

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 016**

51 Int. Cl.:
C08F 218/08 (2006.01)
D04H 1/64 (2012.01)
C08F 220/54 (2006.01)
C08F 220/56 (2006.01)
C08F 220/58 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08013431 .5**
96 Fecha de presentación: **25.07.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2020421**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.02.2009**

54 Título: **Dispersiones autorreticulables que utilizan una mezcla reticulante de acrilamidas y n-alquilol-acrilamidas con un alquilol de c2-c10**

30 Prioridad:
31.07.2007 US 888164

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
07.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
07.05.2012

73 Titular/es:
**CELANESE INTERNATIONAL CORPORATION
1601 WEST LBJ FREEWAY
DALLAS, TX 75234-6034, US**

72 Inventor/es:
Goldstein, Joel, E.

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

ES 2 380 016 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

Dispersiones autorreticulables que utilizan una mezcla reticulante de acrilamidas y n-alquilol-acrilamidas con un alquilol de C₂-C₁₀

5 Campo técnico

El presente invento se refiere a unas dispersiones de polímeros autorreticulables y, en unas formas de realización preferidas, a unas dispersiones acuosas de polímeros contienen acetato de vinilo, las cuales incorporan mezclas de acrilamida y N-etilol-acrilamida como el agente reticulante.

10 Antecedentes

15 Ciertas dispersiones poliméricas se aplican a telas no tejidas para mantener juntas a las fibras de una banda continua, de manera tal que la banda continua exhibe una elevada resistencia a la tracción o es autosustentadora. Unas apropiadas dispersiones convencionales incluyen unos polímeros autorreticulables de acetato de vinilo y etileno con N-metilol-acrilamida (NMA) incorporada en el polímero como un agente reticulante. El agente reticulante NMA proporciona una resistencia mecánica en húmedo y una resistencia a los disolventes orgánicos aumentadas; sin embargo, estas composiciones tienden a desprender formaldehído, que es percibido como un riesgo para la salud. Correspondientemente, se han efectuado numerosos intentos para disminuir o eliminar el formaldehído en productos autorreticulables.

20 La patente de los EE.UU. 4.449.978 concedida a *Iacoviello* describe el uso de la N-metilol-acrilamida en unión con la acrilamida (por ejemplo en una relación molar de 1:1) como los agentes químicos reticulantes. Este enfoque no proporciona sistemas exentos de formaldehído, pero sí que proporciona unos sistemas con unos niveles significativamente más bajos de formaldehído libre en comparación con unos sistemas que usan solamente N-metilol-acrilamida como el agente químico reticulante. Se observa en esta patente que la misma proporción en peso de la mezcla proporciona unas propiedades comparables con las de la N-metilol-acrilamida solamente, incluso aunque solamente la mitad de los moles de la mezcla contenga el radical metilol de autorreticulación. Véase la Tabla 4, columnas 13-14.

25 Las patentes de los EE.UU. n.ºs. 3.714.099 y 3.714.100 concedidas a *Biale* y a *Biale y colaboradores*, respectivamente, describen el uso de N-etilol-acrilamida como el monómero reticulante en polímeros o bien de acetato de vinilo o de acetato de vinilo y etileno. La patente de los EE.UU n.º 5.021.529 concedida a *Garrett* describe también el uso de la N-etilol-acrilamida como un ingrediente, o el uso de acrilamida y luego la adición de acetaldehído al polímero en dispersión terminado, para producir de esta manera la N-etilol-acrilamida in situ.

30 Mientras que las N-etilol-acrilamidas han sido descritas en la bibliografía por ser útiles como agentes reticulantes, ellas no se usan comercialmente debido, en parte, a que ellas no proporcionan unas propiedades de resistencia mecánica en húmedo comparables con las de las composiciones que contienen NMA. Véase la patente de los EE.UU. 5.021.529 concedida a *Garrett* antes mencionada en las col. 9-col. 10, Tablas 1 y 2 acerca de la resistencia mecánica en húmedo de agentes aglutinantes de acrilato de etilo, en donde se observa que los sistemas de resinas autorreticulables basados en NMA exhiben mucha más resistencia a la tracción en húmedo. Por lo tanto la N-etilol-acrilamida y las alquilol-acrilamidas de orden superior son percibidas generalmente como inapropiadas como agentes reticulantes para un uso comercial.

35 Sin pretender estar vinculado a ninguna teoría particular, se observa que el equilibrio de la reacción de acrilamida y acetaldehído está situado menos hacia el producto, la N-etilol-acrilamida, que el de la correspondiente reacción de formaldehído con acrilamida está situado hacia su producto, la N-metilol-acrilamida. Por lo tanto, inherentemente hay presente un nivel relativamente alto de acetaldehído en composiciones de N-etilol-acrilamida. El acetaldehído (a diferencia del formaldehído) es un agente de transferencia de cadena que da como resultado la formación de polímeros u oligómeros de bajo peso molecular en vez de los polímeros de más alto peso molecular que se necesitan para aplicaciones de telas confeccionadas y materiales textiles. En estas aplicaciones la meta es la de conseguir unas redes de peso molecular infinito para proporcionar a la tela acabada una resistencia mecánica en húmedo y una resistencia a los disolventes que sean comparables con las de las telas tejidas. Puesto que el acetaldehído en la mezcla de polimerización actúa como un agente de transferencia de cadenas, que transfiere el radical desde la cadena a un monómero, el producto resultante no es capaz de conseguir un peso molecular suficiente como para proporcionar las deseadas propiedades de resistencia mecánica. La adición de más cantidad de N-etilol-acrilamida proporcionará un nivel más alto de reticulación, pero también aumentará la cantidad de acetaldehído que tiene un efecto perjudicial sobre el peso molecular.

40 Un método propuesto para eliminar aldehídos a partir de mezclas con N-alquilol-acrilamidas implica reducir el aldehído para formar etanol con borohidruro de sodio. Véase la patente de los EE.UU. n.º 5.415.926 concedida a *Leighton y colaboradores*. Aunque éste puede constituir un método factible de hacer utilizable a una mezcla que contiene aldehídos, el método es caro, largo y tedioso, en el mejor de los casos. Éste puede también no ser efectivo

a causa de que el producto de reacción, una N-alquilol-acrilamida, puede simplemente experimentar una retro-reacción para restaurar una composición en equilibrio cuando se usa en una composición de agente aglutinante.

Sumario del invento

5 Se ha encontrado que la adición de una mezcla de una acrilamida y una N-alquilol-acrilamida (alquilol de C₂ y de orden más alto) a una composición de agente aglutinante durante la polimerización proporciona una dispersión autorreticulable, al mismo tiempo que mejora los efectos desfavorables de un aldehído libre sobre el polímero aglutinante así producido. Sin pretender estar vinculado a ninguna teoría, se cree que la acrilamida presente fuerza al equilibrio en dirección hacia el producto N-alquilol-acrilamida, reduciendo el nivel de alquil-aldehído residual en el sistema. Esto permite que se preparen polímeros con un peso molecular más alto en comparación con el de los sistemas que solamente usan la N-etilol-acrilamida, por ejemplo. Las mezclas de acrilamida y alquilol-acrilamidas se preparan apropiadamente usando la acrilamida en exceso cuando se preparan las alquilol-acrilamidas.

15 Estos nuevos sistemas proporcionan unos polímeros en forma de látex exentos de formaldehído, que se pueden usar en vez de polímeros análogos que contienen formaldehído. A este respecto, se usó la misma cantidad en peso de una mezcla 1:1 de N-etilol-acrilamida y acrilamida en vez de una mezcla 1:1 de N-metilol-acrilamida y acrilamida en un polímero testigo. Debido a la diferencia en el peso molecular, sólo había presente alrededor de un 87 % de los moles de N-etilol-acrilamida como la masa equivalente de N-metilol-acrilamida en el polímero testigo, y además las propiedades eran comparables. El peso molecular puede ser aumentado por incrementos añadiendo un agente reticulante in situ, tal como el ftalato de dialilo o el cianurato de tri-alilo, si así se desea. También es posible reducir aún más el aldehído en exceso con respecto al etanol con el enfoque de borohidruro de sodio antes mencionado, o aumentar la cantidad de acrilamida de manera tal que la relación sea más rica en acrilamida con el fin de influir adicionalmente sobre el equilibrio entre la acrilamida y la alquilol-acrilamida en el sistema. Alternativamente, se podría usar relativamente menos cantidad de acrilamida y todavía se podría influir positivamente sobre el sistema reticulante en comparación con el uso de una alquilol-acrilamida a solas.

25 Otros detalles y ventajas resultarán evidentes a partir de la discusión que sigue.

Descripción detallada

30 Como se usa en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones, los términos "acrilamida" y "alquilol-acrilamida" se refieren a la acrilamida o a su compuesto equivalente funcional, metacrilamida, cuando estos términos se escriben en letras minúsculas. El uso inicial de una letra mayúscula, por ejemplo en "Acrilamida" o "alquilol-Acrilamida" designa a la acrilamida propiamente dicha.

Las expresiones C₂, C₃, C₄, etcétera, se refieren respectivamente a unos radicales que contienen dos carbonos, tres carbonos y cuatro carbonos, etcétera. Por lo tanto, una N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida se refiere a N-etilol-acrilamida, N-propilol-acrilamida, etcétera, hasta llegar a las N-alquilol de C₁₀-acrilamidas.

35 La terminología de "demora de tiempo" se refiere al período del tiempo total en el que un ingrediente o una mezcla de ingredientes se añade a un medio de reacción.

40 Las dispersiones acuosas aquí descritas se pueden preparar usando unos materiales y unas técnicas conocidos/as en la especialidad. Unas composiciones de monómeros, unos agentes emulsionantes, unos procesos de ensayo, etcétera, aparecen en la patente de los EE.UU. n° 7.056.847 concedida a *Walker y colaboradores*, cuya divulgación se incorpora al presente caso por su referencia, así como en la patente de los EE.UU. n° 5.021.529 concedida a *Garrett* que antes se ha mencionado.

45 Las composiciones del invento son útiles generalmente como composiciones de resinas aglutinantes y son particularmente útiles en la producción de productos no tejidos hechos a partir de una banda continua de fibras. La banda continua puede ser formada por cualquier proceso conocido en la especialidad, tal como un proceso de cardadura, deposición por aire, deposición en seco, deposición en húmedo o conformación por aire. Las fibras pueden ser naturales, sintéticas, o de una mezcla de estos tipos. El agente aglutinante es aplicado a las fibras por cualquier medio conocido en la especialidad, tal como por impresión o estampación, espumación, saturación, revestimiento y atomización, luego es secado sobre unos botes o estufas con vapor de agua, tal como se practica actualmente en la producción de artículos enrollados no tejidos. Los niveles de adición del agente aglutinante para materiales no tejidos útiles en el presente invento pueden ser de 0,1 a 100 por ciento, de manera preferible de 3 a 30 por ciento. Los materiales no tejidos hechos con el agente aglutinante del presente invento son útiles en unas aplicaciones en las que es importante la integridad o resiliencia en húmedo, tales como paños de frotación, pañales, productos para la higiene femenina, productos médicos y productos de filtración. Los paños de frotación no tejidos se pueden usar en la forma seca y mojar justamente antes del uso, o se pueden humedecer previamente con disolventes indistintamente acuosos u orgánicos, como se conoce en la especialidad. Los paños de frotación no tejidos son útiles en unas aplicaciones que incluyen las de la limpieza doméstica, la limpieza personal, los paños de frotación para bebés y los paños de frotación industriales. Los materiales no tejidos del invento incluyen a la vez

productos no tejidos desechables al igual que materiales no tejidos duraderos tales como almohadillas abrasivas, telas para usos médicos y forros de prendas de vestir.

5 El agente aglutinante en emulsión del invento se puede usar también como agente aglutinante para un papel recrespado doble. Un papel recrespado doble se usa en productos tales como los de toallas. El agente aglutinante es aplicado por impresión en un nivel de adición de aproximadamente 4 a 20 por ciento.

El agente aglutinante en emulsión se puede usar para aglutinar otras fibras, tales como fibras de vidrio y fibras de carbono, por unos medios conocidos en la especialidad.

Ejemplo 1

10 El siguiente procedimiento se usó para preparar una dispersión acuosa de acetato de vinilo del invento.

480,0 g de agua desionizada, 3,0 g de Aerosol A-102, 15,00 g de una solución acuosa al 25 % de vinil sulfonato de sodio (SVS), 0,12 g de acetato de sodio, 3,60 g de Igepal CA-887, 0,6 g de formaldehído sulfoxilato de sodio (SFS), 2,40 g de una solución acuosa al 1 % de Versene 100 y 2,40 g de una solución acuosa al 1 % de sulfato ferroso se añadieron a un reactor de vidrio con una capacidad de un litro. Se proporcionó suficiente cantidad de ácido fosfórico para ajustar el pH a valores entre 3,8 y 4,2. Mientras que se agitaba, el recipiente fue purgado con una corriente de nitrógeno. Después de 10 minutos, el reactor fue calentado a 65 °C para establecer la iniciación; sin embargo, cuando la temperatura en el reactor alcanzó los 50 °C, se añadieron 60,0 g de acetato de vinilo al reactor, seguidos por otros ingredientes, como se especifican. Cuando la temperatura en el reactor era de 58 °C (y posteriormente a ello), se añadió lentamente al reactor una solución acuosa de 2,64 g de hidroperóxido de *t*-butilo en 60,0 g de agua desionizada, de manera tal que el tiempo de demora total fuese de 4,25 horas. Al mismo tiempo (y después de esto) se añadió lentamente al reactor una solución acuosa de 1,72 g de SFS en 54,0 g de agua desionizada, de manera tal que su tiempo de demora total fuese equivalente al de la solución acuosa de hidroperóxido de *t*-butilo. Cuando la temperatura en el reactor llegó a 65 °C, se observó la iniciación. Cinco minutos después de la iniciación observada, se añadió una solución acuosa de 72,0 g de agua desionizada, 24,0 g de Aerosol A-102, 8,40 g de Igepal CA-887, 0,60 g de acetato de sodio, 510 g de acetato de vinilo, 30,0 g de acrilato de butilo y 75,0 g una solución acuosa al 48 % de acrilamida y de N-etilol-acrilamida (NEA) en una relación molar de 1:1 (con bajo contenido de aldehído) y se continuó añadiendo de manera tal que el tiempo de demora total fuese de cuatro horas. La temperatura en el reactor se mantuvo ajustando el caudal del par redox. Cuando el monómero hubo sido añadido por completo al reactor, el par redox continuó siendo añadido durante otros cinco minutos. En este punto, se añadieron 0,15 g de hidroperóxido de *t*-butilo y la mezcla de reacción se agitó durante cinco minutos. Luego se añadió una solución acuosa de 0,72 g de SFS en 6,0 g de agua desionizada y la masa de reacción se agitó durante otros quince minutos. La masa de reacción se dejó luego enfriar. Cuando el reactor se hubo enfriado a 30 °C, la dispersión preferida se transfirió a una botella limpia con una capacidad de un cuarto de galón (de 0,95 litros). La dispersión resultante contenía 46,29 % de materiales sólidos con un valor del pH de 5,0, una viscosidad de Brookfield de 44 cps, 0,017 % de partículas con el tamaño de arena y un tamaño de partículas de 343 nm.

Ejemplo 2

El siguiente proceso se usó para preparar una dispersión acuosa de etileno y acetato de vinilo del invento.

1.610,0 g de agua desionizada, 14,0 g de una solución acuosa al 1 % de sulfato ferroso, 84,0 g de SVS, 87,5 g de Hostapur SAS30, 58,45 g de Polystep TD 189, 14,0 g de una solución acuosa al 1% de Versene 100, 1,75 g de sulfato de sodio y 1,575 g de eritorbato de sodio se añadieron a un reactor de acero con una capacidad de diez litros. Se añadió una cantidad de ácido fosfórico suficiente para ajustar el pH a 3,8, luego se añadieron 2.870,0 g de acetato de vinilo y el reactor se presurizó con etileno a 750 psi (52,5 kg/cm²). Mientras que se agitaba a 500 rpm, se dejó que el recipiente llegase al equilibrio. Una vez que el reactor estaba en equilibrio (y después de ello) la agitación se redujo a 400 rpm, se añadió lentamente una solución acuosa de 17,5 g de hidroperóxido de *t*-butilo en 210,0 g de agua desionizada juntamente con una solución acuosa de 14,0 g de eritorbato de sodio en 210,0 g de agua desionizada. El tiempo de demora total para estas dos adiciones lentas fue de aproximadamente tres horas. Después de una iniciación (hubo un aumento de dos grados en la temperatura del reactor), la temperatura de la camisa del reactor fue aumentada a 5 °C y se añadió lentamente durante cuatro horas y media (1/2) una solución acuosa de 437,5 g de agua desionizada, 115,5 g de Hostapur SAS30, 43,75 g de Polystep TD 189, 0,525 g de acetato de sodio y 483,0 g de una solución acuosa al 48 % de acrilamida y de N-etilol-acrilamida (con un bajo contenido de acetaldehído) en una relación molar de 1:1. Las adiciones lentas del par redox se deceleraron también de manera tal que ellas acabasen 30 minutos después de esta demora acuosa. La temperatura en el reactor fue mantenida en 60-63 °C, mientras que la temperatura de la camisa era mantenida entre 50 y 52 °C. Cuando se terminaron las adiciones lentas del par redox, el reactor se dejó enfriar a 55 °C. Después de haber enfriado, el producto fue transferido al dispositivo separador de materiales volátiles. Se añadió rápidamente al reactor una solución acuosa de 3,5 g de hidroperóxido de *t*-butilo en 31,5 g de agua desionizada. Cinco minutos más tarde, se añadió en el transcurso de 15 minutos una solución acuosa de 2,625 g de eritorbato de sodio en 31,5 g de agua desionizada. Después de haber agitado durante una noche, la dispersión fue transferida a dos botellas limpias con

una capacidad de un galón (= 3,8 litros). La dispersión resultante tenía un contenido de 50,48 % de materiales sólidos con un pH de 4,7, una viscosidad Brookfield de 148 cps, 0,0006 % de partículas con el tamaño de arena y un tamaño de partículas de 369 nm.

Ejemplos 3, 4 y Ejemplos Comparativos A, B

5 Siguiendo los procesos de los Ejemplos 1 y 2 se sintetizaron unos interpolímeros usando una dispersión al 48 % de mezclas 1:1 de NMA y Acrilonitrilo en vez de mezclas de N-etilol-Acrilamida y de Acrilamida. Por lo tanto, la composición A era sustancialmente igual a la composición del Ejemplo 1 y la composición B era sustancialmente igual a la composición del Ejemplo 2 exceptuando a los agentes químicos de autorreticulación que se emplearon.

10 Las composiciones de los Ejemplos 1, 2 y las composiciones A, B se ensayaron para determinar las resistencias a la tracción en seco y en húmedo por aplicación de una proporción añadida de 20 % en peso de los interpolímeros a un papel para cromatografía Whatman #4 CHR a través de un proceso de saturación. La adición porcentual se calcula como sigue:

15
$$\% \text{ de adición} = \frac{\text{Peso de fibras saturadas} - \text{peso de fibras insaturadas}}{\text{peso de fibras saturadas}} \times 100 \%$$

20 El peso de fibras insaturadas es el peso de las fibras antes de que se aplicase cualquier composición de agente aglutinante. El peso de fibras saturadas es el peso de la banda continua después de que hubiese sido aplicado el agente aglutinante, y la banda continua es secada para eliminar sustancialmente la totalidad del agua. Las bandas continuas fibrosas no tejidas tendrán generalmente un valor del porcentaje de adición de 2 a 50 % en peso, de manera preferible de 15 a 30 % en peso en la mayor parte de los casos.

25 Después de un tratamiento con un agente aglutinante, el papel se seca luego en tambor durante 90 segundos a unas temperaturas de 98,9 hasta 101,7 °C (de 210 a 215 °F) y se cura durante 2 minutos a 148,9 hasta 162,8 °C (a 300 hasta 325 °F). Unas tiras de 1 pulgada x 5 pulgadas (= 2,54 cm x 12,7 cm) del papel Whatman saturado se cortan con la longitud de 5 pulgadas en la dirección transversal a la maquina (CMD). La resistencia a la tracción se mide en un aparato para ensayos de tracción Instron normalizado, ajustado a una longitud calibrada de 3 pulgadas (= 7,62 cm) y a una velocidad del cabezal de 1 pulgada (= 2,54 cm) por min. La resistencia a la tracción en húmedo se mide después de haber empapado las muestras durante 1 minuto en una solución al 1,0 por ciento del agente humectante Aerosol OT. 5-7 tiras para el ensayo de tracción se miden para determinar la resistencia a la tracción en húmedo y se calcula un valor medio. El valor característico de la resistencia mecánica en húmedo, proporcionado por un agente aglutinante se informa en gramos por pulgada (g/in) (= 2,54 cm). Los resultados aparecen seguidamente en la Tabla 1:

Tabla 1 – Comparación de las resistencias a la tracción de las composiciones de los Ejemplos 1, 2 y de las composiciones de los Ejemplos Comparativos A, B

Muestra	Resistencia a la tracción en seco en la CMD	Resistencia a la tracción en húmedo en la CMD
Composición A	6.809 g/in	4.064 g/in
Composición del Ejemplo 1	7.188 g/in	3.669 g/in
Composición B	7.450 g/in	4.251 g/in
Composición del Ejemplo 2	7.274 g/in	3.755 g/in

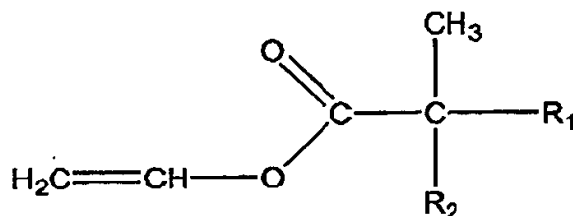
35 Se observa a partir de los anteriores datos que las composiciones del Ejemplo 1 y del Ejemplo 2 presentaban unas resistencias a la tracción en seco y en húmedo comparables con las de las composiciones basadas en NMA. Estos resultados son sorprendentes, puesto que ellos son contrarios a la experiencia convencional en donde las composiciones que contienen NMA exhiben generalmente mucha más resistencia a la tracción, especialmente resistencia a la tracción en húmedo, que las composiciones de N-alquilol-acrilamida con un alquilol de C₂ y de más alto grado.

45 Se proporciona por lo tanto de acuerdo con el invento una dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende un interpolímero autorreticulable que contiene una alquilol-acrilamida, siendo preparado el interpolímero en un medio de polimerización en emulsión por la vía de una interpolimerización en el siguiente medio: una mezcla de un monómero de acrilamida y un monómero de N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida, en la que la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas es por lo menos de 0,5; y por lo menos uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) añadido(s) al medio en una proporción comprendida entre 80 % en peso y 98 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio, en donde dichos uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) comprende(n) acetato de vinilo.

Generalmente, la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida es de 0,5 a 3, tal como cuando la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida es de 0,75 a 2. La relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida puede ser de 0,9 a 1,5 o de 1 a 1,25.

- 5 Las proporciones de acrilamida y de N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas en el medio son usualmente de desde 2 % en peso hasta 20 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio. y pueden ser de desde 3 % en peso hasta 10 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio. En una forma de realización preferida, las proporciones de acrilamida y de N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas en el medio son de desde 4 % en peso hasta 8 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio.
- 10 El monómero de acrilamida es usualmente Acrilamida y la N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida se selecciona apropiadamente entre N-etilol-Acrilamida, N-propilol-Acrilamida, N-butilol-Acrilamida y N-bencilol-Acrilamida en casos típicos. Además del acetato de vinilo, otros adicionales monómeros etilénicamente insaturados se pueden seleccionar entre: ácido acrílico; acrilonitrilo, acrilato de etilo; etileno, isopreno; metacrilato de metilo; metil estireno; butadieno; propileno; estireno; ésteres vinílicos de ácidos versáticos que incluyen los ésteres vinílicos de VeoVa® 9, VeoVa® 10 y VeoVa® 11.

Los ésteres vinílicos de VeoVa® son unos ésteres de ácidos versáticos disponibles de Hexion Specialty Chemicals, Columbus, Ohio. Los ésteres vinílicos tienen la siguiente estructura general:



- 20 en donde **R₁** y **R₂** son unos grupos alquilo que juntos pueden contener colectivamente alrededor de 6-8 átomos de carbono. Los ésteres vinílicos preferidos especialmente incluyen los ésteres vinílicos de VeoVa® 9, VeoVa® 10 y VeoVa® 11. En el VeoVa® 9, **R₁** y **R₂** juntos contienen 6 átomos de carbono. En el VeoVa® 10, **R₁** y **R₂** juntos contienen 7 átomos de carbono. En el VeoVa® 11, **R₁** y **R₂** juntos contienen 8 átomos de carbono.

- 25 En otro aspecto del invento, se proporciona una dispersión acuosa que contiene un interpolímero autorreticulable que contiene acetato de vinilo y N-etilol-Acrilamida, siendo preparado el interpolímero en un medio de polimerización en emulsión por la vía de una interpolimerización en el medio: del monómero de Acrilamida; del monómero de N-etilol-Acrilamida, en donde la relación molar de Acrilamida : N-etilol-Acrilamida interpolimerizadas es por lo menos de 0,5; y acetato de vinilo añadido al medio en una proporción de desde 50 % en peso hasta 98 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio. Estos polímeros específicos tienen generalmente los atributos más arriba señalados. El interpolímero contiene apropiadamente de 5 % en peso a 40 % en peso de unidades repetidas de etileno. y más típicamente de 15 % en peso a 30 % en peso de unidades repetidas de etileno.
- 30 Las preferidas relaciones molares de acrilamida : N-etilol-acrilamida son como se han mencionado anteriormente para las relaciones molares de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida, y las proporciones preferidas de Acrilamida y de N-etilol-Acrilamida son como se han mencionado anteriormente para acrilamida y N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamidas.

- 35 Otro aspecto del invento se dirige a un sustrato fibroso no tejido que comprende, fibras aglutinadas con un aglutinante interpolímero, siendo preparado el interpolímero en un medio de polimerización en emulsión por la vía de una interpolimerización en el siguiente medio: un monómero de acrilamida; un monómero de N-alquilol de C₂-C₁₀-acrilamida, en donde la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas es de por lo menos 0,5; y por lo menos uno o más monómeros etilénicamente insaturados adicionales añadidos al medio en una proporción comprendida entre 80 % en peso y 98 % en peso, basándose en el peso en seco de los monómeros interpolimerizados en el medio, en donde dicho(s) uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) comprende(n) acetato de vinilo. Las fibras comprenden fibras celulósicas para la fabricación de papel que se presentan en la naturaleza, y se derivan de una pasta papelera. y/o las fibras comprenden fibras de poliéster, fibras de polietileno, fibras de polipropileno, fibras de nylon o mezclas de las mismas.

- 45 La proporción añadida de interpolímero (peso en seco del mismo) al sustrato fibroso es de 2 % en peso a 50 % y más típicamente la adición de interpolímero al sustrato es de 15 % en peso a 30 %.

REIVINDICACIONES

1. Una dispersión acuosa que contiene un interpolímero autorreticulable que contiene una alquilol-acrilamida, siendo preparado el interpolímero en un medio de polimerización en emulsión por la vía de una interpolimerización en el siguiente medio:
- 5 (a) un monómero de acrilamida;
- (b) un monómero de N-alquilol de C₂-C₁₀-acrilamida, en donde la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas es de por lo menos 0,5; y
- 10 (c) por lo menos uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) añadido(s) al medio en una proporción de desde 80 % en peso a 98 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio, en donde dicho(s) uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) comprende(n) acetato de vinilo.
2. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂-C₁₀-acrilamida es de 0,5 a 3, de manera preferible de 1 a 1,25.
- 15 3. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 1, en la que las proporciones de acrilamida y de N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas en el medio son de desde 2 % en peso hasta 20 % en peso, de manera preferible de desde 4 % en peso hasta 8 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio.
- 20 4. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el monómero de acrilamida es la propia Acrilamida y la N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida se selecciona entre N-etilol-Acrilamida, N-propilol-Acrilamida, N-butilol-Acrilamida y N-bencilol-Acrilamida.
5. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 1, en la que otros monómeros etilénicamente insaturados adicionales se seleccionan entre: ácido acrílico; acrilonitrilo, etileno; isopreno; metacrilato de metilo; metil estireno; butadieno; propileno; estireno; ésteres vinílicos de ácidos versáticos, que incluyen los ésteres vinílicos de VeoVa® 9, VeoVa® 10 y VeoVa® 11.
- 25 6. Una dispersión acuosa que comprende un interpolímero autorreticulable que contiene acetato de vinilo y N-etilol-Acrilamida, siendo preparado el interpolímero en un medio de polimerización en emulsión por la vía de una interpolimerización en el siguiente medio:
- (a) el monómero de Acrilamida;
- 30 (b) un monómero de N-etilol-Acrilamida, en donde la relación molar de Acrilamida : N-etilol-Acrilamida interpolimerizadas es de por lo menos 0,5; y
- (c) por lo menos uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) añadido(s) al medio en una proporción de desde 80 % en peso hasta 98 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio
- 35 7. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 6, en la que en la relación molar de Acrilamida : N-etilol-Acrilamida es de 0,5 a 3, de manera preferible de 1 a 1,25.
8. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 6, en la que en el que las proporciones de Acrilamida y de N-etilol-Acrilamida interpolimerizadas en el medio son de desde 2 % en peso hasta 20 % en peso, preferiblemente de desde 4 % en peso hasta 8 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio.
- 40 9. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 6, en la que en el interpolímero contiene de 5 % en peso a 40 % en peso de unidades repetidas de etileno.
10. La dispersión acuosa de acuerdo con la reivindicación 9, en la que en el interpolímero contiene de 15 % en peso a 30 % en peso de unidades repetidas de etileno.
- 45 11. Un sustrato fibroso no tejido que comprende fibras aglutinadas con un aglutinante interpolímero, siendo preparado el interpolímero en un medio de polimerización en emulsión por la vía de una interpolimerización en el siguiente medio:

- 5
- (a) un monómero de acrilamida;
 - (b) un monómero de N-alquilol de C₂-C₁₀-acrilamida, en donde la relación molar de acrilamida : N-alquilol de C₂ a C₁₀-acrilamida interpolimerizadas es de por lo menos 0,5; y
 - (c) por lo menos uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) añadido(s) al medio en una proporción de desde 80 % en peso a 98 % en peso, basándose en el peso en seco de monómeros interpolimerizados en el medio, en donde dicho uno o más monómero(s) etilénicamente insaturado(s) adicional(es) comprende(n) acetato de vinilo.
12. El substrato fibroso no tejido de acuerdo con la reivindicación 11, en el que las fibras comprenden fibras celulósicas para la fabricación de papel que se presentan en la naturaleza y se derivan de una pasta papelera.
- 10 13. El substrato no tejido de acuerdo con la reivindicación 11, en el que las fibras comprenden fibras de poliéster, fibras de polietileno, fibras de polipropileno, fibras de nylon o mezclas de las mismas.
14. El substrato no tejido de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la proporción añadida del interpolímero (peso en seco del mismo) al substrato es de desde 2 % en peso hasta 50 %.
- 15 15. El substrato no tejido de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la proporción añadida del interpolímero (peso en seco del mismo) al substrato es de desde 15 % en peso hasta 30 %.