

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 698 371**

51 Int. Cl.:

**C09J 103/02** (2006.01)

**C08L 3/02** (2006.01)

**D04H 1/64** (2012.01)

**E04B 1/88** (2006.01)

**D04H 3/12** (2006.01)

**D04H 1/4218** (2012.01)

**D04H 3/004** (2012.01)

**C08L 83/00** (2006.01)

**C08K 5/092** (2006.01)

**C08L 83/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.06.2010 PCT/FR2010/051075**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.12.2010 WO10139899**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.06.2010 E 10734212 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.08.2018 EP 2438129**

54 Título: **Composición de encolado para lana mineral que comprende un sacárido, un ácido orgánico policarboxílico y una silicona reactiva, y productos aislantes obtenidos**

30 Prioridad:

**04.06.2009 FR 0902705**

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

**04.02.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**JAFFRENNOU, BORIS y  
RONCUZZI, CLAUDIO**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 698 371 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Composición de encolado para lana mineral que comprende un sacárido, un ácido orgánico policarboxílico y una silicona reactiva, y productos aislantes obtenidos

5 La presente invención se refiere al dominio de los productos de aislamiento, térmicos y/o acústicos, a base de lana mineral, especialmente de vidrio o de roca, y de un aglutinante orgánico sin formaldehído.

La invención concierne más particularmente a una composición de encolado capaz de ser reticulada, para formar dicho aglutinante orgánico, que contiene al menos un sacárido, al menos un ácido orgánico policarboxílico con una masa molar inferior a 1000, y al menos una silicona reactiva, el procedimiento de preparación de dicha composición de encolado, y los productos aislantes que resultan.

10 La fabricación de productos de aislamiento a base de lana mineral comprende generalmente una etapa de fabricación de la misma lana, que puede ponerse en práctica mediante diferentes procedimientos, por ejemplo conforme a la técnica conocida de formación de fibras por centrifugación interna o externa. La centrifugación consiste en introducir la materia mineral fundida (vidrio o roca) dentro de un dispositivo centrífugo que comprende una gran cantidad de pequeños orificios, proyectándose la materia hacia la pared circundante del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga, y saliendo en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y conducidos hacia un órgano receptor mediante una corriente gaseosa con una temperatura y una velocidad elevadas, para formar una capa de fibras (o lana mineral)

20 Para asegurar el ensamblado de las fibras entre ellas, y permitir que la capa tenga cohesión, se proyecta sobre las fibras, sobre el trayecto que va desde la salida del dispositivo centrífugo hacia el órgano receptor, una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible. La capa de fibras revestidas del encolado se somete a un tratamiento térmico, a una temperatura generalmente superior a 100°C, con el fin de llevar a cabo la policondensación de la resina, y obtener así un producto de aislamiento térmico y/o acústico con propiedades específicas, especialmente una estabilidad dimensional, una resistencia a la tracción, una recuperación de espesor después de compresión y un color homogéneo.

25 La composición de encolado para proyectar sobre la lana mineral se presenta generalmente en forma de una disolución acuosa que contiene la resina termoendurecible y aditivos tales como un catalizador de reticulación de la resina, un silano promotor de adherencia, un aceite mineral antipolvo, ... La composición de encolado se aplica la mayoría de las veces sobre las fibras mediante pulverización.

30 Las propiedades de la composición de encolado dependen en gran parte de las características de la resina. Desde el punto de vista de la aplicación, es necesario que la composición de encolado presente una buena aptitud para la pulverización y pueda depositarse en la superficie de las fibras para unir las eficazmente.

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

35 Sobre el plan reglamentario, es necesario que la resina sea considerada como no contaminante, es decir, que contenga – y que genere durante la etapa de encolado o posteriormente – lo menos posible de compuestos que puedan perjudicar la salud humana o el medio ambiente.

40 Las resinas termoendurecibles utilizadas de manera más habitual son resinas fenólicas que pertenecen a la familia de los resol. Además de su buena capacidad de reticulación en las condiciones térmicas citadas anteriormente, estas resinas son solubles en agua, poseen una buena afinidad por las fibras minerales, especialmente de vidrio, y son relativamente poco costosas.

45 Estos resol se obtienen por condensación de fenol y de formaldehído, en presencia de un catalizador básico, con una relación molar de formaldehído/fenol superior a 1, para favorecer la reacción entre el fenol y el formaldehído, y para reducir la cantidad de fenol residual en la resina. La reacción de condensación entre el fenol y el formaldehído se efectúa limitando el grado de condensación de los monómeros, para evitar la formación de cadenas largas, poco hidrosolubles, que reducen la solubilidad. En consecuencia, la resina contiene una cierta proporción de monómero que no ha reaccionado, el particular el formaldehído, cuya presencia no es deseada a causa de sus efectos nocivos mostrados.

50 Por esta razón, las resinas a base de resol son tratadas generalmente con 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 por su pequeño coste, pues se puede introducir en una cantidad relativamente grande sin afectar las cualidades de empleo de la resina, especialmente sin perjudicar las propiedades mecánicas del producto final, lo que reduce notablemente el coste total de la resina.

55 Se ha observado sin embargo que, en las condiciones de temperaturas a las que se somete la capa para obtener la reticulación de la resina, los condensados de urea-formaldehído no son estables, se descomponen volviendo a dar

formaldehído y urea, a su vez degradada al menos parcialmente en amoníaco, que se liberan en la atmósfera de la fábrica.

5 La reglamentación en materia de protección del medio ambiente, que se ha vuelto más restrictiva, obliga a los fabricantes de productos de aislamiento a buscar soluciones que permitan reducir más los niveles de emisiones indeseables, en particular de formaldehído.

Se conocen disoluciones de remplazo de los resol en las composiciones de encolado, y se basan en el empleo de un polímero de ácido carboxílico, especialmente de ácido acrílico.

En el documento de patente US 5,340,868, el encolado comprende un polímero policarboxílico, una  $\beta$ -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 que es un catalizador que contiene fósforo (documentos de patente US 5,318,990, US 5,661,213, US 6,331,350, US 2003/0008978), un fluoroborato (documento de patente US 5,977,232) o bien una cianamida, una dicianamida o una cianoguanidina (documento de patente US 5,932,689).

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

En el documento de patente US 2002/0091185, el polímero policarboxílico y el polioliol se utilizan en cantidades tales que la relación entre el número de equivalentes de grupos OH y el número de equivalentes de grupos COOH varía de 0,6/1 a 0,8/1.

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

En el documento de patente US 2004/0002567, la composición de encolado contiene un polímero policarboxílico, un polioliol y un agente de acoplamiento de tipo silano.

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

El documento de patente 2008/089851 describe un producto de aislamiento que contiene una composición de encolado sin formaldehído que contiene un ácido policarboxílico, un azúcar y una fuente de nitrógeno, por ejemplo amoníaco. El encolado no contiene ningún agente hidrófugo de tipo de silicona.

30 El documento de patente 2006/111480 divulga una composición de encolado para fibras minerales que contiene (a) el producto de reacción de una alcanolamina y de un anhídrido carboxílico, tratado eventualmente con una base, y (b) un azúcar. El encolado no contiene ninguna silicona.

El documento de patente WO 2006/103377 describe una lana mineral susceptible de disolverse en un medio fisiológico que contiene al menos un compuesto de fósforo. La lana mineral puede contener además una silicona como agente hidrófugo, especialmente un polidimetilsiloxano.

35 Además, se conoce una composición adhesiva a base de polisacáridos termorreticulables, que puede utilizarse como encolado para la lana mineral (documento de patente US 5,895,804). La composición comprende un polímero policarboxílico con al menos dos grupos funcionales de ácido carboxílico y un peso molecular al menos de 1000, y un polisacárido con un peso molecular al menos de 10000.

40 Los productos de aislamiento a base de lana mineral unida mediante un encolado deben además satisfacer las normas que exigen especialmente una buena resistencia al envejecimiento, en particular en medio húmedo. Es por tanto importante que la capacidad de los productos de aislamiento para absorber agua sea lo más baja posible.

La presente invención tiene como objetivo proponer una composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral, que no tenga formaldehído y que confiera a los productos aislantes una capacidad más baja para absorber agua.

45 Para alcanzar ese objetivo, la presente invención propone una composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral, especialmente de vidrio o de roca, tal como la descrita en la reivindicación 1.

El sacárido puede ser un monosacárido, un polisacárido o una mezcla de estos compuestos.

50 El monosacárido se elige entre los monosacáridos que contienen de 3 a 8 átomos de carbono, preferiblemente las aldosas y ventajosamente 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), especialmente las hexosas tales como la glucosa, la manosa y la galactosa.

El polisacárido conforme a la invención se elige entre los polisacáridos con una masa molar promedio en peso inferior a 100000, preferiblemente inferior a 50000, ventajosamente inferior a 10000, y aún mejor superior a 180.

De manera ventajosa, el polisacárido presenta un índice de polidispersidad (IP), definido como la relación entre la masa molar promedio en peso y la masa molar promedio en número, que es inferior o igual a 10.

- 5 Preferiblemente, el polisacárido contiene al menos un motivo elegido entre las aldosas citadas anteriormente, ventajosamente la glucosa. Son particularmente preferidos los polisacáridos que están constituidos mayoritariamente (con más de 50% en peso) de motivos de glucosa.

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

- 10 Las dextrinas son compuestos que responden a la fórmula general  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , obtenidas por hidrólisis parcial del 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 amilosa y de amilopectina que constituyen dicho almidón, en productos de masa molar más baja. Las dextrinas pueden obtenerse también tratando el almidón por vía enzimática con una o varias amilasas, especialmente microbianas, capaces de hidrolizar los enlaces del 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.
- 15

- Las dextrinas conforme a la invención pueden obtenerse a partir de almidón o de derivados de almidón de origen vegetal variado, por ejemplo que provienen de tubérculos tales como la patata, la yuca, la maranta y el boniato, que provienen de granos tales como el trigo, el maíz, el centeno, el arroz, la cebada, el mijo, la avena y el sorgo, que provienen de frutos tales como las castañas, y la avellana, o que provienen de leguminosas tales como el guisante y la judía.
- 20

Se prefieren en particular las dextrinas con un equivalente en dextrosa DE ("Dextrose Equivalent" en inglés) superior o igual a 5, preferiblemente superior o igual a 10, ventajosamente superior o igual a 15, y todavía mejor inferior a 100.

- 25 De manera convencional, el equivalente en dextrosa DE se define mediante la relación siguiente:

$$DE = 100 \times (\text{número de enlaces glucosídicos rotos/número de enlaces glucosídicos en el almidón inicial})$$

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

- 30 Las melazas conformes a la invención contienen preferiblemente de 45 a 50% en peso de carbohidratos totales, expresados como sacarosa.

Las melazas de remolacha son particularmente preferidas.

- 35 Por "ácido orgánico policarboxílico", se entiende un ácido orgánico que comprende al menos dos funciones carboxílicas, preferiblemente como máximo 4, y ventajosamente al menos 3 funciones carboxílicas, tal como se define en la lista que se indica más adelante.

El ácido orgánico policarboxílico juega el papel de agente de reticulación, es capaz de reaccionar con el sacárido bajo el efecto del calor, para formar enlaces de éster que conducen a la obtención de una red polimérica en el aglutinante final. Dicha red polimérica permite establecer enlaces a nivel de los puntos de unión de las fibras en la lana mineral.

- 40 El ácido orgánico carboxílico es un ácido dicarboxílico elegido dentro del grupo constituido por ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido málico, ácido tartárico, ácido tartrónico, ácido aspártico, ácido glutámico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido traumático, ácido alcanfórico, ácido ftálico y sus derivados, especialmente que contiene al menos un átomo de boro o de cloro, el ácido tetrahidrofáltico y sus derivados, especialmente que contiene al menos un átomo de cloro, tal como el ácido cloréndico, el ácido isoftálico, el ácido tereftálico, el ácido mesacónico y el ácido citracónico, o un anhídrido elegido dentro del grupo constituido por el anhídrido maleico, el anhídrido succínico y el anhídrido ftálico, un ácido tricarboxílico elegido dentro del grupo constituido por el ácido cítrico, el ácido tricarbálico, el ácido 1,2,4-butanotricarboxílico, el ácido aconítico, el ácido hemimelítico, el ácido trimelítico y el ácido trimésico, o un ácido tetracarboxílico elegido dentro del grupo constituido por el ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico y el ácido piromelítico.
- 45

- 50 En la composición de encolado, el sacárido representa de 30 a 80% en peso de la mezcla constituida por el sacárido y el ácido orgánico policarboxílico.

Por "silicona reactiva", se entiende un poliorganosiloxano que contiene al menos una función de hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinílico, capaz de reaccionar con uno de al menos de los constituyentes de la composición de encolado.

5 La silicona reactiva es líquida a temperatura ambiente, pertenece a la categoría de siliconas denominadas "silicone fluide" en inglés. Su masa molar media es generalmente inferior o igual a 50000, preferiblemente inferior o igual a 10000.

10 La silicona reactiva está constituida de una cadena principal compuesta de restos de organosiloxano, especialmente de alquilsiloxano, preferiblemente de dimetilsiloxano, y eventualmente de restos de fenilsiloxano, especialmente de metilfenilsiloxano, en una proporción que no exceda preferiblemente 20%, especialmente no más de 10% en peso, de motivos de fenilsiloxano con relación al peso de la silicona. Dicha cadena principal lleva al menos una función reactiva de hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinílico en posición terminal (sobre una de las extremidades libres de la cadena) o sobre un grupo pendiente (o injerto). Preferiblemente, la silicona reactiva comprende al menos dos funciones terminales, ventajosamente funciones de hidroxilo.

15 La función reactiva de hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinílico de la silicona reactiva puede ser bloqueada por un grupo protector que libera dicha función reactiva bajo el efecto del calor. El bloqueo de las funciones reactivas garantiza que la silicona reactiva no reaccione antes del tratamiento térmico de reticulación del encolado en la estufa. Como ejemplos de tales bloqueos protectores, se puede considerar que los grupos hidroxilo estén al menos en parte en forma de éter, o bloqueados por grupos protectores especialmente de acilo o carbonato.

20 La proporción de silicona reactiva en la composición de encolado varía de 0,1 a 5 partes en peso por 100 partes en peso de sacárido y de ácido orgánico policarboxílico, preferiblemente de 0,3 a 3 partes, ventajosamente de 0,5 a 2 partes y aún mejor de 0,7 a 1,8 partes.

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

25 El catalizador puede elegirse entre las bases y los ácidos de Lewis, tales como la arcilla, 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 con base de silicatos.

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

30 El catalizador puede ser aún un compuesto que contiene flúor y boro, por ejemplo el ácido tetrafluorobórico o una sal de este ácido, especialmente 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.

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

35 La cantidad de catalizador introducido en la composición de encolado puede representar hasta 20% en peso del sacárido y del ácido orgánico policarboxílico, preferiblemente hasta 10%, y ventajosamente es al menos igual a 1%.

La composición de encolado conforme a la invención puede comprender además los aditivos convencionales siguientes, en las proporciones siguientes calculadas sobre la base de 100 partes en peso de sacárido y de ácido orgánico policarboxílico:

- 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
- 40 - 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente de 4 a 15 partes,
- 0 a 30 partes de urea y /o de glicerol, preferiblemente de 0 a 20 partes,
- 0 a 30 partes de un "agente de extensión" elegido entre los derivados de la lignina tal como el lignosulfonato de amonio (LSA) o del lignosulfonato de sodio, y las proteínas animales o vegetales.

45 El papel de los aditivos es conocido y recordado brevemente: el silano es un agente de acoplamiento entre las fibras y el aglutinante, y juega igualmente el papel de agente antienviejecimiento; los aceites son agentes antipolvo e hidrófobos; la urea y el glicerol juegan el papel de plastificantes y permiten evitar la pregelificación de la composición de encolado; el "agente de extensión" es una carga orgánica soluble o dispersable en la composición de encolado acuosa que permite especialmente reducir el coste de la composición de encolado.

50 Una silicona no reactiva puede eventualmente estar presente conjuntamente con la silicona reactiva, especialmente por razones de formulación o para aportar un complemento hidrófobo; su presencia es preferiblemente limitada a menos de 2 partes, mejor a menos de 1 parte, especialmente menos de 0,5 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de sacárido y de ácido orgánico policarboxílico.

5 La composición de encolado presenta un pH ácido, del orden de 1 a 5 conforme al ácido orgánico policarboxílico utilizado, preferiblemente superior o igual a 1,5. Ventajosamente, el pH se mantiene a un valor al menos igual a 2, de manera que limite los problemas de inestabilidad de la composición de encolado y de corrosión de la línea de fabricación, gracias a la adición de un compuesto aminado que no es capaz de reaccionar con el sacárido, por ejemplo una amina terciaria, especialmente la trietanolamina. La cantidad de compuesto aminado puede representar hasta 30 partes en peso del peso total de sacárido y de ácido orgánico policarboxílico.

La composición de encolado se destina a aplicarse sobre fibras minerales, especialmente fibras de vidrio o de roca.

10 De manera clásica, la composición de encolado se proyecta sobre las fibras minerales a la salida del dispositivo centrífugo y antes de su recogida sobre el órgano receptor en forma de una capa de fibras, que se trata luego a una temperatura que permite la reticulación del encolado y la formación de un aglutinante infusible. La reticulación del encolado según la invención se hace a una temperatura comparable a la de una resina formofenólica clásica, a una temperatura superior o igual a 110°C, preferiblemente superior o igual a 130°, y ventajosamente superior o igual a 140°C.

15 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 en forma de un colchón o un fieltro de lana mineral, de vidrio o de roca, o aún de un velo de fibras minerales, igualmente de vidrio o de roca, destinado especialmente a formar un revestimiento de superficie de dicho colchón o de dicho fieltro.

Los ejemplos que siguen permiten ilustrar la invención sin no obstante limitarla.

20 En estos ejemplos, se mide:

- el espesor del producto de aislamiento después de la fabricación y después de una duración variable bajo compresión con un índice de compresión (definido como la relación entre el espesor nominal y en espesor bajo compresión) de 6/1 (ejemplos de 1 a 3) o como se indica en la tabla 2 (ejemplos de 4 a 8). Las medidas de espesor permiten evaluar el buen comportamiento dimensional del producto.

25 - la resistencia a la tracción conforme a la norma ASTM C 686-71T sobre una muestra cortada por troquelado en el producto aislante. La muestra tiene la forma de un toro de 122 mm de longitud, 46 mm de anchura, un radio de curvatura del corte del borde exterior igual a 38 mm y un radio de curvatura del corte del borde interior igual a 12,5 mm.

30 La muestra se dispone entre dos mandriles cilíndricos de una máquina de ensayos, donde uno es móvil y se desplaza a velocidad constante. Se mide la fuerza de ruptura F (en gramos-fuerza) de la muestra, y se calcula la resistencia a la tracción RT, definida por la relación entre la fuerza de ruptura F y 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 con 100% de humedad relativa, durante 15 minutos (RT-15).

35 - la absorción de agua en las condiciones de la norma EN 1609, expresada en kg de agua absorbida por m<sup>2</sup> de producto aislante. Los productos de aislamiento que presentan una absorción de agua inferior a 1 kg/m<sup>2</sup> se consideran como que tienen una baja absorción de agua a corto plazo (24 horas); pertenecen a la clase "WS" conforme a la certificación ACERMI.

### Ejemplos 1 a 3

40 Se preparan composiciones de encolado que comprenden los constituyentes que figuran en la tabla 1, expresándose las proporciones en partes ponderales.

Las composiciones de encolado se preparan introduciendo sucesivamente, en un recipiente que contiene agua, el sacárido, y luego los otros constituyentes con una agitación vigorosa, hasta la completa disolución de los constituyentes.

45 Se prepara también una composición de encolado clásica que contiene una resina formofenólica y urea (referencia) conforme al ejemplo 2, ensayo 1 del documento de patente WO 01/96254-1.

Las composiciones de encolado se utilizan para formar productos de aislamiento a base de lana de vidrio.

50 Se fabrica lana de vidrio en continuo sobre una línea de producción de 2,4 m de ancho. La lana de vidrio se forma mediante la técnica de la centrifugación interna, en la que la composición de vidrio fundido se transforma en fibras por medio de un útil denominado plato de centrifugación, que comprende una cesta que forma una cámara de recepción de la composición fundida, y una banda periférica perforada de una gran cantidad de orificios: el plato se pone en rotación alrededor de su eje de simetría dispuesto verticalmente, la composición se eyecta a través de los orificios

bajo el efecto de la fuerza centrífuga, y la materia que sale de los orificios se estira en forma de fibras con la ayuda de una corriente de gas de estirado.

De manera clásica, una corona de pulverización de encolado se dispone por debajo del plato de formación de fibras, para que se reparta regularmente la composición de encolado sobre la lana de vidrio que se acaba de formar.

5 La lana mineral encolada de esta manera se recoge sobre un transportador de cinta, equipado de cajones de aspiración internos que retienen la lana mineral en forma de un fieltro o una capa en la superficie del transportador. El fieltro o la capa se corta, y luego se coloca en una estufa mantenida a 290°C (260°C para el producto de referencia), donde los constituyentes del encolado polimerizan para formar un aglutinante.

10 El producto de aislamiento obtenido a la salida de la estufa presenta un espesor del orden de 82 mm, una densidad de 17,5 kg/m<sup>3</sup> y una pérdida por calcinación de 5%.

Las propiedades de los productos de aislamiento se dan en la tabla 1 siguiente.

Tabla 1

Ejemplo	1	2	3	Ref.
<b>Composición de encolado</b>				
Sacárido <sup>(1)</sup>	62,0	62,0	62,0	-
Ácido cítrico	38,0	38,0	38,0	-
Hipofosfito sódico	5,0	5,0	5,0	-
γ-aminopropiltrióxido de silano	1,0	1,0	1,0	-
Aceite mineral	8,0	8,0	8,0	.
Silicona reactiva <sup>(2)</sup>	1,5	-	-	-
Silicona reactiva <sup>(3)</sup>	-	1,5	2,0	-
<b>Producto de aislamiento</b>				
<b>Espesor (mm)</b>				
1 hora	78,1	78,0	79,2	78,3
24 horas	76,8	77,0	77,0	74,0
30 días	72,9	n.d.	n.d.	72,2
90 días	73,1	n.d.	n.d.	73,8
<b>Absorción de agua (kg/m<sup>2</sup>)</b>	0,66	1,00	0,10	0,97

n.d.: no determinado

15 <sup>(1)</sup>dextrina que proviene de almidón de maíz; masa molar promedio en peso: 3510; equivalente en dextrosa DE: 30; comercializada con la referencia Roclys® C3072S por la compañía Roquette Frères

<sup>(2)</sup>Polidimetilsiloxano con funciones reactivas de hidroxilo terminal; comercializado con la referencia Dow Corning® 1581 por la compañía Dow Corning

<sup>(3)</sup>Polidimetilsiloxano reactivo; comercializado con la referencia SILRES® BS 10421581 por la compañía WACKER SILICONES

20 Se observa que los productos aislantes según la invención presentan especialmente una baja absorción de agua, comparable a la del producto obtenido con la composición de encolado formofenólica de referencia para el ejemplo 2, y reducida 32% y 90% para los ejemplos 1 y 3, respectivamente.

#### Ejemplos 4 a 8

25 Se preparan composiciones de encolado en las condiciones de los ejemplos 1 a 3 a partir de los constituyentes que figuran en la tabla 2, en las proporciones indicadas expresadas en partes ponderales.

## ES 2 698 371 T3

Estas composiciones se utilizan para fabricar productos de aislamiento a base de lana mineral, en las condiciones descritas en los ejemplos 1 a 3. Los productos obtenidos tienen un espesor nominal variable (60, 100 o 160 mm), y una densidad de 19 kg/m<sup>3</sup>.

Las propiedades de los productos de aislamiento se dan en la tabla 2.

- 5 Los productos conforme a la invención que contienen una silicona reactiva, presentan una absorción de agua al menos igual a 0,6 kg/m<sup>2</sup>.

Los productos de los ejemplos 4 y 5 poseen una capacidad para absorber agua más baja que los productos de los ejemplos comparativos 1 y 2, que contienen una silicona no reactiva.

Tabla 2

Ejemplo	4	Comparativo 1	Ref.	5	Comparativo 2	6	7	8
<b>Composición de encolado</b>								
Sacárido <sup>(1)</sup>	62,0	62,0	-	62,0	62,0	62,0	62,0	62,0
Ácido cítrico	38,8	38,8	-	38,8	38,8	38,8	38,8	38,8
Hipofosfito sódico	5,0	5,0	-	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
γ-aminopropiltrióxidosilano	1,0	1,0	-	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Aceite mineral	8,0	8,0	.	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0
Silicona reactiva <sup>(2)</sup>	1,5	-	-	1,5	1,0	1,0	1,5	1,5
Silicona reactiva <sup>(4)</sup>	-	1,0	-	-	-	-	-	-
<b>Producto de aislamiento</b>								
<b>Espesor (mm)</b>								
<b>Nominal</b>	60	60	60	160	160	100	100	120
<b>Medido</b>								
Inicial (enrollado-desenrollado)	71,6	64,2	66,3	176,9	175,7	108,1	120,6	133,8
15 días	69,3	63,2	66,6	170,2	171,7	107,1	115,3	121,7
30 días	70,0	61,4	65,8	162,3	165,9	108,0	111,1	116,5
60 días	67,5	62,6	63,9	157,9	167,9	n.d.	112,6	116,1
Índice de compresión	2,0	2,5	2,5	2,9	2,4	2,5	2,5	2,6
<b>Resistencia a la tracción (gf/g)</b>								
Antes del envejecimiento	407	351	407	413	413	361	351	303
Después del envejecimiento	376	302	376	384	384	306	302	253
Pérdida (%)	8	14	8	7	7	15	14	17
<b>Absorción de agua (kg/m<sup>2</sup>)</b>	0,28	4,30	0,10	0,30	1,20	0,60	0,28	0,16

10 n.d.: no determinado

<sup>(1)</sup>dextrina que proviene de almidón de maíz; masa molar promedio en peso: 3510; equivalente en dextrosa DE: 30; comercializada con la referencia Roclys® C3072S por la compañía Roquette Frères

<sup>(2)</sup>Polidimetilsiloxanoon funciones reactivas de hidroxilo; comercializado con la referencia Dow Corning® 1581 por la compañía Dow Corning

15 <sup>(4)</sup>Polidimetilsiloxano; comercializado con la referencia Dow Corning® 346 por la compañía Dow Corning

## REIVINDICACIONES

1. Composición de encolado para productos aislantes a base de lana mineral, especialmente de roca o de vidrio, caracterizada porque comprende
- al menos un sacárido,
  - 5 - al menos un ácido orgánico policarboxílico elegido dentro del grupo constituido por ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido málico, ácido tartárico, ácido tartrónico, ácido aspártico, ácido glutámico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido traumático, ácido alcanfórico, ácido ftálico y sus derivados, el ácido tetrahidrofáltico y sus derivados, el ácido isoftálico, el ácido tereftálico, el ácido mesacónico, el ácido citracónico, el anhídrido maleico, el anhídrido succínico, el anhídrido ftálico, el ácido cítrico, el ácido tricarbálico, el ácido 1,2,4-butanotricarboxílico, el ácido aconítico, el ácido hemimelítico, el ácido trimelítico, el ácido trimésico, el ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico y el ácido piromelítico, y
  - 10 - al menos una silicona reactiva,
- representando dicho sacárido de 30 a 80% en peso de la mezcla constituida por el sacárido y el ácido orgánico policarboxílico.
- 15
2. Composición conforme a la reivindicación 1, caracterizada porque el sacárido es un monosacárido, un polisacárido o una mezcla de estos compuestos.
3. Composición conforme a la reivindicación 2, caracterizada porque el monosacárido se elige entre los monosacáridos que contienen de 3 a 8 átomos de carbono, preferiblemente de 5 a 7.
- 20
4. Composición conforme a la reivindicación 3, caracterizada porque el monosacárido es una aldosa.
5. Composición conforme a la reivindicación 4, caracterizada porque la aldosa es una hexosa tal como la glucosa, la manosa y la galactosa.
6. Composición conforme a la reivindicación 2, caracterizada porque el polisacárido presenta una masa molar promedio en peso inferior a 1000000, preferiblemente inferior a 50000, ventajosamente inferior a 10000, y aún mejor superior a 180.
- 25
7. Composición conforme a la reivindicación 6, caracterizada porque el polisacárido está constituido con más de 50% de motivos de glucosa.
8. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque comprende una mezcla de monosacárido(s) y/o de polisacárido(s), elegida entre las dextrinas y las melazas.
- 30
9. Composición conforme a la reivindicación 8, caracterizada porque la dextrina presenta un equivalente en dextrosa superior o igual a 5, preferiblemente superior o igual a 10, ventajosamente superior o igual a 15, y aún mejor inferior a 100.
10. Composición conforme a la reivindicación 8, caracterizada porque la melaza comprende de 40 a 60% en peso de glúcidos, preferiblemente de 45 a 50%.
- 35
11. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizada porque el ácido orgánico policarboxílico comprende como mucho 3 funciones carboxílicas.
12. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizada porque la silicona reactiva presenta una masa molar inferior o igual a 50000, preferiblemente inferior o igual a 10000.
- 40
13. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizada porque la silicona reactiva está constituida por una cadena principal compuesta de restos de organosiloxano, especialmente de alquilsiloxano, preferiblemente de dimetilsiloxano, y eventualmente de restos de fenilsiloxano, especialmente de metilfenilsiloxano.
14. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizada porque la silicona reactiva lleva al menos una función reactiva de hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinílica en posición terminal o sobre un grupo pendiente, preferiblemente al menos dos funciones terminales.
- 45
15. Composición conforme a la reivindicación 14, caracterizada porque las al menos dos funciones terminales son funciones de hidroxilo.
16. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizada porque la proporción de silicona reactiva varía de 0,1 a 5 partes en peso por 100 partes en peso de sacárido y de ácido orgánico policarboxílico, preferiblemente de 0,3 a 3 partes, ventajosamente de 0,5 a 2 partes, y aún mejor de 0,7 a 1,8 partes.

17. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizada porque comprende además un catalizador elegido entre los ácidos y las bases de Lewis, conteniendo los compuestos fósforo, y conteniendo los compuestos flúor y boro.
- 5 18. Composición conforme a la reivindicación 17, caracterizada porque el catalizador representa hasta 20% en peso del sacárido y el ácido orgánico policarboxílico, preferiblemente hasta 10% y ventajosamente al menos 1%.
19. Composición conforme a una de las reivindicaciones 1 a 18, caracterizada porque comprende además los aditivos mostrados a continuación en las proporciones siguientes, calculadas sobre la base de 100 partes en peso de sacárido y de ácido orgánico policarboxílico:
- 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
  - 10 - 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente de 4 a 15 partes,
  - 0 a 30 partes de urea y /o de glicerol, preferiblemente de 0 a 20 partes,
  - 0 a 30 partes de un "agente de extensión" elegido entre los derivados de la lignina tal como el lignosulfonato de amonio (LSA) o del lignosulfonato de sodio, y las proteínas animales o vegetales.
- 15 20. Producto aislante acústico y/o térmico a base de lana mineral, especialmente de vidrio o de roca, encolado con la ayuda de la composición de encolado conforme a una de las reivindicaciones 1 a 19.
21. Velo de fibras minerales, especialmente de vidrio o de roca, encoladas con la ayuda de la composición de encolado conforme a una de las reivindicaciones 1 a 19.
22. Procedimiento de fabricación de un producto aislante acústico y/o térmico a base de lana mineral conforme a la reivindicación 20, o de un velo de fibras minerales conforme a la reivindicación 21, según el cual se fabrica la lana mineral o las fibras minerales, se proyecta sobre dicha lana o dichas fibras una composición de encolado 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 porque la composición de encolado comprende
- al menos un sacárido,
  - 25 - al menos un ácido orgánico policarboxílico elegido dentro del grupo constituido por ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido málico, ácido tartárico, ácido tartrónico, ácido aspártico, ácido glutámico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido traumático, ácido alcanfórico, ácido ftálico y sus derivados, el ácido tetrahidrotálico y sus derivados, el ácido isoftálico, el ácido tereftálico, el ácido mesacónico, el ácido citracónico, el anhídrido maleico, el anhídrido succínico, el anhídrido ftálico, el ácido cítrico, el ácido tricarbálico, el ácido 1,2,4-butanotricarboxílico, el ácido aconítico, el ácido hemimelítico, el ácido trimelítico, el ácido trimésico, el ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico y el ácido piromelítico, y
  - 30 - al menos una silicona reactiva,
- representando dicho sacárido de 30 a 80% en peso de la mezcla constituida por el sacárido y el ácido orgánico policarboxílico.
- 35