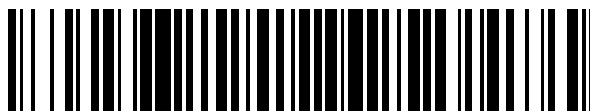


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 234**

51 Int. Cl.:

C03C 13/06 (2006.01)

C03C 25/34 (2006.01)

C03C 25/24 (2008.01)

C03C 25/26 (2008.01)

C09J 177/06 (2006.01)

C09J 179/04 (2006.01)

C09J 179/08 (2006.01)

D04H 1/4218 (2012.01)

D04H 1/4209 (2012.01)

D04H 1/488 (2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.10.2012** **PCT/FR2012/052374**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.04.2013** **WO13057432**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.10.2012** **E 12790596 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2019** **EP 2768781**

54 Título: **Composición de encolado con bajo contenido de formaldehído para lana mineral resistente al fuego y producto aislante obtenido**

30 Prioridad:
20.10.2011 FR 1159509

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.10.2019

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

72 Inventor/es:
KIEFER, LIONEL y
ROUSSELET, GUILLAUME

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

ES 2 729 234 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 con bajo contenido de formaldehído para lana mineral resistente al fuego y producto aislante obtenido

5 La presente invención se refiere al campo de los productos de aislamiento térmico y/o acústico capaces de resistir el fuego, basados en lana mineral, en particular de vidrio o roca, unidos por un aglutinante orgánico.

De forma más precisa, la invención se refiere a una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible y una resina de amina-ácido carboxílico como agente retardante del fuego.

La invención también tiene por objeto los productos de aislamiento basados en lana mineral pegados mediante dicha composición de encolado.

10 Los productos basados en fibra de vidrio o de roca se usan mucho, en particular aquellos cuyas fibras están en forma de lana mineral, que tienen propiedades de aislamiento térmico y/o acústico.

Estos productos de aislamiento se fabrican a partir de fibras minerales obtenidas por diferentes procedimientos, por ejemplo, según la técnica conocida de formación de fibras por centrifugación interna o externa. La técnica por centrifugación interna consiste en particular en introducir la materia fundida (en general vidrio o una roca) en un dispositivo centrífugo que comprende una multitud de pequeños orificios, proyectándose la materia hacia la pared periférica del dispositivo bajo la acción de la fuerza centrífuga y escapándose en forma de filamentos. A la salida del dispositivo centrífugo, los filamentos son estirados y arrastrados por una corriente gaseosa que tiene una temperatura y una velocidad elevadas, hacia un elemento receptor para formar una capa de fibras.

20 Para asegurar el ensamblado de las fibras entre ellas y permitir que la capa tenga cohesión, se proyecta sobre las fibras a la salida del dispositivo centrífugo una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible, lo más frecuente una resina fenólica que pertenece a la familia de los resoles. La capa de fibras revestidas de la composición de encolado se somete a un tratamiento térmico (a una temperatura en general superior a 100°C) con el fin de llevar a cabo la policondensación de la resina y obtener un producto de aislamiento térmico y/o acústico que tiene propiedades específicas, en particular estabilidad dimensional, resistencia a la tracción, recuperación del espesor después de compresión y un color homogéneo.

25 En el producto de aislamiento, las fibras minerales están unidas en sus puntos de contacto por la resina reticulada que forma un aglutinante infusible e insoluble en agua.

30 En ciertas aplicaciones donde el producto de aislamiento está expuesto a temperaturas elevadas (electrodomésticos, conductos de calefacción, ...) o debe cumplir normas estrictas (barcos, edificios públicos, en particular en relación con los techos), es imprescindible que este tenga además una buena resistencia al fuego. En otras palabras, es esencial que la propagación de la llama sea impedida o al menos retardada cuando la resina reticulada que une las fibras sea sometida a temperaturas importantes que provocan su combustión, es decir expuesta directamente a las llamas.

35 Para mejorar la resistencia al fuego de dichos productos aislantes, una solución consiste en añadir un agente retardante del fuego en la composición de encolado. Dicho agente puede ser un compuesto fosforado (véase el documento US 4 159 139), un compuesto halogenado, en particular clorado o bromado, un compuesto nitrogenado (véase el documento US 5 840 413), un hidróxido de metal (véanse los documentos US 6368991 y US 2007/0105467), una sal metálica de ácido carboxílico (véase el documento WO 2010/076533) o un compuesto que contiene boro (véanse los documentos US 4 176 105, US 2 990 307 y US 3 218 279).

40 Otra solución consiste en usar como resina termoendurecible una resina de fenol-formaldehído modificada por un compuesto nitrogenado tal como urea, diciandiamida o melamina. Cuando se eleva la temperatura, la resina modificada permite liberar nitrógeno que protege al producto de aislamiento confiriéndole una mejor resistencia al fuego.

45 En particular, se conoce el uso de una resina de fenol-formaldehído modificada por urea mezclada con o a) una mezcla de ácido bórico y un compuesto hidroxilado, y b) un compuesto nitrogenado, o c) un compuesto de ácido bórico-hidroxiamida (véase el documento US 4 480 068).

El documento WO 01/00699 A2 describe una composición de encolado para la fabricación de producto de aislamiento térmico, y dicha composición contiene una resina de fenol-formaldehído, una amina y una resina de ácido carboxílico.

50 Otra solución más consiste en sustituir una parte de la resina termoendurecible por una resina de aldehído-amina, en particular formaldehído-diciandiamida. Sin embargo, la estabilidad de dicha resina es pequeña y no supera las 2 a 3 semanas. Más allá de este periodo, la resina se vuelve turbia y tiene tendencia a precipitar, lo que la hace inadecuada para usar en un encolado pulverizable. La estabilidad de la resina de formaldehído-diciandiamida es tanto más pequeña cuanto mayor es su concentración.

La presente invención tiene por objeto proponer una composición de encolado adecuada para fabricar un producto de aislamiento térmico y/o acústico resistente al fuego, en la que dicha composición contiene una resina termoendurecible y una resina de amina-ácido carboxílico.

La composición de encolado de acuerdo con la invención presenta además las siguientes ventajas:

5 - la preparación de la resina de amina-ácido carboxílico no implica formaldehído al contrario que las composiciones conocidas en el estado de la técnica anterior. Por lo tanto, dicha resina responde a las exigencias normativas que imponen que el nivel de formaldehído sea tan pequeño como sea posible, y

10 - la resina de amina-ácido carboxílico es soluble en agua. Por esto, se puede incluir una cantidad importante de esta resina en la composición de encolado y por consiguiente aumentar la resistencia al fuego del producto de aislamiento final.

15 La resina termoendurecible es una resina adecuada para reticular bajo la acción del calor, en particular una resina fenólica, una resina de urea-formaldehído, una resina de poli(ácido (met)acrílico), por ejemplo que contiene un homopolímero de ácido (met)acrílico o un copolímero de ácido (met)acrílico-acrilato de hidroxietilo, una resina de poliuretano, una resina epoxídica, una resina alquídica o una resina basada en azúcar y otro(s) compuesto(s), por ejemplo, ácido(s) orgánico(s) policarboxílico(s) (documento WO 2009/080938) o en sus sales (documentos WO 2007/014236 y WO 2008/127936), en sal inorgánica de una fuente de nitrógeno (documento WO 2009/019232), en sal metálica de ácido inorgánico (documento FR 2 951 189) y en un agente de reticulación polifuncional (documento WO 2010/029266).

20 Preferiblemente, la resina es una resina fenólica, ventajosamente que pertenece a la familia de los resoles. Los resoles se obtienen por condensación de un fenol, en particular el fenol, y un aldehído, en particular el formaldehído, en presencia de un catalizador básico, en una relación molar de aldehído/fenol superior a 1 de manera que se favorezca la reacción entre el fenol y el aldehído y se disminuya el nivel de fenol residual en la resina.

25 La resina fenólica puede ser una resina de fenol-formaldehído modificada por urea, pudiéndose añadir la urea en el transcurso de la síntesis (en la mezcla de reacción que contiene el fenol y el formaldehído) o después de que se haya formado la resina, es decir, durante la fase de enfriamiento de la resina o en la resina final (a temperatura ambiente).

30 Ventajosamente, la resina fenólica contiene una pequeña proporción de aldehído libre, en particular de formaldehído, por ejemplo, como máximo igual a 0,1%. Dicha resina se obtiene, por ejemplo, por reacción de fenol, formaldehído y una amina (documentos WO 2008/043960 y WO 2008/043961) o por reacción de fenol, formaldehído y glicina.

La resina de amina-ácido carboxílico de acuerdo con la invención se obtiene por un procedimiento que tiene lugar según un ciclo de temperatura en tres etapas.

En la primera etapa, se mezcla la amina y el ácido carboxílico, y se lleva la mezcla a una temperatura que varía de 30 a 60°C, preferiblemente de 40 a 50°C y ventajosamente igual a 45°C.

35 En la segunda etapa, se lleva la mezcla de reacción a una temperatura que varía de 60 a 90°C durante un periodo de aproximadamente 30 minutos y se mantiene esta temperatura durante 120 a 240 minutos.

En la tercera etapa, la mezcla de reacción se enfría progresivamente a una temperatura que varía de 20 a 25°C.

Los reactivos se usan en proporciones tales que la relación molar de amina/ácido carboxílico varía de 0,5 a 3, preferiblemente de 1,0 a 2,0.

40 La amina se selecciona entre la diciandiamida, melamina, guanidina y aminoguanidina. Se prefiere la diciandiamida.

El ácido carboxílico es un ácido orgánico que contiene preferiblemente al menos dos grupos funcionales carboxílicos, ventajosamente como máximo 300, mejor todavía como máximo 70 y todavía más ventajosamente como máximo 15 grupos funcionales carboxílicos.

El ácido carboxílico se presenta en forma de un monómero o un polímero o un precursor de ácido carboxílico.

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

50 A modo de ejemplos de ácidos carboxílicos no poliméricos se pueden citar los ácidos monocarboxílicos tales como el ácido acético, ácidos dicarboxílicos tales como 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 maléico, ácido traumático, ácido canfórico, ácido ftálico o los precursores de estos ácidos tales como anhídridos, ácido tetrahidroftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido mesacónico y ácido citracónico; ácidos tricarboxílicos tales como el ácido cítrico,

ácido tricarbálico, ácido 1,2,4-butanotricarboxílico, ácido aconítico, ácido hemimelítico, ácido trimelítico y ácido trimésico; y ácidos tetracarboxílicos tales como el ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico y ácido piromelítico.

5 A modo de ejemplo de ácidos carboxílicos orgánicos poliméricos, se pueden citar los homopolímeros de ácido carboxílico insaturado tales como el ácido (met)acrílico, ácido crotónico, ácido isocrotónico, ácido maléico, ácido cinámico, ácido 2-metilmaleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido 2-metilitacónico, ácido α,β -metilenglutárico y los monoésteres de ácido dicarboxílico insaturados, tales como los maleatos y los fumaratos de alquilo C_1-C_{10} , y los copolímeros de al menos un ácido carboxílico insaturado citado antes y al menos un monómero vinílico.

10 Son preferidos los ácidos carboxílicos orgánicos no poliméricos. Ventajosamente, el ácido carboxílico orgánico es un ácido policarboxílico seleccionado entre el ácido succínico, ácido tartárico, ácido maleico (o anhídrido maleico), ácido cítrico y ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico, y preferiblemente ácido cítrico.

De forma ventajosa, la resina de amina-ácido carboxílico está modificada por un alcohol, lo que permite hacerla más soluble en agua.

La modificación por alcohol se lleva a cabo introduciendo alcohol durante la primera etapa del procedimiento citado antes, mezclado con la amina y el ácido carbólico, y antes de poner en marcha el ciclo de temperatura.

15 La relación molar de alcohol/amina varía de 0,1 a 1, y preferiblemente de 0,4 a 0,6.

20 El alcohol puede ser cualquier compuesto que contenga al menos un grupo funcional hidroxilo libre, por ejemplo etanol, propanol, butanol, etilenglicol, propilenglicol, polialquilenglicoles tales como polietilenglicol y polipropilenglicol, glicerol, sacáridos, preferiblemente oligosacáridos (como máximo 10 motivos de azúcar), tales como glucosa y sacarosa, y derivados hidrogenados de sacáridos citados antes, tales como el sorbitol. Preferiblemente, el alcohol contiene al menos dos grupos funcionales hidroxilo libres, ventajosamente al menos tres y todavía mejor al menos 100, preferiblemente al menos 10.

El alcohol de acuerdo con la invención puede estar constituido por un solo alcohol o una mezcla de alcoholes. Se prefiere la glucosa, sacarosa y mezclas de oligosacáridos, ventajosamente obtenidos por hidrólisis de almidón, y todavía mejor glucosa.

25 La resina preferida se obtiene por reacción de diciandiamida y ácido cítrico o de diciandiamida, ácido cítrico y oligosacárido(s).

La resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, presenta un contenido de materias sólidas (extracto seco) del orden de 50%. El pH de la resina varía en general de 3 a 6.

30 En la composición de encolado, la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se usa en una relación de 5 a 70 partes en peso (de materias sólidas) por 100 partes en peso (de materias sólidas) de resina termoendurecible y si procede de urea, preferiblemente como máximo 60 partes, ventajosamente al menos 10 partes y mejor todavía de 20 a 40 partes.

35 La composición de encolado preferida contiene una resina de fenol-formaldehído con un contenido bajo de formaldehído libre, opcionalmente modificada por urea, preferiblemente una resina obtenida por reacción de fenol, formaldehído o una amina o glicina, y una resina de diciandiamida-ácido cítrico o diciandiamida-ácido cítrico-oligosacáridos.

La composición de encolado de acuerdo con la invención puede comprender además los aditivos convencionales siguientes, en las siguientes proporciones calculadas basadas en 100 partes en peso de resina termoendurecible, si procede de urea, y de resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol:

- 40 - de 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
 - de 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente de 4 a 15 partes,
 - de 0 a 25 partes de un catalizador de reticulación, por ejemplo sulfato amónico o hiposulfito sódico, preferiblemente menos de 7 partes,
 - de 0 a 25 partes de un azúcar, preferiblemente glucosa o sacarosa,
 45 - de 0 a 20 partes de amoniaco (disolución al 20% en peso), preferiblemente menos de 12 partes,
 - de 0 a 20 partes de una silicona.

50 La función de los aditivos es conocida y se recuerda brevemente: el silano es un agente de acoplamiento entre las fibras y el aglutinante y tiene también la función de agente de antienviejecimiento; los aceites son agentes antipolvo e hidrófobos; el sulfato amónico o hiposulfito sódico sirve de catalizador de reticulación (en el horno caliente) después de pulverización de la composición de encolado sobre las fibras; el azúcar sirve de diluyente; el amoniaco en frío

tiene la función de retardante de policondensación; la silicona tiene la función de agente hidrófobo.

La lana mineral sobre la que se aplica la composición de encolado puede estar constituida por fibras de vidrio o de roca.

- 5 Las fibras de vidrio pueden estar constituidas de un vidrio de cualquier naturaleza, en particular un vidrio con contenido elevado de aluminio tal como se describe en el documento WO 00/17117, que comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones, expresadas en porcentajes en peso:

	SiO ₂	39-55%, preferiblemente 40-52%
	Al ₂ O ₃	16-27%, preferiblemente 16-25%
	CaO	3-35%, preferiblemente 10-25%
10	MgO	0-15%, preferiblemente 0-10%
	Na ₂ O	0-15%, preferiblemente 6-12%
	K ₂ O	0-15%, preferiblemente 3-12%
	R ₂ O (Na ₂ O + K ₂ O)	10-17%, preferiblemente 12-17%
	P ₂ O ₅	0-3%, preferiblemente 0-2%
15	Fe ₂ O ₃	0-15%,
	B ₂ O ₃	0-8%, preferiblemente 0-4%
	TiO ₂	0-3%,

estando comprendido el contenido de MgO entre 0 y 5% cuando el contenido de R₂O es inferior o igual a 13,0%.

- 20 Ventajosamente, el vidrio tiene la composición descrita en el documento WO 2005/033032 que comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones (% en peso):

	SiO ₂	39-44%, preferiblemente 40-43%
	Al ₂ O ₃	16-27%, preferiblemente 16-26%
	CaO	6-20%, preferiblemente 8-18%
	MgO	1-5%, preferiblemente 1-4,9%
25	Na ₂ O	0-15%, preferiblemente 2-12%
	K ₂ O	0-15%, preferiblemente 2-12%
	R ₂ O (Na ₂ O + K ₂ O)	10-14,7%, preferiblemente 10-13,5%
	P ₂ O ₅	0-3%, en particular 0-2%
	Fe ₂ O ₃	1,5-15%, en particular 3,2-8%
30	B ₂ O ₃	0-2%, preferiblemente 0-1%
	TiO ₂	0-2%, preferiblemente 0,4-1%.

La fabricación de productos de aislamiento basados en lana mineral es bien conocida: comprende una etapa de fabricación de la propia lana, una etapa de encolado de la lana mineral y una etapa de tratamiento térmico con el fin de unir la lana mineral.

- 35 La primera etapa de fabricación de la lana mineral se puede poner en práctica por diferentes procedimientos, por ejemplo, según la técnica conocida de formación de fibras por centrifugación interna o externa.

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

La centrífuga externa consiste en verter la materia fundida en la superficie periférica externa de elementos giratorios llamados rotores, de donde el fundido es expulsado por acción de la fuerza centrífuga. Están previstos también medios de estiramiento por corriente gaseosa y de recogida en un elemento receptor.

- 5 En la segunda etapa, se proyecta sobre las fibras, en el trayecto que va de la salida del dispositivo centrífugo hacia el elemento receptor, una composición de encolado que contiene una resina termoendurecible cuya función es asegurar el ensamblaje de las fibras entre ellas y permitir que la lana mineral tenga cohesión.

En la tercera etapa, las fibras revestidas del encolado reunidas en una capa se someten a un tratamiento térmico, a una temperatura generalmente superior a 100°C, con el fin de realizar la policondensación de la resina y obtener así una unión de las fibras por un aglutinante infusible e insoluble en agua.

- 10 A la salida del dispositivo de tratamiento térmico, el producto de aislamiento se recoge en forma de bobinas o paneles cortados en las dimensiones deseadas, y se embala.

La cantidad total de resina termoendurecible, opcionalmente de urea, y de resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, representa de 1 a 20% en peso (de materias sólidas) con respecto al peso total del producto de aislamiento, preferiblemente como máximo 15%.

- 15 Según una realización preferida, la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se incorpora en la composición de encolado antes de la aplicación sobre la lana mineral.

- 20 La incorporación de la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se puede hacer de forma extemporánea por una aplicación inmediata de la composición de encolado, o en la resina termoendurecible (o "premezcla") que después se conserva durante un tiempo variable a una temperatura del orden de 10 a 20°C antes de usar en la composición de encolado.

Según otra realización, la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se aplica por separado de la composición de encolado, por ejemplo mediante un anillo de pulverización separado del que permite la aplicación de la composición de encolado.

Los siguientes ejemplos permiten ilustrar la invención sin, no obstante, limitarla.

- 25 En estos ejemplos, se caracteriza la capacidad de ser diluido por la "capacidad de dilución" que se define como que es el volumen de agua desionizada que se puede añadir, a una temperatura dada, a una unidad de volumen de la disolución acuosa de resina antes de la aparición de una turbidez permanente. Se considera en general que una resina es adecuada para ser usada como encolado cuando su capacidad de dilución es igual o superior a 1000%, a 20°C. Una capacidad de dilución igual o superior a 2000%, a 20°C, se califica de "capacidad de dilución infinita".

- 30 Ejemplo 1

En un reactor se introducen 194 partes en peso de ácido cítrico al 99%, 126 partes en peso de diciandiamida al 99% y 321 partes en peso de agua. La relación molar de diciandiamida/ácido cítrico es igual a 1,5.

El medio de reacción se calienta a 45°C, después a 70°C en 30 minutos y se mantiene a esta temperatura durante 180 minutos, y finalmente se enfría a temperatura ambiente de 20 a 25°C en 30 minutos.

- 35 La resina de diciandiamida-ácido cítrico obtenida tiene un extracto seco igual a 50% y una capacidad de dilución en agua superior a 2000%.

La resina es estable (ningún precipitado) durante al menos 4 meses.

Ejemplo 2

- 40 Se procede en las condiciones del ejemplo 1 modificadas en cuanto que la cantidad de ácido cítrico y agua es igual a 144 partes y 270 partes, respectivamente. La relación molar de diciandiamida/ácido cítrico es igual a 2.

La resina de diciandiamida-ácido cítrico obtenida tiene un extracto seco igual a 50% y una capacidad de dilución en agua superior a 2000%.

La resina es estable (ningún precipitado) durante al menos 4 meses a una temperatura de 20 a 25°C.

Ejemplo 3

- 45 Se procede en las condiciones del ejemplo 1 modificadas en cuanto que la cantidad de ácido cítrico y agua es igual a 288 partes y 414 partes, respectivamente. La relación molar de diciandiamida/ácido cítrico es igual a 1.

La resina de diciandiamida-ácido cítrico obtenida tiene un extracto seco igual a 50% y una capacidad de dilución en agua superior a 2000%.

La resina es estable (ningún precipitado) durante al menos 4 meses.

Ejemplo 4

Se procede en las condiciones del ejemplo 2 modificadas en cuanto que la cantidad de agua es igual a 405 partes en peso y en que se añaden 135 partes en peso de glucosa en el reactor antes del tratamiento térmico.

- 5 La resina de dicianidamida-ácido cítrico modificada por glucosa así obtenida tiene un extracto seco igual a 50% y una capacidad de dilución en agua superior a 2000%.

La resina es estable (ningún precipitado) durante al menos 4 meses a una temperatura de 20 a 25°C.

Ejemplos 5 y 6

- 10 Se fabrica lana de vidrio con contenido elevado de aluminio por la técnica de la centrifugación interna en la que la composición de vidrio fundido se transforma en fibras mediante una herramienta llamada disco de centrifugación, que comprende una cesta que forma una cámara receptora de la composición fundida y una banda periférica perforada con una multitud de orificios: el disco se mueve girando alrededor de su eje de simetría dispuesto verticalmente, la composición es expulsada a través de los orificios por efecto de la fuerza centrífuga y la materia que escapa de los orificios se estira en fibras con la ayuda de una corriente de gas de estiramiento.

- 15 Convencionalmente, un anillo de pulverización de la composición de encolado se dispone debajo del disco de formación de fibras con el fin de distribuir uniformemente la composición de encolado sobre la lana de vidrio que se acaba de formar.

- 20 La lana mineral encolada de esta manera se recoge sobre una cinta transportadora equipada con recipientes de aspiración internos que mantienen la lana mineral en forma de un fieltro o una capa en la superficie del transportador. El transportador después circula en un horno que se mantiene a 250°C, donde los constituyentes del encolado polimerizan para formar un aglutinante.

La composición de encolado comprende los siguientes constituyentes en las siguientes proporciones (en partes en peso de materias secas):

	- resina termoendurecible	52,5
25	- urea	10,5
	- resina (agente retardante de fuego)	30,0
	- silano	0,5
	- sulfato de amonio	1,0
	- glucosa	7,0
30	- aceite mineral	7,0

Los productos de aislamiento presentan una densidad de 53 kg/m³ y un espesor de 17 mm.

La resina termoendurecible es un resol obtenido por reacción de fenol, formaldehído y glicina en las siguientes condiciones:

- 35 En un reactor de 2 litros con un refrigerante en la parte superior y equipado con un sistema de agitación, se introducen 318,5 g de fenol (pureza de 99%, 3,35 moles) 261,9 g de paraformaldehído (pureza de 96%, 9,37 moles) y 296,8 g de agua, y la mezcla se calienta a 45°C con agitación. La relación molar formaldehído/fenol es igual a 2,5.

Se añaden a intervalos regulares en 30 minutos 47,4 g de hidróxido sódico en disolución acuosa al 50% (es decir 7% en peso con respecto al fenol), después se eleva la temperatura gradualmente a 70°C en 30 minutos y se mantiene durante 120 minutos (tasa de conversión del fenol al menos igual a 93%).

- 40 Después, la temperatura se reduce a 60°C en 30 minutos y simultáneamente se introducen 75 g de glicina (pureza de 98%, 0,98 mol) en la mezcla de reacción, a intervalos regulares. La temperatura se mantiene a 60°C durante 90 minutos y después la mezcla se enfría a aproximadamente 20°C en 40 minutos. La resina líquida obtenida es transparente, tiene un extracto seco igual a 55%, un pH igual a 7,4 y una capacidad de dilución en agua, a 20°C, superior a 2000%. La resina presenta un nivel de formaldehído libre inferior a 0,1% y un nivel de fenol libre igual a 0,25%, estando expresados los niveles en peso total de líquido. La resina es estable durante al menos 6 semanas a 20°C.

- 45 La resina usada como agente retardante del fuego es la resina de dicianidamida-ácido cítrico del ejemplo 2 (ejemplo 5). A modo de comparación, se ha usado también una composición de encolado que no contiene resina como

agente ignífugo (ejemplo comparativo 6).

5 Los productos de aislamiento según los ejemplos 5 y 6 presentan una pérdida en el fuego igual a 9,7 y 10,5%, respectivamente % (la pérdida en el fuego corresponde a la proporción en peso de materias orgánicas respecto al producto, que se determina por pesada diferencial del producto antes/después del tratamiento térmico de descomposición de las materias orgánicas).

Los productos de aislamiento se someten a la prueba de combustión lenta ("glowing" en inglés) según la norma DIN 4102-15 (1990). Se mide la longitud residual en el interior del producto, que permanece intacta después de someterse a la prueba. El producto cumple la norma si la longitud residual es al menos igual a 35 cm.

	Ej. 5	Ej. 6 (comp.)
Longitud residual (cm)	42	10

10 Las características mecánicas de los productos de aislamiento son comparables, en particular en lo que se refiere a la resistencia a la compresión y el espesor del producto medidos antes y después de tratamiento en un autoclave.

REIVINDICACIONES

1. Composición de encolado para la fabricación de producto de aislamiento térmico y/o acústico resistente al fuego, basado en lana mineral, caracterizada por que contiene:
 - una resina termoendurecible seleccionada entre una resina fenólica, la resina fenólica puede pertenecer a la familia de los resoles y estar opcionalmente modificada por urea, una resina de urea-formaldehído, una resina de poli(ácido (met)acrílico), una resina de poliuretano, una resina epoxídica, una resina alquídica o una resina basada en azúcar y otro(s) componente(s), y
 - una resina de amina-ácido carboxílico en la que la amina se selecciona entre la diciandiamida, melamina, guanidina y aminoguanidina, la resina de amina-ácido carboxílico está opcionalmente modificada por un alcohol,
- 5 la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se usa en una relación de 5 a 70 partes en peso de materias sólidas por 100 partes en peso de materias sólidas de resina termoendurecible y si procede de urea.
- 10 2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que la resina termoendurecible es una resina fenólica que pertenece a la familia de los resoles, opcionalmente modificada por urea.
- 15 3. Composición según la reivindicación 2, caracterizada por que la resina fenólica presenta una proporción de aldehído libre como máximo igual a 0,1%.
4. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que la amina que entra en la constitución de la resina de amina-ácido carboxílico es la diciandiamida.
- 20 5. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que el ácido carboxílico que entra en la constitución de la resina de amina-ácido carboxílico es un ácido orgánico en forma de un monómero o de un polímero, o un precursor de ácido carboxílico.
6. Composición según la reivindicación 5, caracterizada por que el ácido contiene al menos dos grupos funcionales carboxílicos.
- 25 7. Composición según la reivindicación 6, caracterizada por que el ácido carboxílico se selecciona entre el ácido succínico, ácido tartárico, ácido maleico (o anhídrido maleico), ácido cítrico y ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico, y preferiblemente ácido cítrico.
8. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada por que la resina de amina-ácido carboxílico está modificada por un alcohol.
- 30 9. Composición según la reivindicación 8, caracterizada por que el alcohol contiene al menos 2 grupos funcionales hidroxilo libres, preferiblemente al menos 3 y ventajosamente como máximo 100, preferiblemente como máximo 10.
10. Composición según la reivindicación 8 o 9, caracterizada por que el alcohol es glucosa, sacarosa o una mezcla de oligosacáridos, y preferiblemente glucosa.
- 35 11. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizada por que la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se obtiene por reacción de diciandiamida y ácido cítrico o de diciandiamida, ácido cítrico y oligosacáridos.
12. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizada por que la resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, se usa en una relación como máximo de 60 partes en peso de materias sólidas por 100 partes en peso de materias sólidas de resina termoendurecible y si procede de urea, ventajosamente al menos 10 partes y mejor todavía de 20 a 40 partes.
- 40 13. Composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizada por que comprende además los siguientes aditivos en las siguientes proporciones calculadas basadas en 100 partes en peso de resina termoendurecible, si procede de urea, y de resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol:
 - de 0 a 2 partes de silano, en particular un aminosilano,
 - 45 - de 0 a 20 partes de aceite, preferiblemente de 4 a 15 partes,
 - de 0 a 25 partes de un catalizador de reticulación, por ejemplo sulfato amónico o hiposulfito sódico, preferiblemente menos de 7 partes,
 - de 0 a 25 partes de un azúcar, preferiblemente glucosa o sacarosa,
 - de 0 a 20 partes de amoníaco (disolución al 20% en peso), preferiblemente menos de 12 partes,

- de 0 a 20 partes de una silicona.

14. Producto de aislamiento térmico y/o acústico capaz de resistir el fuego, basado en lana mineral, en particular de roca o de vidrio, unida por una composición de encolado según una de las reivindicaciones 1 a 13.

- 5 15. Producto según la reivindicación 14, caracterizado por que la cantidad total de resina termoendurecible, opcionalmente de urea, y de resina de amina-ácido carboxílico, opcionalmente modificada por un alcohol, representa de 1 a 20% en peso (de materias sólidas) con respecto al peso total del producto de aislamiento.