCT/FR2008/052203**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2009 WO09080938**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2008 E 08863743 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.09.2018 EP 2231543**

54 Título: **Composición adhesiva para lana mineral que comprende un monosacárido y/o un polisacárido y un ácido orgánico policarboxílico, y productos aislantes obtenidos**

30 Prioridad:
05.12.2007 FR 0759580

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.01.2019

73 Titular/es:
**SAINT-GOBAIN ISOVER (100.0%)
18 Avenue d'Alsace
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:
**JAFFRENNOU, BORIS;
SERUGHETTI, DOMINIQUE y
DOUCE, JÉRÔME**

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 697 526 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).

DESCRIPCION

Composición adhesiva para lana mineral que comprende un monosacárido y/o un polisacárido y un ácido orgánico policarboxílico, y productos aislantes obtenidos

5 La presente invención se refiere al campo de los productos de aislamiento, térmicos y/o acústicos, a base de lana minera, principalmente de vidrio o de roca, y de un aglutinante orgánico exento de formaldehído.

La invención se refiere más particularmente a una composición adhesiva apta para reticular para formar dicho aglutinante orgánico, que contiene al menos un monosacárido y/o un polisacárido que tiene una masa molar media en peso inferior a 10000 y ácido cítrico, al procedimiento de preparación de dicha composición adhesiva, y a los productos aislantes que resultan de ella.

10 La fabricación de productos de aislamiento a base de lana mineral comprende generalmente una etapa de fabricación de la lana propiamente dicha, que puede realizarse por diferentes procedimientos, por ejemplo según la técnica conocida de formación de fibras por centrifugación interna o externa. La centrifugación consiste en introducir la manera mineral en fusión (vidrio o roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de pequeños orificios, siendo proyectada la materia hacia la pared periférica del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga y escapándose bajo la forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y arrastrados hacia un órgano receptor por una corriente de gas que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, para formar allí una capa de fibras (o lana mineral).

20 Para asegurar el ensamblaje de las fibras entre sí y permite a la capa tener cohesión, se proyecta sobre las fibras, sobre el trayecto que va desde la salida del dispositivo centrífugo hacia el órgano receptor, una composición adhesiva que contiene una resina termoestable. La capa de fibras revestidas del encolado es sometida a un tratamiento térmico, a una temperatura generalmente superior a 100°C, con el fin de efectuar la policondensación de la resina y obtener de esta manera un producto de aislamiento término y/o acústico que tiene propiedades específicas, principalmente una estabilidad dimensional, una resistencia a la tracción, una recuperación del espesor después de la compresión y un color homogéneo.

25 La composición adhesiva a proyectar sobre la lana mineral se presenta generalmente bajo la forma de una solución acuosa que contiene la resina termoestable y aditivos tales como un catalizador de reticulación de la resina, un silano promotor de adherencia, un aceite mineral anti-polvos, ... La composición adhesiva se aplica más a menudo sobre las fibras por pulverización.

30 Las propiedades de la composición adhesiva dependen en gran parte de las características de la resina. Desde el punto de vista de la aplicación, es necesario que la composición adhesiva presente una buena aptitud para la pulverización y se pueda depositar sobre la superficie de las fibras con el fin de ligarlas eficazmente.

La resina debe ser estable durante un lapso de tiempo dado antes de ser utilizada para formar la composición de encolado, cuya composición se prepara generalmente en el momento del empleo mezclando la resina y los aditivos mencionados anteriormente.

35 Según un plan reglamentario, es necesario que la resina sea considerada como no contaminante, es decir, que contiene – y que genera durante la etapa de encolado o posteriormente – la menor cantidad posible de compuestos que puedan ser nocivos para la salud humana o el medio ambiente.

40 Las resinas termoendurecibles más comúnmente utilizadas son resinas fenólicas que pertenecen a la familia de los resoles. Además de su buena aptitud para reticularse en las condiciones térmicas citadas anteriormente, estas resinas son solubles en agua, poseen una buena afinidad para las fibras minerales, principalmente de vidrio, y son relativamente poco costosas.

45 Estos resoles se obtienen por condensación de fenol y de formaldehído, en presencia de un catalizador básico, en una relación molar formaldehído/fenol superior a 1 con el fin de favorecer la reacción entre el fenol y el formaldehído y de disminuir la tasa de fenol residual en la resina. La reacción de condensación entre el fenol y el formaldehído se realiza limitando el grado de condensación de los monómeros para evitar la formación de cadenas largas, poco hidrosolubles, que reducen la capacidad de dilución. En consecuencia, la resina contiene una cierta proporción de monómero que no ha reaccionado, en particular el formaldehído, cuya presencia no es deseable a causa de sus efectos nocivos verificados.

50 Por esta razón, las resinas a base de resol son tratadas generalmente por urea que reacciona con el formaldehído libre atrapándolo en forma de condensados de urea- formaldehído no volátiles. La presencia de urea en la resina aporta, además, una ventaja económica cierta, debido a su bajo coste, puesto que se puede introducir en cantidad relativamente grande sin afectar a la cualidades de empleo de la resina, principalmente sin perjuicio de las propiedades mecánicas del producto final, lo que reduce notablemente el coste total de la resina.

55 A pesar de todo, se ha observado que, en las condiciones de temperaturas a las que la capa es sometida para obtener la reticulación de la resina, los condensados de urea- formaldehído no son estables; se descomponen

restableciendo el formaldehído y la urea, a su vez degradada al menos parcialmente en amoníaco, que son liberados a la atmósfera de la fábrica.

5 La reglamentación en materia de protección del medio ambiente cada vez más estricta obliga a los fabricantes de productos de aislamiento a buscar soluciones que permitan reducir todavía más los niveles de emisiones indeseables, en particular de formaldehído.

Se conocen soluciones de sustitución de los resoles en las composiciones de encolado y se basan en el empleo de un polímero de ácido carboxílico, principalmente de ácido acrílico.

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

10 Se han propuesto composiciones de encolado que comprenden un polímero policarboxílico, un polioliol y un catalizador, cuyo catalizador es un catalizador que contiene fósforo (US 5 318 990, US 5 661 213, US 6331 350, US 2003/0008978), un fluoroborato (US 5 977 232) o bien una cianamida, una dicianamida o un cianoguanidina (US 5 932 689).

15 También se han descrito composiciones de encolado que comprenden una alcanolamina que contiene al menos dos grupos hidroxilo y un polímero policarboxílico (US 6 071 994, US 6 099 773, US 6 146 746) asociado a un copolímero (US 6 299 936).

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

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

En el documento US 2004/0002567, la composición de encolado comprende un polímero policarboxílico, un polioliol y un agente de copulación del tipo silano.

25 En el documento US 2005/0215153 se describe un encolado formado a partir de un pre-aglutinante que contiene polímero de ácido policarboxílico y un polioliol, y una dextrina en tanto que co-aglutinante.

Por otra parte, se conoce una composición adhesiva a base de polisacáridos termo-reticulables que puede utilizarse como encolado para lana mineral (US 5 895 804). La composición comprende un polímero policarboxílico que tiene al menos dos grupos funcionales ácido carboxílico y un peso molecular al menos igual a 1000 y un polisacárido que tiene un peso molecular al menos igual a 10000.

30 La presente invención tiene por objeto proponer una composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral que está exenta de formaldehído, que permite de esta manera disponer de una alternativa a las composiciones de encolado a base de resoles.

Otro objeto es suministrar una composición de encolado elaborada a partir de compuestos naturales procedentes de fuentes renovables, principalmente vegetales, o producidos por fermentación microbiana.

35 Para conseguir estos objetivos, la presente invención propone una composición de encolado como se describe en la reivindicación 1.

40 El monosacárido se selecciona entre los monosacáridos que contienen de 3 a 8 átomos de carbono, con preferencia las aldosas y de manera ventajosa las aldosas que contienen de 5 a 7 átomos de carbono. Las aldosas particularmente preferidas son las aldosas naturales (que pertenecen a la serie D), principalmente las aldosas tales como glucosa, la mannososa y la lactosa.

El polisacárido conforme a la invención se selecciona entre los polisacáridos que tienen una masa molar media en peso inferior a 10000, y mejor todavía superior a 180.

De manera ventajosa, el polisacárido presenta un índice de polidispersidad (IP) definida por la relación de la masa molar media en peso con respecto a la masa molar media en número que es inferior o igual a 10.

45 Con preferencia, el polisacárido contiene al menos una fracción seccionada entre las aldosas citadas anteriormente, de manera ventajosa la glucosa. Son particularmente preferidos los polisacáridos que están constituidos mayoritariamente (al menos de 50 % en peso) de fracciones de glucosa.

Según un modo de realización preferido, la invención utiliza una mezcla de monosacárido(s) y/o de polisacárido(s), principalmente obtenidos a partir de vegetales, en particular de dextrina o de una melaza.

50 Las dextrinas son compuestos que responden a la fórmula general $(C_6H_{10}O_5)_n$ obtenidos por hidrólisis parcial de

almidón. Los procedimientos de preparación de las dextrinas son conocidos. Por ejemplo, las dextrinas pueden prepararse calentando o secando un almidón, generalmente en presencia de un catalizador ácido, lo que conduce a la ruptura de las moléculas de amilasa y de amilopectina que constituyen dicho almidón en productos de masa molar más baja. Las dextrinas se pueden obtener también tratando el almidón por vía enzimática con una o varias amilasas, principalmente microbianas, aptas para hidrolizar los enlaces de almidón. La naturaleza del tratamiento (químico o enzimático) y las condiciones de hidrólisis tienen una incidencia directa sobre la masa molar media y la distribución de las masas molares de la dextrina.

Las dextrinas conformes a la invención se pueden obtener a partir de almidón o de derivados de almidón de origen vegetal variado, por ejemplo procedentes de tubérculos tales como la patata, la mandioca, la maranta, y la patata dulce, procedentes de granos tales como el trigo, el maíz, el centeno, el arroz, la cebada, el mijo, la avena y el sorgo, procedentes de frutas tales como el castaño, la castaña y la avellana, o procedentes de leguminosas tales como que el guisante y la judía.

Se prefieren, en particular, las dextrinas que tienen un equivalente en dextrosa DE (« Dextrose Equivalent » en inglés) superior o igual a 5, con preferencia superior o igual a 10, de manera ventajosa superior o igual a 15, y mejor todavía inferior a 100.

De manera convencional, el equivalente en dextrosa DE se define por la relación siguiente:

$$DE = 100 \times \frac{\text{número de enlaces glicosídicos rotos}}{\text{número de enlaces glicosídicos en el almidón inicial}}$$

Las melazas son residuos de refinado de azúcar extraída principalmente de la caña y de la remolacha que contienen un alto contenido en glúcidos, del orden de 40 a 60 % en peso. Lo esencial de los glúcidos de la melaza está constituido por sacarosa.

Las melazas conformes a la invención contienen con preferencia de 45 a 50 % en peso de glúcidos totales, expresados en sacarosa.

Las melazas de remolacha son particularmente preferidas.

El ácido cítrico en tanto que ácido orgánico policarboxílico juega el papel de agente de reticulación; es apto para reaccionar con el (los) monosacárido(s) y/o el (los) polisacárido(s) bajo el efecto del calor para formar enlaces ésteres que conducen a la obtención de una red polimérica en el aglutinante final. Dicha red polimérica permite establecer enlaces al nivel de los puntos de unión de las fibras en la lana mineral.

En la composición adhesiva, el monosacárido y/o el polisacárido representa de 30 a 80 % del peso de la mezcla constituida por el monosacárido y/o el polisacárido y/o el polisacárido y el ácido policarboxílico.

La composición adhesiva comprende, además, un catalizador, ácido o básico, que tiene principalmente la función de ajustar la temperatura de inicio de la reticulación, seleccionado entre las bases y los ácidos de Lewis, tales como las arcillas, la sílice coloidal o no, las aminas orgánicas, las aminas cuaternarias, los óxidos metálicos, los sulfatos metálicos, los cloruros metálicos, los sulfatos de urea, los cloruros de urea y los catalizadores a base de silicatos.

El catalizador está seleccionado igualmente entre los compuestos que contienen fósforo, por ejemplo, una sal de hipofosfito de metal alcalino, un fosfito de metal alcalino, un polifosfato de metal alcalino, un hidrogenofosfato de metal alcalino, un ácido fosfórico o un ácido alquilfosfónico. Con preferencia, el metal alcalino es el sodio o el potasio.

El catalizador se selecciona igualmente entre los compuestos que contienen flúor y boro, por ejemplo el ácido tetrafluorobórico o una sal de este ácido, principalmente un tetrafluoroborato de metal alcalino, tal como el sodio o el potasio, un tetrafluoroborato de metal alcalinotérreo tal como el calcio o el magnesio, un tetrafluoroborato de cinc y un tetrafluoroborato de amonio.

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

La cantidad de catalizador introducida en la composición adhesiva representa al menos 1 % y hasta 20 % del peso del monosacárido y/o del polisacárido y del ácido orgánico policarboxílico, con preferencia hasta 10 % y de manera ventajosa es al menos igual al 1 %

La composición adhesiva conforme a la invención puede comprender, además, los aditivos convencionales indicados a continuación en las proporciones siguientes calculadas sobre la base de 100 partes en peso de monosacárido(s) y/o de polisacárido(s) y de ácido orgánico policarboxílico:

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

- 0 a 20 partes de aceite, con preferencia de 4 a 15 partes,
- 0 a 30 parte de urea y/o de glicerol, con preferencia de 0 a 20 partes,
- 0 a 5 partes de una silicona,
- 0 a 30 partes de un "extensor" seleccionado entre los derivados de la lignina, tal como el lignosulfonato de amonio (LSA) o el lignosulfonato de sodio, y las proteínas animales o vegetales.

El papel de los aditivos es conocido y se recuerda brevemente: el silano es un agente de copulación entre las fibras y el aglutinante, y juega igualmente el papel de agente anti-envejecimiento; los aceites son agentes anti-polvos e hidrófobos: la urea y el glicerol juegan el papel de plastificantes y permiten evitar la pregelificación de la composición adhesiva; la silicona es un agente hidrófobo, que tiene una función de reducir la absorción de agua por el producto de aislamiento; el "extensor" es una carga orgánica soluble o dispersable en la composición adhesiva acuosa que permite principalmente disminuir el coste de la composición adhesiva.

La composición adhesiva presenta un pH ácido, del orden de 1 a 5 según el ácido orgánico policarboxílico utilizado, con preferencia superior o igual a 1,5. De manera ventajosa, el pH se mantiene en un valor al menos igual a 2, con el fin de limitar los problemas de inestabilidad de la composición adhesiva y de corrosión de la línea de fabricación, gracias a la adición de un compuesto aminado que no es apto para reaccionar con el monosacárido y/o el polisacárido, por ejemplo una amina terciaria, principalmente la trietanolamina. La cantidad de compuesto aminado puede representar hasta 30 partes en peso del peso total del monosacárido y/o del polisacárido y de ácido orgánico policarboxílico.

La composición adhesiva está destinada para ser aplicada sobre fibras minerales, principalmente fibras de vidrio o de roca.

De manera clásica, la composición adhesiva se proyecta sobre las fibras minerales a la salida del dispositivo centrífugo y antes de su recogida sobre el órgano receptor bajo la forma de una capa de fibras que es tratada a continuación a una temperatura que permite la reticulación del adhesivo y la formación de un aglutinante infusible. La reticulación del adhesivo según la invención se realiza a una temperatura comparable a la de una resina formofenólica clásica, a una temperatura superior o igual a 110°C, de preferencia superior o igual a 130°C, y ventajosamente superior o igual a 140°C.

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

Estos productos se presentan generalmente bajo la forma de un colchón o de un fieltro de lana mineral, de vidrio o de roca, o incluso de un velo de fibras minerales, igualmente de vidrio o de roca, destinado principalmente a formar un revestimiento de superficie de dicho colchón o de dicho fieltro.

Los Ejemplos siguientes permiten ilustrar la invención, pero sin limitarla.

En los Ejemplos, se mide:

- la masa molar en peso y la masa molar en número de las dextrinas por cromatografía por permeación de gel en las condiciones siguientes:
 - tres columnas dispuestas en serie: dos columnas de ViscoGEL® rellenas de GMPWxl (columnas de « lecho mixto ») y una columna de ViscoGEL® rellena de G2500PWxl (columna de « lecho simple »). Estas columnas son comercializadas por la sociedad VISCOTEK
 - eluyente : tampón de PBS (solución salina a base de fosfato y de cloruro de sodio de pH 7,4 aproximadamente)
 - temperatura : 35°C
 - detectores : refractometría diferencial, viscosimetría y difusión de la luz.
- la temperatura del inicio de la reticulación (TR) y la velocidad de reticulación (V) por el método Dynamic Mechanical Analysis (DMA), que permite caracterizar el comportamiento viscoelástico de un material polimérico. Se procede como sigue: una muestra de papel Whatmann es impregnada de la composición de encolado (contenido en materias sólidas orgánicas del orden de 40 %), luego se fija horizontalmente entre dos mordazas. Un elemento oscilante provisto de un dispositivo de medición de tensión en función de la deformación aplicada se dispone sobre la cara superior de la muestra. El dispositivo permite calcular el módulo de elasticidad E. La muestra es calentada a una temperatura que varía de 20 a 250°C a la velocidad de 4°C/min. A partir de las medidas, se establece la curva de variación del módulo de elasticidad E (en MPas) en función de la temperatura (en °C), cuyo aspecto general se da en la figura 1. Se determinan sobre la curva los valores correspondientes a la temperatura del inicio de la reticulación (TR),

en °C, la pendiente correspondiente a la velocidad de reticulación (V) en MPa/°C.

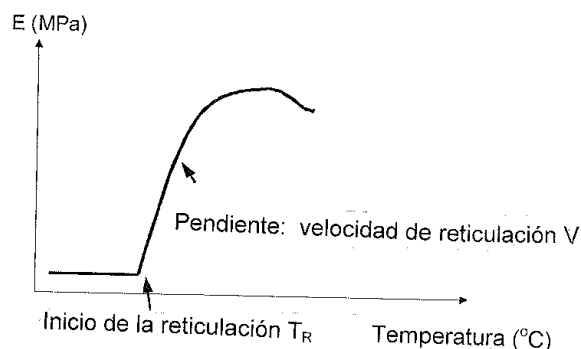


Figura 1

- el ángulo de contacto de la composición de encolado, sobre un soporte de vidrio,
- 5 - la resistencia a la tracción según la Norma ASTM C 686-71T sobre una muestra cortada por estampado en el producto aislante. La muestra tiene la forma de un toro de 122 mm de largo, 46 mm de ancho, un rayo de curvatura del cordel del borde exterior igual a 38 mm y un radio de curvatura del corte del borde interior igual a 12,5 mm.

10 La muestra se dispone entre dos mandriles cilíndricos de una máquina de ensayo, uno de los cuales es móvil y se desplaza a velocidad constante. Se mide la fuerza de rotura F (en gramo-fuerza) de la muestra y se calcula la resistencia a tracción RT definida por la relación de la fuerza de rotura F a la masa de la muestra.

La resistencia a la tracción se mide después de la fabricación (resistencia a la tracción inicial) y después de un envejecimiento acelerado en un autoclave a una temperatura de 105°C bajo 100 % de humedad relativa durante 15 minutos (RT15).

- 15 - el espesor inicial del producto de aislamiento y el espesor después de 1 hora, 24 horas, 30 días y 90 días bajo compresión con una tasa de compresión (definida como siendo la relación del espesor nominal al espesor bajo compresión) igual a 6/1 (Ejemplos 22 a 24) o 5/1 (Ejemplos 25 a 34). Las medidas del espesor permiten evaluar la buena estabilidad dimensional del producto,
- 20 - la absorción de agua en las condiciones de la Norma EN 1609, expresada en kg de agua absorbida por m² de producto aislante. Los productos de aislamiento que presentan una absorción de agua inferior a 1 kg/m² son considerados como portadores de una baja absorción de agua a corto plazo (24 horas); pertenecen a la clase « WS » según la certificación ACERMI,
- la resistencia al fuego medida según la norma EN ISO 1182. Los productos que pertenecen a la clase « Euroclass A1 » no contribuyen a la declaración y a la propagación del fuego,
- 25 - el coeficiente de conductividad térmica λ según la Norma EN 13162, expresado en W/(m x °K),
- la cantidad de formaldehído emitido por el producto después de 3 días de ensayo en las condiciones de la Norma ISO 16000-9 y con una relación entre el cambio de aire y la tasa de carga de la cámara Q igual a 0,4. La cantidad de formaldehído se mide según el método descrito en la Norma ISO 16000-3. Los resultados se expresan en mg de formaldehído emitido por m² y por hora.

30 Ejemplos 1 A 6

Se preparan composiciones adhesivas que comprenden los constituyentes que figuran en la Tabla 1 expresados en partes en peso.

35 La melaza es una melaza de remolacha de uso industrial (comercializada por FRANCE MELASSES), que se presenta en forma de un líquido viscoso y homogéneo que contiene de 43 a 53 % en peso de azúcar, expresado en sacarosa.

Las composiciones adhesivas se preparan introduciendo sucesivamente en un recipiente que contiene agua, la malaza, el ácido cítrico y el hipofosfito de sodio (catalizador) bajo una agitación vigorosa hasta la disolución completa de los constituyentes.

40 Las propiedades de las composiciones adhesivas que figuran en la Tabla 1 son evaluadas comparativamente a una composición adhesiva clásica que contiene una resina formofenólica y urea (Referencia) preparada conforme al Ejemplo 2, ensayo 1 de WO 01/96254 A1.

Las composiciones adhesivas de los Ejemplos 1 a 6 tienen propiedades similares a las de la Referencia en términos de temperatura de inicio de la reticulación (TR), de viscosidad y de ángulo de contacto. La velocidad de reticulación (V) se vuelve más baja que la de la Referencia.

Ejemplos 7 A 21

- 5 Se procede en las condiciones de los Ejemplos 1 a 6 modificadas en que se utiliza una dextrina procedente de almidón de maíz (maltodextrina) que tiene las características siguientes:
- una masa molar media en peso igual a 5500, un índice de polidispersidad IP igual a 9,5 y un equivalente en dextrosa DE comprendido entre 16,5 y 19,5 (comercializado bajo la referencia 419699 por ALDRICH ; extracto seco: 100 %) : Ejemplos 7 a 12;
- 10
- una masa molar media en peso igual a 1850, un índice de polidispersidad IP igual a 4,45 y un equivalente en dextrosa DE igual a 30 (comercializado bajo la referencia Tackidex® 30L75 por ROQUETTE FRERES ; extracto seco: 75 %) : Ejemplos 13 à 15;
 - una masa molar media en peso igual a 1520, un índice de polidispersidad IP igual a 5,72 y un equivalente en dextrosa DE igual a 62 (comercializado bajo la referencia Flolys® B6080S por ROQUETTE FRERES ; extracto seco: 81 %) : Ejemplos 16 a 18;
- 15
- un contenido másico en glucosa superior a 95 % y un equivalente en dextrosa DE igual a 99 (comercializado bajo la referencia jarabe de glucosa 74/968® por ROQUETTE FRERES ; extracto seco : 75 %) : Ejemplos 19 a 21.

El contenido de los constituyentes de las composiciones adhesivas se da en la Tabla 2, en partes en peso.

- 20 Las composiciones adhesivas de los Ejemplos 8 a 15, 18 y 21 presentan de manera ventajosa una temperatura de inicio de la reticulación (TR) inferior a la de la Referencia. La presencia del catalizador en la composición del ejemplo 9 permite disminuir en una medida significativa la temperatura de inicio de la reticulación comparativamente a la composición del ejemplo 7, pero con una disminución de la velocidad de reticulación (V).

- 25 Las composiciones adhesivas según la invención presentan una viscosidad baja, próxima a la de la Referencia para un mismo contenido de materias sólidas (40 %), incluso inferior, lo que permite una buena aplicación sobre las fibras minerales, principalmente cuando éste se efectúa por pulverización.

Estas composiciones presentan también un ángulo de control similar al de la Referencia que enota una buena aptitud para el remojo de las fibras por la composición adhesiva.

Ejemplos 22 A 24

- 30 Las composiciones de los Ejemplos 2, 4 y 10 así como la resina termofenólica (Referencia) se utilizan para formar productos de aislamiento a base de lana de vidrio.

- 35 Se fabrica lana de vidrio por la técnica de la centrifugación interna, en la que la composición de vidrio fundido es transformada en fibras por medio de un útil denominado plato de centrifugación, que comprende un cesto que forma una cámara de recepción de la composición fundida y una banda periférica perforada por una multitud de orificios: el plato es puesto en rotación alrededor de su eje de simetría dispuesto verticalmente, la composición es eyectada a través de los orificios bajo el efecto de la fuerza centrífuga y la material que se escapa de los orificios es estirada en fibras con la asistencia de una corriente de gas de estiramiento.

De manera clásica, una corona de pulverización de encolado está dispuesta debajo del plato de formación de fibras con el fin de repartir regularmente la composición adhesiva sobre la lana de vidrio que se acaba de formar.

- 40 La lana mineral así encolada es recogida sobre una cinta transportadora equipada de cajas de aspiración internas que retienen la lana mineral en forma de un fieltro o de una capa en la superficie de la cinta transportadora. El fieltro o la capa se corta, luego se coloca en una estufa mantenida a 220°C en la que los constituyentes del encolado se polimerizan para forman un aglutinante.

- 45 La Tabla 3 reúne los valores de la resistencia a la tracción antes y después del envejecimiento así como el espesor inicial y la recuperación del espesor después de 24 horas y 30 días de compresión.

Ejemplos 25 A 34

Estos Ejemplos ilustran la fabricación de productos aislantes en una línea industrial.

La lana mineral es producida en continuo en las condiciones de los Ejemplos 22 a 24, sobre una línea de 2,40 m de ancho. La lana mineral revestida de la composición adhesiva pasa a continuación en continuo a una estufa a 290°C.

- 50 El producto de aislamiento obtenido a la salida de la estufa presenta un espesor del orden de 82 mm, una densidad

ES 2 697 526 T3

igual a 17,5 kg/m³ y una pérdida al fuego igual a 5 %.

Las composiciones adhesivas utilizadas se preparan introduciendo los constituyentes de la Tabla 4 en un recipiente que contiene agua, bajo agitación.

5 Las propiedades de los productos de aislamiento son evaluadas comparativamente con la composición adhesiva de referencia (indicada con Ref.) escrita en los Ejemplos 1 a 6. Las medidas figuran en la Tabla 4.

Tabla 1

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ref.
Composición							
Melaza	30	40	50	60	70	80	-
Ácido cítrico	79	60	50	40	30	20	-
Hidrofosfito de sodio	5	5	5	5	5	5	-
Propiedades							
Temperatura de inicio de reticulación T _R (°C)	151	149	149	155	156	156	151
Velocidad de reticulación V (MPa/°C)	58	69	65	59	40	41	161
Viscosidad a 25°C (mPa.s) ⁽¹⁾	7,8	7,8	8,0	7,8	7,2	7,5	8,0
Viscosidad a 50°C (mPa.s) ⁽¹⁾	5,9	6,0	5,9	6,1	5,8	6,0	6,0
Ángulo de contacto (°) ⁽¹⁾	4	6	8	12	11	12	10

⁽¹⁾ Solución a 40 % de materias sólidas

Tabla 2

Ejemplo	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	Ref.
Composición																
Dextrina																
419699	40	30	40	50	60	70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Tackidex 30L75	-	-	-	-	-	-	80	70	60	-	-	-	-	-	-	-
Flolys	-	-	-	-	-	-	-	-	-	80	70	60	-	-	-	-
Jarabe de glucosa 74/968	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	80	70	60	-
Ácido cítrico	60	70	60	50	40	30	20	30	40	20	30	40	20	30	40	-
Hipofosfito de sodio	0	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	-
Propiedades																
Temp. inicio reticulación T _R (°C)	171	144	132	131	132	130	120	120	120	152	151	120	165	151	135	151
Viscos. reticulación V (MPa/°C)	105	62	63	67	72	76	27	45	57	42	48	46	67	42	32	161
Viscosidad a 25 °C (mPa.s) ⁽¹⁾	9,3	9,4	10,0	11,0	12,0	12,0	7,4	7,0	7,0	6,6	6,4	6,0	6,2	5,9	5,5	8,0
Viscosidad a 50°C (mPa.s) ⁽¹⁾	6,8	7,1	7,6	7,9	9,3	8,6	5,3	5,0	5,1	5,2	5,4	5,0	5,0	4,7	4,6	6,0
Ángulo de contacto (°) ⁽¹⁾	6,0	6,0	6,0	8,0	8,0	12,0	5,7	5,9	6,0	11,9	11,0	10,8	9,5	9,0	8,1	10,0

⁽¹⁾ Solución a 40 % de material sólidas

Tabla 3

	Ej. 22	Ej. 23	Ej. 24	Ref.
Composición adhesiva	Ej. 2	Ej. 4	Ej. 10	Ref.
Resistencia a la tracción				
Antes del envejecimiento	298	260	226	336
Después del envejecimiento	220	175	180	280
Pérdida (%)	26,2	32,7	20,3	16,7
Espesor (mm)				
Inicial	134	134	143	127
24 horas	89	90	94	102
30 días	81	80	91	98

Tabla 4

Ejemplo	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	Ref.
Composición adhesiva											
Jarabe de glucosa 74/968	49,0	49,0	49,0	64,0	34,3	34,3	55,0	-	-	-	-
Tackidex 20L75	-	-	-	-	-	-	55,0	55,0	-	-	-
Roclys C3072S (2)	-	-	-	-	-	-	-	-	62,0	39,2	-
Ácido cítrico	51,0	51,0	51,0	36,0	47,2	47,2	45,0	45,0	38,0	43,6	-
Hipofosfito de sodio	5,0	2,8	2,8	5,0	5,0	5,0	2,8	2,8	5,0	5,0	-
Glicerol	-	-	10	-	-	-	-	10,0	-	5,0	-
γ-aminopropiltriethoxisilano	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	-	1,0	-
Aceite mineral	9,5	9,5	9,5	-	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	-
Silicona	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-
Trietanolamina	-	-	-	-	18,5	18,5	-	-	-	-	-
pH	n. d.	n. d.	n. d.	1,60	2,80	2,80	n. d.	n. d.	1,49	2,75	4,92
Producto de aislamiento											
Resistencia a tracción (gf/g)											
Antes del envejecimiento	318	308	356	404	431	389	304	355	382	385	459
Después de envejecimiento	278	314	325	323	332	274	294	310	337	324	389
Pérdida (%)	13	-2	9	20	23	30	3	13	12	16	15
Espesor											
1 hora	81,1	78,8	77,0	80,8	79,8	79,6	83,8	81,1	80,8	81,6	78,3
24 horas	78,4	75,2	71,1	76,2	78,1	78,3	77,2	75,0	78,4	78,0	74,0
30 horas	78,4	74,1	71,1	75,0	76,9	77,4	75,2	73,1	68,8	77,3	72,2
90 horas	73,6	74,4	72,4	n. d.	n. d.	n. d.	78,7	75,3	n. d.	n. d.	73,8
Absorción de agua (kg/m³)	n. d.	0,44	0,77	2,56	1,65	0,62	7,31	7,01	n. d.	n. d.	0,97
Resistencia al fuego (Euroclase A1)	n. d.	oui	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	oui	n. d.	n. d.	n. d.	oui
λ (W/(h x °K))	n. d.	0,0336	0,0336	0,0332	n. d.	0,0344	0,0336	0,0337	0,0347	0,0345	0,0332
Formaldehído emitido (µg/m²/h)	n. d.	< 0,8	n. d.	n. d.	< 0,8	n. d.	< 0,8	n. d.	n. d.	n. d.	22-25

n. d. : no determinado

(2) dextrina procedente de almidón de maíz; masa molar media en peso: 3510; índice de polidispersidad IP: 5,2; equivalente en dextrosa DE : 30; comercializado por ROQUETTE FRERES

REIVINDICACIONES

- 1.- Composición adhesiva, caracterizada por que está constituida de:
- al menos un monosacárido y/o al menos un polisacárido que tiene una masa molar media en peso, determinada por cromatografía por permeación de gel, inferior a 10000,
- 5
- un ácido orgánico policarboxílico que es el ácido cítrico, el monosacárido y/o polisacárido que representa de 30 a 80 % del peso de la mezcla constituida por el monosacárido y/o el polisacárido y el ácido orgánico policarboxílico,
 - un catalizador seleccionado entre los ácidos y las bases de Lewis, los compuestos que contienen fósforo y los compuestos que contienen flúor y boro, representando el catalizador al menos 1 % y hasta 20 % del peso del monosacárido y/o del polisacárido y del ácido orgánico policarboxílico,
- 10
- agua y
- calculados sobre la base de 100 partes en peso de monosacárido y/o de polisacárido y de ácido orgánico policarboxílico,
- 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
- 15
- 0 a 20 partes de aceite,
 - 0 a 30 parte de urea y/o de glicerol,
 - 0 a 5 partes de una silicona,
 - 0 a 30 partes de un "extensor" seleccionado entre los derivados de la lignina, tal como el lignosulfonato de amonio (LSA) o el lignosulfonato de sodio, y las proteínas animales o vegetales.
- 20
- 2.- Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que el monosacárido está seleccionado entre los monosacáridos que contienen de 3 a 8 átomos de carbono.
- 3.- Composición según la reivindicación 2, caracterizada por que el monosacárido es una aldosa.
- 4.- Composición según la reivindicación 3, caracterizada por que la aldosa es una hexosa.
- 5.- Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que el monosacárido está constituido a lo sumo de 50
- 25
- % de fracciones de glucosa.
- 6.- Composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que comprende una mezcla de monosacárido(s) y/o polisacárido(s).
- 7.- Composición según la reivindicación 6, caracterizada por que la mezcla de monosacárido(s) y/o polisacárido(s) es una dextrina o una melaza.
- 30
- 8.- Composición según la reivindicación 7, caracterizada por que la dextrina presenta un equivalente en dextrosa superior o igual a 5.
- 9.- Composición según la reivindicación 7, caracterizada por que la melaza comprende de 40 a 60 % en peso de glúcidos.
- 10.- Producto aislante acústico y/o térmico a base de lana mineral, encolada con la ayuda de la composición adhesiva según una de las reivindicaciones 1 a 9.
- 35
- 11.- Velo de fibras minerales, encoladas con la ayuda de la composición adhesiva según una de las reivindicaciones 1 a 9.
- 12.- Procedimiento de fabricación de un producto aislante acústico y/o térmico a base de lana mineral según la reivindicación 10 o de un velo de fibras minerales según la reivindicación 11, según el cual se fabrica la lana mineral o las fibras minerales, se proyecta sobre dicha lana o dichas fibras una composición adhesiva y se trata dicha lana o dichas fibras a una temperatura que permite la reticulación del encolado y la formación de un aglutinante infusible, caracterizado por que la composición adhesiva es una composición adhesiva según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.
- 40