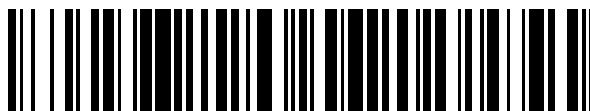


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 762 492**

51 Int. Cl.:

C03C 25/24	(2008.01)
C03C 25/26	(2008.01)
C09J 103/02	(2006.01)
C09J 105/00	(2006.01)
C03C 25/32	(2008.01)
C08J 5/24	(2006.01)
D04H 1/587	(2012.01)
D04H 1/64	(2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.12.2015 PCT/EP2015/080758**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **30.06.2016 WO16102444**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2015 E 15817307 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.10.2019 EP 3237350**

54 Título: **Aglutinante mejorado**

30 Prioridad:

23.12.2014 EP 14200256

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

25.05.2020

73 Titular/es:

**ROCKWOOL INTERNATIONAL A/S (100.0%)
Hovedgaden 584
2640 Hedehusene, DK**

72 Inventor/es:

**HJELMGAARD, THOMAS;
NISSEN, POVL;
NAERUM, LARS y
HANSEN, ERLING LENNART**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 762 492 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

Aglutinante mejorado

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un aglutinante acuoso para productos de fibra mineral, a un método para producir un producto de fibra mineral unido utilizando dicho aglutinante, y a un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con el aglutinante curado.

10

Antecedentes de la invención

Los productos de fibra mineral comprenden generalmente man-made vitreous fibres (fibras vítreas artificiales - MMVF) tales como, por ejemplo, fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, lana de escoria, lana mineral y lana de piedra (lana de roca), que se unen entre sí mediante un material aglutinante polimérico termoendurecible curado. Para su uso como productos de aislamiento térmico o acústico, las esteras de fibra mineral unidas se producen generalmente convirtiendo un fundido hecho de materias primas adecuadas en fibras de manera convencional, por ejemplo, mediante procesos de hilatura o mediante procesos con rotor en cascada. Las fibras se soplan al interior de una cámara de conformación y, mientras se transportan por el aire y mientras siguen calientes, se pulverizan con una solución aglutinante y se depositan al azar en forma de estera o banda sobre un transportador en movimiento. La estera de fibra se transfiere a continuación a un horno de curado donde aire calentado se sopla a través de la estera para curar el aglutinante y unir de forma rígida las fibras minerales entre sí.

15

20

25

En el pasado, las resinas aglutinantes de elección eran resinas de fenol-formaldehído que se pueden producir económicamente y se pueden extender con urea antes de su uso como aglutinante. Sin embargo, la legislación existente y propuesta dirigida a la disminución o eliminación de las emisiones de formaldehído han conducido al desarrollo de aglutinantes exentos de formaldehído tales como, por ejemplo, las composiciones de aglutinante a base de polímeros de policarboxilo y polioles o poliaminas, según se describe en los documentos EP-A-583086, EP-A-990727, EP-A-1741726, US-A-5.318.990 y US-A-2007/0173588.

30

Otro grupo de aglutinantes no de fenol-formaldehído son los productos de reacción de anhídridos alifáticos y/o aromáticos con alcanolaminas, por ejemplo, según se describe en los documentos WO 99/36368, WO 01/05725, WO 01/96460, WO 02/06178, WO 2004/007615 y WO 2006/061249. Estas composiciones de aglutinante son solubles en agua y presentan excelentes propiedades de unión. El documento WO 2008/023032 describe aglutinantes modificados con urea.

35

El documento US 2011/101260 A1 se refiere a una composición de dimensionamiento para fibras minerales, especialmente fibras de vidrio o fibras de roca, que contienen una resina fenólica líquida con un contenido de formaldehído libre. El documento WO 2013/179323 A1 se refiere a una composición aglutinante acuosa exenta de formaldehído que comprende sulfamato de amonio y un material mineral fibroso obtenido mediante la polimerización de dicha composición. El documento US 2012/319029 A1 describe una composición de dimensionamiento para productos aislantes de tipo lana mineral, en particular de vidrio o de roca, que incluye al menos un sacárido, al menos un ácido orgánico policarboxílico, al menos un catalizador de esterificación y al menos un agente capaz de reducir las emisiones de compuestos orgánicos volátiles seleccionados de sulfatos, sulfamatos y carbonatos. El documento WO 2011/044490 A1 describe una composición aglutinante acuosa exenta de formaldehído respetuosa con el medio ambiente que incluye un carbohidrato y un agente de reticulación tal como el ácido cítrico. El documento US 5100802 A describe un método para medir la velocidad y el alcance de curado de un sistema de resinas sometido a polimerización, lo que implica añadir al menos un colorante fluorescente multifuncional al sistema de resinas sometido a polimerización. El documento WO 2010/106181 A1 describe una composición aglutinante acuosa para fibras minerales que comprende un jarabe de azúcar que contiene un azúcar reductor y que tiene un equivalente de dextrosa ED de al menos 50 y menor de 85, un componente de ácido policarboxílico, un componente de amina y opcionalmente un producto de reacción del componente de ácido policarboxílico y del componente amina. El documento US 2012/010694 A1 se refiere a un producto de fibra mineral unido que presenta una elevada resistencia al fuego según la clase A1 de la norma EN 13501-1 así como una resistencia mejorada a las reacciones exotérmicas. El producto comprende fibras vítreas artificiales unidas por una composición aglutinante curada; comprendiendo la composición aglutinante no curada un componente de azúcar y bien un componente de ácido policarboxílico y una alcanolamina, o bien un producto de reacción de un componente de ácido policarboxílico y una alcanolamina, o una combinación de los mismos, estando la cantidad de componente de azúcar en el intervalo de 42 a 72 por ciento en peso, basada en el peso total (materia seca) de los componentes aglutinantes. El documento WO 2008/084173 A2 describe una composición de pegamento para fibras minerales que contienen una resina fenólica, urea y un catalizador de reticulación, en donde el catalizador de reticulación es una mezcla de sulfamato de amonio y sulfato de amonio.

40

45

50

55

60

Puesto que algunos de los materiales de partida utilizados en la producción de estos aglutinantes son productos químicos bastante caros, existe una necesidad continuada de proporcionar aglutinantes exentos de formaldehído

65

que se produzcan económicamente y que al mismo tiempo proporcionen buenas propiedades de unión para producir un producto de fibra mineral unida.

5 Un efecto adicional vinculado a las composiciones acuosas de aglutinante anteriormente conocidas de fibras minerales es que al menos la mayoría de los materiales de partida usados para las producciones de estos aglutinantes procede de combustibles fósiles. Existe una tendencia continuada de los consumidores a preferir productos que están al menos parcialmente producidos a partir de materiales renovables y existe por lo tanto una necesidad de proporcionar aglutinantes para lana mineral que estén producidos al menos parcialmente a partir de materiales renovables.

10 Además, existe una necesidad continuada de proporcionar aglutinantes para lana mineral que permitan la producción de productos de lana mineral que tengan buenas propiedades mecánicas a largo plazo.

Sumario de la invención

15 Por tanto, era un objeto de la presente invención proporcionar una composición acuosa de aglutinante que sea particularmente adecuada para unir fibras minerales, se produzca de forma económica, muestre buenas propiedades para unir productos de fibra mineral e incluya materiales renovables como productos de partida para la preparación de la composición acuosa de aglutinante.

20 Un objeto adicional de la presente invención era proporcionar un producto de fibra mineral unido con una composición de aglutinante de este tipo.

Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición acuosa de aglutinante para fibras minerales que comprende:

- 25
- un componente (i) en forma de un jarabe de glucosa que tiene un ED de 60 a menos de 100, en particular de 60 a 99, más en particular de 85 a 99;
 - un componente (ii) en forma de ácido sulfámico y/o sus sales, preferiblemente sulfamato de amonio y/o ácido N-ciclohexilsulfámico y/o sus sales;

30

 - amoníaco;
 - ácido hipofosforoso;

en donde la proporción de componentes (i), (ii), amoníaco y ácido hipofosforoso está en el intervalo de 0,5-15 % en peso, en particular de 1-12 % en peso, más en particular de 2-10 % en peso de componente (ii), basado en la masa de componente (i), 0,5-10 % en peso, en particular de 1-8 % en peso, más en particular de 1-5 % en peso de ácido hipofosforoso, basado en la masa de componente (i), y en donde el componente de amoníaco está preferiblemente presente en una cantidad de 0,1 a 5 equivalentes molares de amoníaco con respecto a los equivalentes molares combinados de componente (ii) y ácido hipofosforoso.

40 Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con dicha composición acuosa de aglutinante y curar la composición de aglutinante.

45 Según un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un producto de fibra mineral que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada definida anteriormente.

Los inventores de la presente han descubierto sorprendentemente que es posible preparar una composición aglutinante para fibras minerales que esté basada en la combinación de un componente de carbohidrato en forma de un jarabe de glucosa que tiene un ED de 60 a menos de 100, en particular de 60 a 99, más en particular de 85 a 99, y un componente seleccionado de ácido sulfámico, o cualquier sal del mismo, amoníaco y ácido hipofosforoso. Es muy sorprendente que mediante la combinación de estos componentes, se puedan preparar composiciones aglutinantes que sean adecuadas para unir fibras minerales. Estos componentes tienen un precio comparativamente bajo y son fáciles de manejar.

55 Al mismo tiempo, los aglutinantes según la presente invención muestran excelentes propiedades cuando se utilizan para unir fibras minerales. La resistencia mecánica se mejora, y tiene también un elevado nivel inesperado cuando se somete a condiciones de envejecimiento.

Una ventaja adicional de los aglutinantes según la presente invención es que tienen una velocidad de curado comparativamente elevada a una baja temperatura de curado.

60 La mayor velocidad de curado de los aglutinantes según la presente invención cuando se compara con aglutinantes previamente conocidos permite aumentar la capacidad de producción de una planta que produce productos de fibra mineral unida. Al mismo tiempo, las bajas temperaturas de curado requeridas para los aglutinantes según la presente invención ahorran energía en el proceso de producción y limitan la emisión de compuestos volátiles durante el proceso de producción.

65

5 Como puede observarse a partir de los resultados experimentales documentados en los ejemplos siguientes, las composiciones de aglutinante acuosas según la presente invención muestran excelentes propiedades cuando se utilizan como aglutinante para lana mineral. Como puede observarse además en los resultados experimentales documentados en los ejemplos siguientes, las propiedades de los aglutinantes según la presente invención pueden mejorarse aún más añadiendo componentes adicionales.

10 Además, como puede observarse del resultado experimental documentado en los ejemplos siguientes, las composiciones aglutinantes acuosas según los aspectos de la presente invención tienen una pérdida de reacción considerablemente inferior que el aglutinante de referencia A. La pérdida de reacción obtenida con aglutinantes según los aspectos de la presente invención está en el mismo nivel que la pérdida de reacción para los aglutinantes de referencia B, C y D (véanse los ejemplos siguientes). Sin embargo, a diferencia de los aglutinantes según la presente invención, estos aglutinantes de referencia B, C requieren una reacción previa para la preparación de los aglutinantes.

15 **Descripción de las realizaciones preferidas**

Se describe una composición aglutinante acuosa según una o más de las reivindicaciones 1 a 4.

Preferiblemente, los aglutinantes según la presente invención están exentos de formaldehído.

20 Para el fin de la presente solicitud, se define que la expresión “exento de formaldehído” caracteriza un producto de lana mineral donde la emisión está por debajo de $8 \mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$ de formaldehído procedente del producto de lana mineral, preferiblemente por debajo de $5 \mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$, con la máxima preferencia por debajo de $3 \mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$. Preferiblemente, el ensayo se lleva a cabo de acuerdo con la norma ISO 16000 para analizar las emisiones de aldehído.

25 Preferiblemente la composición aglutinante no contiene formaldehído añadido.

Los aglutinantes según la presente invención pueden tener cualquier pH. Preferiblemente, los aglutinantes según la presente invención tienen un pH de 5,1-10, preferiblemente un pH de 6-9. En una realización especialmente preferida, los aglutinantes según la presente invención tienen un pH de 5,1-6,5. En una realización alternativa preferida, los aglutinantes según la presente invención tienen un pH de 7,5-9.

30 Componente (i) del aglutinante

Se describe que dicho componente (i) está en forma de uno o más carbohidratos.

35 Se puede usar almidón como materia prima para varios carbohidratos tales como jarabes de glucosa y dextrosa. Dependiendo de las condiciones de reacción empleadas en la hidrólisis del almidón, se obtiene una variedad de mezclas de dextrosa y productos intermedios que se pueden caracterizar mediante su número ED. ED es la abreviatura de Equivalente de Dextrosa, y se define como el contenido de azúcares reductores, determinado según el método especificado en la Norma Internacional ISO 5377-1981 (E). Este método mide los grupos terminales reductores, y asigna un valor ED 100 a la dextrosa pura, y un valor ED 0 al almidón puro.

40 Se describe que el carbohidrato es jarabe de glucosa con un valor equivalente de dextrosa ED = 60 a menos de 100, tal como ED = 60-99, tal como ED = 85-99, tal como ED = 95-99. El término “dextrosa” tal como se usa en la presente solicitud se define para abarcar la glucosa y sus hidratos.

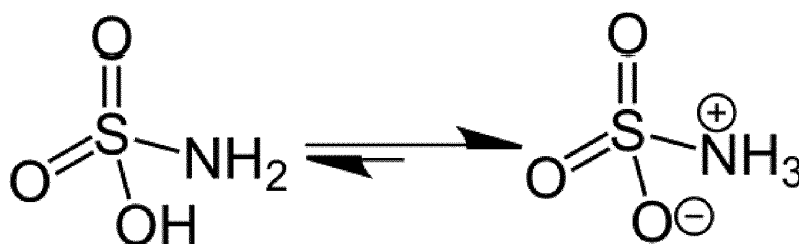
45 Así, el carbohidrato tiene un valor ED de 60 a menos de 100, en particular de 60 a 99, más en particular de 85 a 99.

50 Dado que los carbohidratos del componente (i) son compuestos comparativamente baratos y se producen a partir de recursos renovables, la inclusión de cantidades altas del componente (i) en el aglutinante permite la producción de un aglutinante para lana mineral que es ventajoso en aspectos económicos y, al mismo tiempo, permite producir un aglutinante no tóxico y ecológico.

55 Componente (ii) del aglutinante

Se describe que el componente (ii) está en forma de uno o más compuestos seleccionados de sulfámico y/o sus sales.

El ácido sulfámico es un compuesto no tóxico que tiene la fórmula



5 El ácido sulfámico y muchas de sus sales son compuestos no volátiles estables en el almacenamiento y están disponibles a un precio comparativamente bajo. En una realización preferida, el componente (ii) se selecciona del grupo que consiste en ácido sulfámico y cualquier sal del mismo, tal como sulfamato de amonio, sulfamato de calcio, sulfamato de sodio, sulfamato de potasio, sulfamato de magnesio, sulfamato de cobalto, sulfamato de níquel, N-ciclohexil sulfamato de sodio.

En una realización especialmente preferida, el componente (ii) es sulfamato de amonio.

10 Además de proporcionar aglutinantes que permiten la producción de productos de lana mineral que tienen excelentes propiedades mecánicas, la inclusión del componente (ii) también en general transmite mejores propiedades de resistencia al fuego y contra las reacciones exotérmicas para algunos aspectos según la invención.

Componente (iii) del aglutinante

15 Se describe que la composición aglutinante además comprende amoníaco.

El amoníaco se puede añadir como una sal de amonio y/o como amoníaco.

20 Como puede observarse en los resultados experimentales reproducidos en los ejemplos siguientes, la inclusión del componente (iii) permite una mejora adicional de los aglutinantes según la presente invención cuando se utilizan como aglutinante para productos de lana mineral.

Componente (iv) del aglutinante

25 En una realización preferida, la composición aglutinante según la presente invención además comprende un componente (iv) en forma de un ácido carboxílico, en particular seleccionado de ácidos policarboxílicos monoméricos, ácidos policarboxílicos poliméricos, ácidos monocarboxílicos monoméricos y/o ácido monocarboxílico polimérico, tal como ácido poliacrílico.

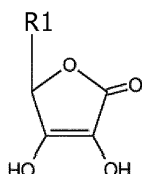
30 En una realización especialmente preferida, la composición aglutinante según la presente invención además comprende un componente (iv) en forma de un ácido carboxílico, tal como un ácido policarboxílico monomérico, preferiblemente ácido cítrico.

35 En una realización especialmente preferida, el componente (iv) es ácido cítrico.

Componente (v) del aglutinante

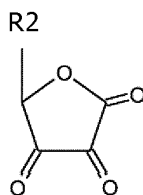
40 En una realización preferida no reivindicada, la composición aglutinante según la presente invención comprende un componente (v) en forma de uno o más compuestos seleccionados de

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



45 en la que R1 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquileno, alcoxi, amina;

- compuestos de la fórmula, y cualesquiera sales de los mismos:



en la que R2 corresponde a H, alquilo, monohidroxialquilo, dihidroxialquilo, polihidroxialquilo, alquilenos, alcoxi, amina.

5 En una realización preferida, el componente (v) se selecciona del grupo de ácido L-ascórbico, ácido D-isoascórbico, ácido 5,6-isopropilidenascórbico, ácido deshidroascórbico y/o cualquier sal de los compuestos, preferiblemente sales de calcio, sodio, potasio, magnesio o hierro.

En una realización especialmente preferida, el componente (v) es ácido L-ascórbico.

10 El ácido ascórbico, o vitamina C, es un compuesto orgánico no tóxico de origen natural con propiedades antioxidantes que se puede producir a partir de la biomasa. El ácido ascórbico y sus derivados son, por lo tanto, un producto que se produce a partir de fuentes renovables y puede obtenerse al mismo tiempo a un precio comparativamente bajo.

15 Componente (vi) del aglutinante

Se describe que la composición aglutinante además comprende un componente (vi) en forma de ácido hipofosforoso.

20 La composición acuosa de aglutinante según la presente invención que incluye el componente (vi) comprende

- componente (i) en forma de un jarabe de glucosa que tiene un ED de 60 a menos de 100, en particular de 60 a 99, más en particular de 85 a 99;
- componente (ii) en forma de ácido sulfámico y/o sus sales, preferiblemente sulfamato de amonio y/o ácido N-ciclohexilsulfámico y/o sus sales;
- 25 - componente (iii) en forma de amoniaco;
- componente (vi) en forma de ácido hipofosforoso.

30 La proporción de los componentes (i), (ii), (iii) y (vi) está comprendida en el intervalo de 0,5-15 % en peso, en particular de 1-12 % en peso, más en particular de 2-10 % en peso de componente (ii), basado en la masa de componente (i), 0,5-10 % en peso, en particular 1-8 % en peso, más en particular de 1-5 % en peso de componente (vi) basado en la masa de componente (i) y por lo cual el componente (iii) está preferiblemente presente en la cantidad de 0,1 a 5 equivalentes molares de componente (iii) con respecto a los equivalentes molares combinados de los componentes (ii) y (vi).

35 Se describe que, preferiblemente, el componente (ii) está en la forma de ácido N-ciclohexilsulfámico y/o cualquier sal del mismo.

Se ha descubierto sorprendentemente que, mediante la adición del componente (vi) a la composición acuosa de aglutinante, las propiedades de la composición acuosa de aglutinante se pueden mejorar considerablemente.

40 En particular, los presentes inventores han descubierto que, mediante la inclusión del componente (vi) en la composición de aglutinante, la temperatura inicial y final de curado se puede reducir considerablemente.

Componente (vii) del aglutinante

45 En una realización preferida, la composición de aglutinante según la presente invención además comprende un componente (vii) en forma de urea.

50 Como puede observarse en los resultados experimentales reproducidos en los ejemplos siguientes, la inclusión de urea disminuye la temperatura inicial y final de curado mientras que las pérdidas de reacción solo aumentan ligeramente. Al mismo tiempo, la resistencia mecánica de un producto de lana mineral unido mediante el aglutinante según la presente invención que comprende urea se retiene en el mismo nivel que las de aglutinantes análogos sin urea.

La inclusión de urea en el aglutinante según los aspectos de la presente invención mejora la resistencia al fuego y contra las reacciones exotérmicas.

55 Componente (viii) del aglutinante

En una realización preferida, la composición aglutinante de la presente invención además comprende un componente (viii) en forma de uno o más colorantes fluorescentes que no son fluorescentes tras el curado del aglutinante.

60

Preferiblemente, el componente (viii) se selecciona del grupo que consiste en

- uno o más xantenos, tales como rodamina 101 sal interna, sulforodamina B, rodamina B, rodamina 6G, 2',7'-diclorofluoresceína, sal sódica de fluoresceína, cloruro de rodamina 110, eosina B, eritrosina B, eosina Y sal disódica;
- uno o más pirenos, tales como piranina;
- uno o más diarilmetanos, tales como auramina O;
- una o más acridinas, tales como el amarillo de acridina G, la base de anaranjado de acridina;
- uno o más triazenos, tales como amarillo de tiazol G.

En una realización preferida, el componente (viii) está en la forma de uno o más xantenos, en particular sal sódica de fluoresceína, en una concentración de 0,001 a 1 % en peso, en particular de 0,01 a 0,5, más en particular de 0,05 a 0,4 % en peso, basado en los sólidos del aglutinante.

Los presentes inventores han descubierto que cuando se proporciona una composición aglutinante acuosa curable que comprende un colorante fluorescente, se puede detectar el curado del aglutinante en el producto de lana mineral porque la fluorescencia del material aglutinante se ve afectada por el curado. Sin pretender quedar vinculado por teoría alguna, se supone que el mecanismo para el cesado de la fluorescencia puede deberse, por ejemplo, a una descomposición del colorante o a una incorporación del colorante en el aglutinante de curado.

Para los fines de la presente invención, la expresión “aglutinante curado o parcialmente curado” se refiere a un aglutinante que se ha curado al menos hasta cierto grado, p. ej., mediante tratamiento térmico en un aparato de curado, pero que no se ha tratado necesariamente para conseguir un curado completo en todas las regiones del producto. En consecuencia, la expresión “aglutinante curado o parcialmente curado”, para los fines de la presente invención, incluyen aglutinantes que contienen regiones tanto curadas como no curadas.

La composición aglutinante acuosa según la presente invención que incluye el componente (viii) permite una detección sorprendentemente fácil de la distribución de aglutinante no curado por simple observación de la presencia o ausencia y/o el patrón de fluorescencia en la superficie del producto de lana mineral y/o detectar un cambio de color en la superficie del producto de lana mineral, p. ej., mediante inspección visual. La distribución del aglutinante no curado en o sobre el producto se puede detectar dentro de un amplio intervalo de tiempo después de la producción del producto de lana mineral y es posible detectar la distribución del aglutinante no curado sobre un producto de lana mineral recién preparado y que acaba de salir del horno de curado después del enfriamiento. Por lo tanto, las irregularidades en el curado o anomalías en la distribución del aglutinante como la aglomeración de grandes cantidades de aglutinante en una sola parte del producto de fibra mineral (denominado “goma de mascar”) se pueden detectar inmediatamente y el proceso de producción se puede volver a ajustar por lo tanto rápidamente, minimizando el desperdicio de productos inadecuados. Como ventaja adicional, las composiciones aglutinantes acuosas según la presente invención que incluyen el componente (viii) permiten dicha detección de forma no destructiva.

Componente (ix) del aglutinante

En una realización preferida, la composición de aglutinante según la presente invención comprende además un componente (ix) en forma de una o más siliconas no reactivas.

Preferiblemente, el componente (ix) se selecciona del grupo que consiste en silicona constituida por una cadena principal compuesta por restos organosiloxano, especialmente restos difenilsiloxano, restos alquilsiloxano, preferiblemente restos dimetilsiloxano, que portan al menos un grupo funcional hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinilo que puede reaccionar con al menos uno de los componentes de la composición de aglutinante y está preferiblemente presente en una cantidad de 0,1 a 15 % en peso, preferiblemente de 0,1 a 10 % en peso, más preferiblemente de 0,3 a 8 % en peso, basándose en los sólidos aglutinantes.

En una composición aglutinante adicional descrita, la composición aglutinante consiste prácticamente en

- un componente (i) en forma de un jarabe de glucosa que tiene un ED de 60 a menos de 100, en particular de 60 a 99, más en particular de 85 a 99;
- un componente (ii) en forma de ácido sulfámico y/o sus sales, preferiblemente sulfamato de amonio y/o ácido N-ciclohexilsulfámico y/o sus sales;
- un componente (iii) en forma de amoníaco;
- opcionalmente, un componente (iv) en forma de ácido cítrico;
- opcionalmente, un componente (v) en forma de ácido ascórbico;
- un componente (vi) en forma de ácido hipofosforoso;
- opcionalmente un componente (vii) en forma de urea;
- opcionalmente, un componente (viii) en forma de sal sódica de fluoresceína;
- opcionalmente, un componente (ix) seleccionado del grupo que consiste en silicona constituida por una cadena principal compuesta por restos organosiloxano, especialmente restos difenilsiloxano, restos alquilsiloxano, preferiblemente restos dimetilsiloxano, que portan al menos un grupo funcional hidroxilo, carboxilo o anhídrido, amina, epoxi o vinilo que puede reaccionar con al menos uno de los componentes de la composición de aglutinante;

- opcionalmente un componente en forma de un silano;
- opcionalmente, un aceite hidrocarbonado emulsionado;
- opcionalmente un detergente;
- agua.

- 5 Se describe que la composición aglutinante acuosa no contiene ácido policarboxílico.
- Producto de fibra mineral
- 10 La presente invención también se refiere a un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto fibras minerales con una composición de aglutinante anteriormente descrita y curar la composición de aglutinante.
- 15 La presente invención se refiere también a un producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada anteriormente descrita.
- 20 Las fibras minerales utilizadas pueden ser cualquier fibra man-made vitreous fibres (fibra vítrea artificial - MMVF), fibras de vidrio, fibras cerámicas, fibras de basalto, fibras de escoria, fibras de roca, fibras de piedra y otras. Estas fibras pueden estar presentes como un producto de lana, por ejemplo, como un producto de lana de roca.
- 25 Los métodos de formación de fibra adecuados, y las posteriores etapas de producción para fabricar el producto de fibra mineral son los convencionales en la técnica. En general, el aglutinante se pulveriza inmediatamente después de la fabricación de fibras de material fundido mineral sobre las fibras minerales transportadas por aire.
- 30 La banda de fibra mineral recubierta con la pulverización generalmente se cura en un horno de curado por medio de una corriente de aire caliente. La corriente de aire caliente se puede introducir en la banda de fibra mineral desde abajo, o desde arriba, o desde direcciones alternantes en zonas diferentes en la dirección de la longitud del horno de curado.
- 35 De forma típica, el horno de curado se opera a una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 350 °C. Preferiblemente, la temperatura de curado varía de aproximadamente 200 a aproximadamente 300 °C. Generalmente, el tiempo de permanencia del horno de curado es de 30 segundos a 20 minutos, dependiendo, por ejemplo, de la densidad del producto.
- 40 Si se desea, la banda de lana mineral se puede someter a un proceso de conformación antes del curado. El producto de fibra mineral unida que sale del horno de curado se puede cortar al formato deseado, por ejemplo, en forma de una guata. Así, los productos de fibra mineral producidos, por ejemplo, tienen la forma de telas tejidas y no tejidas, esteras, guatas, lanas, láminas, placas, tiras, rodillos, granulados y otros artículos conformados que son de utilidad, por ejemplo, como materiales de aislamiento térmico o acústico, amortiguación de vibraciones, materiales de construcción, aislamiento de fachadas, materiales de refuerzo o aplicaciones para techos o suelos, como bolsa de filtro, como medio de cultivo hortícola y en otras aplicaciones.
- 45 Según la presente invención, es también posible producir materiales compuestos combinando el producto de fibra mineral unida con capas de material compuesto o capas estratificadas adecuadas tales como, por ejemplo, metal, placas de yeso, esteras de superficie brillante y otros materiales tejidos o no tejidos.
- 50 Los productos de fibra mineral según la presente invención tienen por lo general una densidad dentro del intervalo de 6 a 250 kg/m³, preferiblemente de 20 a 200 kg/m³. Los productos de fibra mineral tienen generalmente una loss on ignition (pérdida por calcinación - LOI) en el intervalo de 0,1 a 18,0 %, preferiblemente de 0,2 a 8,0 % en peso.
- 55 Aunque la composición acuosa de aglutinante según la presente invención es especialmente útil para unir fibras minerales, también se puede emplear en otras aplicaciones típicas para aglutinantes y agentes de dimensionado, por ejemplo, como aglutinante para arena de fundición, conglomerado, tejido de fibra de vidrio, fibras celulósicas, productos de papel no tejidos, materiales compuestos, artículos moldeados, recubrimientos, etc.
- 60 Los siguientes ejemplos están previstos para ilustrar de forma adicional la invención sin limitar su alcance.
- Ejemplos
- En los ejemplos siguientes, varios aglutinantes que están comprendidos en la definición de la presente invención se prepararon y se compararon con aglutinantes según el estado de la técnica.
- Se determinaron las siguientes propiedades de los aglutinantes según la presente invención y de los aglutinantes según el estado de la técnica, respectivamente:

Contenido en sólidos de componente de aglutinante

El contenido de cada uno de los componentes en una solución de aglutinante dada antes del curado se basa en la masa anhidra de los componentes.

5 Salvo por la solución acuosa de amoniaco al 28 % (Sigma Aldrich), una solución acuosa al 75 % de jarabe de glucosa con un valor ED de 95 a menos de 100 (C*sweet D 02767 de Cargill), y una solución acuosa al 50 % de ácido hipofosforoso (Sigma Aldrich), el resto de los componentes se suministraron en alta pureza por Sigma-Aldrich y, por simplificar, se supusieron que eran anhidros.

10 Sólidos aglutinantes

El contenido de aglutinante tras el curado se denomina “sólidos aglutinantes”.

15 Muestras de lana de piedra en forma de disco (diámetro: 5 cm; altura 1 cm) se recortaron de lana mineral y se trataron térmicamente a 580 °C durante al menos 30 minutos para eliminar todos los compuestos orgánicos. Los sólidos aglutinantes de una solución aglutinante dada se midieron distribuyendo dos muestras de la solución aglutinante (cada una de aproximadamente 2 g) sobre dos de los discos de lana mineral tratada térmicamente que se pesaron directamente antes y después de la aplicación de la solución aglutinante. Los discos de lana mineral cargados de aglutinante se calentaron posteriormente a 200 °C durante 1 hora. Tras enfriar y almacenar a temperatura ambiente durante 10 minutos, las muestras se pesaron, y los sólidos aglutinantes se calcularon como promedio de los dos resultados. A continuación se puede producir un aglutinante con el contenido en sólidos aglutinantes deseado mediante dilución con la cantidad necesaria de agua, o agua y solución acuosa de silano al 10 % (Momentive VS-142).

25 Pérdida de reacción

La pérdida de reacción se define como la diferencia entre los sólidos de componente de aglutinante y los sólidos aglutinantes.

30 Características del curado - Mediciones de DMA (dynamic mechanical analysis [análisis mecánico dinámico])

Una solución de sólidos aglutinantes al 15 % se obtuvo tal como se ha descrito anteriormente. Filtros de microfibras de vidrio cortados y pesados de vidrio Whatman™ (GF/B, 150 mm Ø, n.º cat. 1821 150) (2,5 x 1 cm) se sumergieron en la solución de aglutinante durante 10 segundos. El filtro empapado de aglutinante resultante se secó a continuación en un “sándwich” que consiste en (1) una placa de metal de 8 x 8 x 1 cm de 0,60 kg, (2) cuatro capas de papeles de filtro convencionales, (3) el filtro de microfibras de vidrio empapado de aglutinante, (4) cuatro capas de papeles de filtro convencionales, y (5) una placa de metal de 8 x 8 x 1 cm de 0,60 kg, durante aproximadamente 2 x 2 minutos aplicando un peso de 3,21 kg sobre la parte superior del “sándwich”. En un experimento típico, el filtro de microfibras de vidrio Whatman™ cortado pesaría 0,035 g antes de la aplicación del aglutinante y 0,125 g después de la aplicación y secado, lo que corresponde a una carga de la solución aglutinante del 72 %. Todas las mediciones de DMA se realizaron con cargas de solución de aglutinante del 72±1 %.

45 Las mediciones de DMA se tomaron en un equipo Mettler Toledo DMA 1 calibrado frente a un termómetro certificado a temperatura ambiente y los puntos de fusión de indio y estaño certificados. El aparato se hizo funcionar en un modo de flexión en voladizo simple; abrazaderas de titanio; distancia entre abrazaderas de 1,0 cm; temperatura de tipo de segmento; intervalo de temperatura 40-280 °C; velocidad de calentamiento 3 °C/min; desplazamiento 20 µm; frecuencia 1 Hz; modo de oscilación frecuencia única. El principio y el fin del curado se evaluaron con el programa informático STARe Versión 12.00.

50 Estudios de resistencia mecánica

La resistencia mecánica de los aglutinantes se analizó en un ensayo con tablillas. Para cada aglutinante, se fabricaron cuatro tablillas a partir de una mezcla del aglutinante y trozos de lana mineral procedentes de la producción de lana mineral por hilado. Los trozos son partículas que tienen la misma composición del fundido que las fibras de lana mineral, y los trozos se consideran normalmente un producto residual del proceso de hilado. Los trozos usados para la fabricación del comprimido tienen un tamaño de 0,25-0,50 mm.

60 Se obtuvo una solución de aglutinante con 15 % de sólidos aglutinantes que contiene 0,5-1 % de silano (Momentive VS-142) de sólidos aglutinantes, como se ha descrito anteriormente. A continuación, cuatro muestras de la solución aglutinante (cada una de 4,0 g) se mezclaron bien con cuatro muestras de trozos (cada una de 20,0 g). Las cuatro mezclas resultantes se transfirieron a continuación a cuatro recipientes de papel de aluminio redondos (fondo Ø = 4,5 cm, superior Ø = 7,5 cm, altura = 1,5 cm). Una por una, las mezclas se presionaron fuertemente con un vaso de precipitados de vidrio de fondo plano adecuadamente dimensionado para conseguir una superficie uniforme de la tablilla. Las tablillas resultantes se curaron a continuación a 250 °C durante 1 h. Después de enfriar a temperatura ambiente, las tablillas se sacaron cuidadosamente de los recipientes. Dos de

las cuatro tablillas se sumergieron a continuación en un baño de agua a 80 °C durante 3 h para simular el envejecimiento. Después de secar durante 1-2 días, las tablillas se rompieron manualmente en dos mitades, por lo que se puede evaluar la capacidad de un aglutinante dado para unir trozos entre sí. Los aglutinantes recibieron las notas fuerte (***) , medio (**), aceptable (*/**) o débil (*).

5

Aglutinantes de referencia del estado de la técnica preparados como ejemplos comparativos

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia A

10 Una mezcla de ácido cítrico anhidro (1,7 g, 8,84 mmol) y dextrosa monohidrato (9,55 g; así, eficazmente 8,68 g, 48,2 mmol de dextrosa) en agua (26,3 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución clara. Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,30 g; así eficazmente 0,36 g, 21,4 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación (pH = 5,18. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (16,8 %).

15 Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,121 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,113 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,008 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 5,0.

20

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia B

Este aglutinante es una resina de fenol-formaldehído modificada con urea, una PUF-resol.

25 Se preparó una resina de fenol-formaldehído haciendo reaccionar una solución acuosa de formaldehído al 37 % (606 g) y fenol (189 g) en presencia de una solución acuosa de hidróxido de potasio al 46 % (25,5 g) a una temperatura de reacción de 84 °C precedida por una velocidad de calentamiento de aproximadamente 1 °C por minuto. La reacción se continúa a 84 °C hasta que la tolerancia a ácido de la resina sea 4, y la mayoría del fenol se ha convertido. A continuación se añade urea (241 g) y la mezcla se enfría.

30

La acid tolerance (tolerancia a ácido - AT) expresa el número de veces que un volumen dado de aglutinante se puede diluir con ácido sin que la mezcla se enturbie (precipite el aglutinante). Se usó ácido sulfúrico para determinar el criterio de finalización en una producción de aglutinante, y una tolerancia a ácido menor de 4 indica el final de la reacción aglutinante.

35

Para medir la AT, se prepara un agente de titulación diluyendo 2,5 ml de ácido sulfúrico conc. (>99 %) con 1 l de agua de intercambio iónico. Se valoraron volumétricamente a continuación 5 ml del aglutinante a investigar a temperatura ambiente con este agente de titulación manteniendo el aglutinante en movimiento con agitación manual; si se prefiere, usar un agitador magnético y una varilla magnética. La valoración volumétrica se continúa hasta que aparece una ligera turbidez en el aglutinante, que no desaparece cuando el aglutinante se agita.

40

La acid tolerance (tolerancia a ácido - AT) se calcula dividiendo la cantidad de ácido utilizada en la valoración volumétrica (ml) por la cantidad de muestra (ml):

45

$$AT = (\text{Volumen usado en la valoración volumétrica (ml)}) / (\text{Volumen de muestra (ml)})$$

Usando la resina de fenol-formaldehído modificada con urea obtenida, se prepara un aglutinante mediante la adición de una solución acuosa de amoniaco al 25 % (90 ml) y sulfato de amonio (13,2 g) seguido por agua (1,30 kg).

50 A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente y la mezcla se diluyó con la cantidad de agua requerida para las mediciones de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), o agua y silano (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes, Momentive VS-142), para mediciones de resistencia mecánica.

55

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia C

Este aglutinante se basa en los productos de reacción de alcanolamina-anhídrido de ácido policarboxílico.

60 Se introduce dietanolamina (DEA, 231,4 g) en un reactor de 5 litros de vidrio provisto de agitador y camisa de calentamiento/enfriamiento. La temperatura de la dietanolamina se eleva a 60 °C, momento en que se añade anhídrido tetrahidroftálico (THPA, 128,9 g). Después de elevar la temperatura y mantenerla a 130 °C, se añade una segunda porción de anhídrido tetrahidroftálico (64,5 g) seguido por anhídrido trimelítico (TMA, 128,9 g). Después de reaccionar durante 1 hora a 130 °C, la mezcla se enfría a 95 °C. Se añade agua (190,8 g) y la agitación se continúa durante 1 hora. Después de enfriar a temperatura ambiente, la mezcla se vierte en agua (3,40 kg) y se añade una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (9,6 g) y una solución acuosa de

65

amoniaco al 25 % (107,9 g) con agitación. Se calienta jarabe de glucosa (1,11 kg) a 60 °C y, a continuación, se añade con agitación seguido por una solución acuosa al 50 % de silano (Momentive VS-142) (5,0 g).

5 A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente, y la mezcla se diluyó con la cantidad requerida de agua para las mediciones de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %).

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia D

10 Este aglutinante se basa en los productos de reacción de alcanolamina-anhídrido de ácido policarboxílico.

15 Se introduce dietanolamina (EDA, 120,5 g) en un reactor de 5 litros de vidrio provisto de un agitador y una camisa de calentamiento/enfriamiento. La temperatura de la dietanolamina se eleva a 60 °C, momento en que se añade anhídrido tetrahidrofáltico (THPA, 67,1 g). Después de elevar la temperatura y mantenerla a 130 °C, se añade una segunda porción de anhídrido tetrahidrofáltico (33,6 g) seguido por anhídrido trimelítico (TMA, 67,1 g). Después de reaccionar durante 1 hora a 130 °C, la mezcla se enfría a 95 °C. Se añade agua (241,7 g) y la agitación se continúa durante 1 hora. A continuación se añade urea (216,1 g), y la agitación continúa hasta que todo el sólido se disuelve. Después de enfriar a temperatura ambiente, la mezcla se vierte en agua (3,32 kg) y se añade una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (5,0 g) y una solución acuosa de amoniaco al 25 % (56,3 g) con agitación.

20 Se calienta jarabe de glucosa (1,24 kg) a 60 °C y, a continuación, se añade con agitación seguido por una solución acuosa al 50 % de silano (Momentive VS-142) (5,0 g).

25 A continuación se midieron los sólidos aglutinantes como se ha descrito anteriormente, y la mezcla se diluyó con la cantidad requerida de agua para las mediciones de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %).

Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia E

30 Una mezcla de ácido L-ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente. Una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (1,50 g; así eficazmente 0,75 g, 11,4 mmol de ácido hipofosforoso) se añadió a continuación (pH 1,2). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,51 g; así eficazmente 0,42 g, 24,8 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,3. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (20,2 %).

35 Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,347 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,337 g/g de mezcla aglutinante), y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante, Momentive VS-142). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,4.

40 Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia F

45 Una mezcla de ácido L-ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así, eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente. Una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; así eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) se añadió a continuación (pH 1,3). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,99 g; así eficazmente 0,28 g, 16,3 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,7. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (20,1 %).

50 Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,341 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,331 g/g de mezcla aglutinante), y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante, Momentive VS-142). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,4.

55 Aglutinante de ejemplo, aglutinante de referencia G

60 Una mezcla de ácido L-ascórbico (3,00 g, 17,0 mmol) y solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (16,0 g; así, eficazmente 12,0 g de jarabe de glucosa) en agua (31,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta que se obtuvo una solución transparente. Una solución acuosa de ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; así eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) se añadió a continuación (pH 1,2). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,94 g; así eficazmente 0,54 g, 31,9 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,5. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (19,6 %).

65 Para los estudios de DMA (solución de sólidos aglutinantes al 15 %), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,306 g/g de mezcla aglutinante). Para los estudios de resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al

15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,296 g/g de mezcla aglutinante Momentive VS-142), y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final para los estudios de resistencia mecánica tenía un pH = 6,6.

5 Composiciones de aglutinante según la presente invención

En lo sucesivo, los números de entrada de los ejemplos de aglutinante corresponde a los números de entrada usados en la Tabla 1.

10 Ejemplo de aglutinante, entrada 1 (no según la invención)

Una mezcla de xilosa (15,0 g) y sulfamato de amonio (0,75 g, 6,57 mmol) en agua (40,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 4,3). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,055 g; así eficazmente 0,02 g, 0,90 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 8,2. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (18,4 %).

Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 1,0 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,210 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,018 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=6,8.

20 Ejemplo de aglutinante, entrada 4 (no según la invención)

Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (20,0 g; así eficazmente 15,0 g de jarabe de glucosa), y sulfamato de amonio (0,75 g, 6,57 mmol) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 4,2). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,069 g; así eficazmente 0,02 g, 1,13 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 8,1. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (19,0 %).

Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 1,0 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,250 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,019 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=8,3.

Ejemplo de aglutinante, entrada 6 (no según la invención)

35 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (20,0 g; así eficazmente 15,0 g de jarabe de glucosa), y sulfamato de amonio (0,60 g, 5,26 mmol) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 4,2). A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (19,3 %).

Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,275 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,010 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=7,4.

Ejemplo de aglutinante, entrada 7 (no según la invención)

45 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (20,0 g; así eficazmente 15,0 g de jarabe de glucosa), y ácido N-ciclohexilsulfámico (1,50 g, 8,37 mmol) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 1,2). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,65 g; así eficazmente 0,18 g, 10,7 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 7,8. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (20,9 %).

50 Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 1,0 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,370 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,021 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=8,3.

55 Ejemplo de aglutinante, entrada 15 (no según la invención)

Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (20,0 g; así eficazmente 15,0 g de jarabe de glucosa), sulfamato de amonio (0,75 g, 6,57 mmol) y urea (1,50 g) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 4,4). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,035 g; así eficazmente 0,01 g, 0,58 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 8,0. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (21,1 %).

65 Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 1,0 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,384 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,021 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=8,5.

Ejemplo de aglutinante, entrada 17 (no según la invención)

5 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (20,0 g; así eficazmente 15,0 g de jarabe de glucosa), urea (1,50 g,) y ácido N-ciclohexilsulfámico (0,75 g, 4,18 mmol) en agua (35,0 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 1,2). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,55 g; así eficazmente 0,15 g, 9,0 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 8,7. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (20,9 %).

10 Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 1,0 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,371 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,021 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=9,0.

Ejemplo de aglutinante, entrada 19

15 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol), ácido hipofosforoso al 50 % (0,60 g; así eficazmente 0,30 g, 4,55 mmol de ácido hipofosforoso) y sulfamato de amonio (0,75 g, 6,57 mmol) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 1,3). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,17 g; así eficazmente 0,33 g, 19,2 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,4. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (21,0 %).

20 Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,389 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,011 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=7,0.

25 Ejemplo de aglutinante, entrada 20 (no según la invención)

30 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y sulfamato de amonio (0,90 g, 7,89 mmol) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 2,4). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (0,64 g; así eficazmente 0,18 g, 10,5 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 6,5. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (22,6 %).

35 Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,496 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,011 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=6,7.

Ejemplo de aglutinante, entrada 21 (no según la invención)

40 Una mezcla de solución acuosa de jarabe de glucosa al 75,1 % (18,0 g; así eficazmente 13,5 g de jarabe de glucosa), ácido ascórbico (1,50 g, 8,52 mmol) y ácido N-ciclohexilsulfámico (0,90 g, 5,02 mmol) en agua (30,5 g) se agitó a temperatura ambiente hasta obtener una solución transparente (pH 0,9). Una solución acuosa de amoniaco al 28 % (1,40 g; así eficazmente 0,39 g, 23,0 mmol de amoniaco) se añadió gota a gota a continuación hasta pH = 7,5. A continuación se midieron los sólidos aglutinantes (21,5 %).

45 Para los estudios de DMA y resistencia mecánica (solución de sólidos aglutinantes al 15 %, 0,5 % de silano de sólidos aglutinantes), la mezcla aglutinante se diluyó con agua (0,419 g/g de mezcla aglutinante) y una solución acuosa de silano al 10 % (0,011 g/g de mezcla aglutinante). La mezcla de aglutinante final tenía un pH=7,2.

50 El resto de aglutinantes mencionados en la Tabla 1 se prepararon de una forma análoga a la preparación anteriormente descrita.

Tabla 1-1

Ejemplo	Aglutinantes de referencia						
	A	B	C	D	E	F	G
Composición de aglutinante							
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)							
Ácido L-ascórbico	-	-	-	-	10	10	20
Carbohidrato (% en peso)							
Jarabe de glucosa	-	-	-	-	90	90	80

ES 2 762 492 T3

Xilosa	-	-	-	-	-	-	-
Pan	-	-	-	-	-	-	-
Almidón	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]							
Urea	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	-	-	-	5	2	2
Sulfato de amonio	-	-	-	-	-	-	-
Sulfamato de amonio	-	-	-	-	-	-	-
Ácido N-ciclohexilsulfámico	-	-	-	-	-	-	-
N-ciclohexil sulfamato de sodio	-	-	-	-	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]							
Amoniaco (añadido)	-	-	-	-	1,2	1,2	1,5
Silano (% de sólidos aglutinantes)							
	-	-	-	-	0,5	0,5	0,5
Propiedades del aglutinante							
Inicio del curado (°C)	144	159	178	196	148	172	158
Finalización del curado (°C)	165	172	210	220	169	193	182
Pérdida de reacción (%)	39,3	28,5	28,9	30,6	33,8	33,4	35,0
pH de sol. al 15 %	5,0	10,0	6,1	6,2	6,4	6,4	6,6
Resistencia mecánica, no envejecido	***	***	***	***	***	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	***	**	**	***	**
^[a] De carbohidrato + ácido ascórbico (o derivado). ^[b] Equivalentes molares con respecto a aditivos (excl. urea) + ácido ascórbico.							

Tabla 1-2

Ejemplo	Carbohidrato, ácido sulfámico y/o derivados, amoniaco													Pan o almidón, sulfamato de amonio		
	1 ^[c]	E ^[c]	2 ^[c]	3 ^[c]	4 ^[c]	5 ^[c]	6 ^[c]	F ^[c]	7 ^[c]	8 ^[c]	9 ^[c]	10 ^[c]	11 ^[c]	5 ^[c]	12 ^[c]	13 ^[c]
Composición de aglutinante																
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)																
Ácido L-ascórbico	0	10	0	0	0	0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0
Carbohidrato (% en peso)																
Jarabe de glucosa	-	90	100	100	100	100	100	90	100	100	100	100	100	100	-	-
Xilosa	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Pan	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100	-
Almidón	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100
Aditivo (% en peso) ^[a]																
Urea	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido hipofosforoso	-	5	-	-	-	-	-	2	-	2	-	-	-	-	-	-
Sulfato de amonio	-	-	5	2,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sulfamato de amonio	5	-	-	2,5	5	5	4	-	-	-	-	2	-	5	5	5
Ácido N-ciclohexilsulfámico	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	5	-	-	-	-	-

N-ciclohexil sulfamato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-
Amina (equiv.) ^[b]																	
Amoniaco (añadido)	0,1	1,2	-	-	0,2	-	-	1,2	1,3	1,7	2,7	-	-	-	-	-	
Silano (% de sólidos aglutinantes)	1,0	0,5	0,5	0,5	1,0	0,5	0,5	0,5	1,0	0,5	1,0	0,5	1,0	0,5	0,5	0,5	

(continuación)

Ejemplo	Carbohidrato, ácido sulfámico y/o derivados, amoniaco													Pan o almidón, sulfamato de amonio		
	1 ^[c]	E ^[c]	2 ^[c]	3 ^[c]	4 ^[c]	5 ^[c]	6 ^[c]	F ^[c]	7 ^[c]	8 ^[c]	9 ^[c]	10 ^[c]	11 ^[c]	5 ^[c]	12 ^[c]	13 ^[c]
Composición de aglutinante																
Propiedades del aglutinante																
Inicio del curado (°C)	143	148	156	158	165	168	170	172	176	205	205	214	219	168	219	-
Finalización del curado (°C)	160	169	174	175	182	187	193	193	193	236	253	258	246	187	230	-
Pérdida de reacción (%)	34,8	33,8	32,3	32,4	32,6	31,7	31,3	33,4	28,5	28,0	27,2	26,1	34,2	31,7	47,3	29,3
pH de sol. al 15 %	6,8	6,4	6,2	6,1	8,3	6,5	7,4	6,4	8,3	8,4	9,5	7,7	8,6	6,5	7,6	6,6
Resistencia mecánica, no envejecido	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***	***	*	**
Resistencia mecánica, envejecido	**	**	**	*y**	**	*	**	***	**	*y**	**	**	**		*	*

^[a] De carbohidrato + ácido ascórbico (o derivado). ^[b] Equivalentes molares con respecto a aditivos (excl. urea) + ácido ascórbico. ^[c] no según la invención

Tabla 1-3

Ejemplo	Jarabe de glucosa, ácido sulfámico y/o derivados, urea, amoniaco								Jarabe de glucosa, ácido ascórbico, ácido sulfámico y/o derivados, amoniaco							
	14 ^[c]	4 ^[c]	15 ^[c]	16 ^[c]	17 ^[c]	18 ^[c]	10 ^[c]	19	E ^[c]	20 ^[c]	F ^[c]	21 ^[c]	22 ^[c]	23 ^[c]	G ^[c]	24 ^[c]
Composición de aglutinante																
Ácido ascórbico o deriv. (% en peso)																
Ácido L-ascórbico	0	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	10	10	10	20	20
Carbohidrato (% en peso)																
Jarabe de glucosa	100	100	100	100	100	100	100	90	90	90	90	90	90	90	80	80
Xilosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Pan	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Almidón	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Aditivo (% en peso) ^[a]																
Urea	5	-	10	5	10	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ácido	-	-	-	-	-	-	-	2	5	-	2	-	-	-	2	-

ES 2 762 492 T3

hipofosforoso																
Sulfato de amonio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sulfamato de amonio	5	5	5	5	-	2	2	5	-	6	-	-	2	-	-	2
Ácido N-ciclohexilsulfámico	-	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-	6	-	-	-	-
N-ciclohexil sulfamato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6	-	-
Amina (equiv.) ^[b]																
Amoniaco (añadido)	-	0,2	0,1	0,1	2,2	-	-	1,0	1,2	0,6	1,2	1,7	1,0	1,1	1,5	1,2
Silano (% de sólidos aglutinantes)	0,5	1,0	1,0	1,0	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5

(continuación)

	Jarabe de glucosa, ácido sulfámico y/o derivados, urea, amoniaco							Jarabe de glucosa, ácido ascórbico, ácido sulfámico y/o derivados, amoniaco								
Ejemplo	14 ^[c]	4 ^[c]	15 ^[c]	16 ^[c]	17 ^[c]	18 ^[c]	10 ^[c]	19	E ^[c]	20 ^[c]	F ^[c]	21 ^[c]	22 ^[c]	23 ^[c]	G ^[c]	24 ^[c]
Composición de aglutinante																
Propiedades del aglutinante																
Inicio del curado (°C)	162	165	167	170	190	199	214	148	148	162	172	179	189	197	158	168
Finalización del curado (°C)	183	182	190	191	212	219	258	163	169	180	193	196	209	217	182	192
Pérdida de reacción (%)	32,5	32,6	30,0	29,1	30,6	27,1	26,1	32,7	33,8	27,5	33,4	31,1	27,1	34,6	35,0	33,8
pH de sol. al 15 %	7,5	8,3	8,5	8,7	9,0	7,9	7,7	7,0	6,4	6,7	6,4	7,2	6,9	7,0	6,6	8,3
Resistencia mecánica, no envejecido	***	***	***	***	***	***	***	**	***	**	***	***	***	***	***	***
Resistencia mecánica, envejecido	*	**	**	**	**	***	**	**	**	**	***	**	***	***	**	**

^[a] De carbohidrato + ácido ascórbico (o derivado). ^[b] Equivalentes molares con respecto a aditivos (excl. urea) + ácido ascórbico. ^[c] no según la invención

REIVINDICACIONES

1. Una composición acuosa de aglutinante para fibras minerales que comprende:
- 5 - un componente (i) en forma de un jarabe de glucosa que tiene un ED de 60 a menos de 100, en particular de 60 a 99, más en particular de 85 a 99;
- un componente (ii) en forma de ácido sulfámico y/o sus sales, preferiblemente sulfamato de amonio y/o ácido N-ciclohexilsulfámico y/o sus sales;
- 10 - amoniaco;
- ácido hipofosforoso;
- en donde la proporción de componentes (i), (ii), amoniaco y ácido hipofosforoso está en el intervalo de 0,5-15 % en peso, en particular de 1-12 % en peso, más en particular de 2-10 % en peso de componente (ii), basado en la masa de componente (i), 0,5-10 % en peso, en particular de 1-8 % en peso, más en particular de 1-5 % en peso de ácido hipofosforoso, basado en la masa de componente (i), y en donde el componente de amoniaco está preferiblemente presente en una cantidad de 0,1 a 5 equivalentes molares de amoniaco con respecto a los equivalentes molares combinados de componente (ii) y ácido hipofosforoso.
- 15
2. Un aglutinante acuoso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el componente (ii) se selecciona del grupo que consiste en sulfamato de amonio, sulfamato de calcio, sulfamato de sodio, sulfamato de potasio, sulfamato de magnesio, sulfamato de cobalto, sulfamato de níquel, N-ciclohexil sulfamato de sodio.
- 20
3. Una composición acuosa de aglutinante según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante además comprende un ácido carboxílico, tal como un ácido policarboxílico monomérico, preferiblemente ácido cítrico.
- 25
4. Una composición acuosa de aglutinante según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición acuosa de aglutinante además comprende urea.
- 30
5. Un método para producir un producto de fibra mineral unida que comprende las etapas de poner en contacto las fibras minerales con una composición de aglutinante según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, y curar la composición de aglutinante.
- 35
6. Producto de fibra mineral, que comprende fibras minerales en contacto con la composición de aglutinante curada según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.