

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 535 309**

51 Int. Cl.:

C08F 220/06 (2006.01)

C08F 222/08 (2006.01)

C08L 33/06 (2006.01)

C08L 35/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2010 E 10840224 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.01.2015 EP 2488558**

54 Título: **Proceso de obtencion de un aglutinante para fibras y un aglutinante curable para fibras**

30 Prioridad:

23.07.2010 RO 201000641

16.10.2009 RO 200900830

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

07.05.2015

73 Titular/es:

DYNEA CHEMICALS OY (100.0%)

Lautatarhankatu 6

00580 Helsinki , FI

72 Inventor/es:

MUNTEANU REMUS

74 Agente/Representante:

MARTÍN DE LA CUESTA, Alicia María

ES 2 535 309 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

Proceso de obtención de un aglutinante para fibras y un aglutinante curable para fibras

La invención se refiere a un proceso para la obtención de un aglutinante usado para la impregnación de fibras minerales, en particular fibras de vidrio y basalto usadas como materiales de aislamiento, se refiere al aglutinante que se puede obtener mediante este proceso y al uso del mismo.

Es conocida la preocupación mundial por sustituir los aglutinantes que contienen resina de fenol-formaldehído y los aglutinantes que contienen fenol-formaldehído-urea usados para la obtención de materiales de aislamiento, tales como los basados en fibras de vidrio, debido a las emisiones de formaldehído durante la fabricación de la resina y durante el uso de la misma o de los productos que la contienen.

Las fibras pueden ser fibras de vidrio, lana de roca, celulosa, lana, yute, poliéster, acrílicas, nylon, poliamida... y similares. Como se usa aquí, el término "fibra de vidrio" está destinado a abarcar fibras termo-resistentes adecuadas para resistir temperaturas elevadas, tales como fibras minerales, fibras de aramida, fibras cerámicas, fibras metálicas, fibras de carbono, fibras de poliimida, fibras de rayón y especialmente fibras de vidrio y de basalto.

Los productos de aislamiento de fibra de vidrio consisten en fibras de vidrio unidas junto con resinas aglutinantes reticuladas covalentemente (curadas). Los procesos de fabricación de aislamiento de fibra de vidrio incluyen generalmente la conducción de chorros fundidos de vidrio hacia ruedas donde se hilan en fibras delgadas mediante fuerzas centrífugas. Las fibras se funden dentro de una cámara de moldeo, se pulverizan con un aglutinante acuoso y se depositan como una estera sobre una cinta transportadora. Por consiguiente, la estera recubierta se transporta a un horno de curado donde se sopla aire caliente a través de la estera para curar el aglutinante y unir rígidamente entre sí las fibras de vidrio.

Los aglutinantes de fibra de vidrio usados en el presente sentido no se deben confundir con las matrices de resina, las cuales son totalmente diferentes y no son un campo análogo de la técnica. Aunque a veces se denominan "aglutinantes", las matrices de resina actúan rellenando todo el espacio intersticial entre las fibras u otros rellenos, dando como resultado una estructura densa, reforzada, de fibra o relleno, mientras las "resinas aglutinantes" como se usan aquí no son rellenos espaciales, sino que recubren sólo las fibras y/o las uniones de fibras.

A este efecto, ya existe una rica bibliografía relativa a la obtención de aglutinantes que no contienen formaldehído.

Así, en la patente de EUA 6,849,683 B2 se presenta un proceso para la obtención de un aglutinante para productos basados en lana mineral, el cual comprende las etapas de: mezcla, bajo condiciones de reacción, de un ácido carboxílico con una alcanolamina, donde el ácido carboxílico es ácido di-, tri- o tetracarboxílico, para obtener una resina, la cual se mezcla posteriormente con un polímero que contiene grupos ácido carboxílico, tal como un polímero o copolímero de ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico, ácido polimaleico o copolímeros del mismo.

En el documento EP 1 047 645 B1 se presenta un proceso para la preparación de una resina para un aglutinante soluble en agua, el cual comprende las etapas de mezcla, bajo condiciones de reacción, de un anhídrido cíclico con una alcanolamina seleccionada entre di- y trietanolamina o mezclas de las mismas, aditivándose dicha resina con aditivos usuales.

En el documento WO 94/22671 se describe como aglutinante una emulsión, usada para productos no tejidos, la cual contiene 12 - 35% de alcohol polivinílico con bajo peso molecular y en la que al menos el 75% del alcohol polivinílico está hidrolizado como mínimo un 98% molar y el 65-88% de monómero se selecciona del grupo consistente en monómero vinílico, monómero acrílico y mezclas de los mismos, injertado en el alcohol polivinílico mediante polimerización en emulsión. El monómero vinílico y/o acrílico se selecciona entre ésteres acrilato y metacrilato, acetato de vinilo, estireno, acrilamida y mezclas de los mismos.

El problema remanente solucionado por la invención consiste en que el aglutinante debería asegurar, al aplicarlo sobre un soporte y curar, una buena adherencia y debería proporcionar a las fibras minerales impregnadas con aglutinante, respectivamente a las mallas hechas con aglutinante curado, tanto estabilidad dimensional como fuerza de tracción, mostrando a la vez un pH en un intervalo que no provoque problemas con respecto a la corrosión en el uso.

En un aspecto, el problema técnico se soluciona mediante un proceso que comprende las etapas de:

{a} obtención de un alcohol polivinílico parcialmente acetalizado, preferentemente con un grado de acetalización del 18-22%, tal como mediante la reacción de acetalización del alcohol polivinílico (PVOH) con un aldehído seleccionado preferentemente del grupo de acetaldehído, propionaldehído y butiraldehído, opcionalmente en presencia del catalizador de acetalización, preferentemente un ácido inorgánico, seleccionado con mayor preferencia del grupo consistente en ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido clorhídrico. La reacción puede llevarse a cabo durante 4 a 5 horas, preferentemente a una temperatura de entre 40°C y 70°C.

El PVOH puede tener una viscosidad de hasta 10 centipoise en una solución acuosa al 4% en peso a 20°C. El

PVOH puede tener un peso molecular medio en número (medido por dispersión de luz) superior a 7000, tal como en el intervalo de 12000 a 85000.

5 Aunque el alcohol polivinílico es una realización preferida, puede ser sustituido total o parcialmente por uno o varios polímeros que contienen hidroxilo, tales como – sin limitación – almidones o azúcares, y/o modificaciones de los mismos.

10 {b} obtención de un ter-copolímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo, preferentemente con una relación molar estireno: anhídrido maleico: acrilato de butilo en el intervalo de 1 a 3 moles de anhídrido maleico y 0,5 a 1 moles de acrilato de butilo, ambos referidos a un mol de estireno. El ter-copolímero se puede seguir funcionalizando mediante la reacción con compuestos que contienen grupos hidroxilo, tales como polioles o hidroxilamina, preferentemente a temperatura ambiente. El ter-copolímero resultante puede presentar una viscosidad máxima de 50 segundos, con la copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125.

Aunque el estireno es una realización preferida de la presente invención, puede ser sustituido total o parcialmente por otros monómeros aromáticos vinílicos, tales como sin limitación metil estireno, etil estireno, butil estireno o dimetil estireno.

15 Aunque el anhídrido maleico es una realización preferida, puede ser sustituido por otros agentes que contienen carboxilo, tales como sin ninguna limitación ácido maleico, ácido succínico, ácido cítrico, ácido ftálico, ácido glutárico, ácido oxálico, ácido adípico, ácido tartárico, ácido aspártico, ácido málico y similares, así como los respectivos anhídridos.

20 Aunque el acrilato de butilo es un compuesto preferido, se pueden emplear otros compuestos acrílicos seleccionados del grupo consistente en acrilato de isobutilo, acrilato de isopentilo, acrilato de pentilo y N-isopropil acrilamida.

{c} obtención de un copolímero ácido acrílico-acrilonitrilo, como mediante polimerización radical, preferentemente en una relación molar ácido acrílico: acrilonitrilo de 2 : 1.

{d} seguido de mezcla, bajo agitación, de una cantidad predeterminada de los polímeros obtenidos previamente.

25 {e} adición de otros aditivos, tales como compuestos que contienen antimonio, tales como óxido de antimonio y/o dióxido de titanio, preferentemente nano-óxido de titanio. Estos aditivos se añaden preferentemente cada uno a niveles inferiores al 1%. La mezcla así formada se puede seguir agitando, unos 30 minutos.

30 El aglutinante resultante puede ser una solución acuosa de color rojizo-amarillento hasta rojizo-marrón. Preferentemente presenta un pH en el intervalo de 5 a 7 y una viscosidad de 8 a 144 segundos con la copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125.

En un segundo aspecto, la invención se refiere a un aglutinante para la impregnación de fibras minerales, las cuales se pueden obtener mediante el proceso descrito aquí, y que comprende:

35 {a} hasta 20 partes en peso de alcohol polivinílico, preferentemente parcialmente acetalizado, tal como con un aldehído seleccionado preferentemente del grupo consistente en acetaldehído, propionaldehído y butiraldehído, preferentemente con un grado de acetalización del 18 al 22%, opcionalmente en presencia de un catalizador de acetalización, preferentemente un ácido inorgánico, incluso más preferentemente seleccionado del grupo consistente en ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido clorhídrico.

La reacción se puede llevar a cabo durante 4 a 5 horas, preferentemente a una temperatura de entre 40°C y 70°C.

40 El PVOH puede tener una viscosidad de hasta 10 centipoise en una solución acuosa al 4% en peso a 20°C. El PVOH puede tener un peso molecular medio en número (medido por dispersión de luz) superior a 7000, tal como en el intervalo de 12000 a 85000.

Aunque el alcohol polivinílico es una realización preferida, puede ser sustituido total o parcialmente por uno o varios polímeros que contienen hidroxilo, tales como – sin limitación – almidones o azúcares, y/o modificaciones de los mismos.

45 {b} hasta 100 partes en peso de un ter-polímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo, preferentemente con una relación molar estireno: anhídrido maleico: acrilato de butilo en el intervalo de 1 a 3 moles de anhídrido maleico y 0,5 a 1 moles de acrilato de butilo, ambos referidos a un mol de estireno. El ter-copolímero se puede seguir funcionalizando mediante la reacción con compuestos que contienen grupos hidroxilo, tales como polioles o hidroxilaminas, preferentemente a temperatura ambiente. El ter-copolímero resultante puede presentar una viscosidad de hasta 50 segundos, con la copa de diámetro cp = 8 mm, según ISO 2431 / ASTM 05125.

50 Aunque el estireno es una realización preferida de la presente invención, puede ser sustituido total o parcialmente por otros monómeros aromáticos vinílicos, tales como sin limitación metil estireno, etil estireno, butil estireno o dimetil estireno.

Aunque el anhídrido maleico es una realización preferida, puede ser sustituido por otros agentes que contienen carboxilo, tales como sin ninguna limitación ácido maleico, ácido succínico, ácido cítrico, ácido ftálico, ácido glutárico, ácido oxálico, ácido adípico, ácido tartárico, ácido aspártico, ácido málico y similares, así como los respectivos anhídridos.

5 {c} hasta 80 partes en peso de copolímero ácido acrílico-acrilonitrilo, como el que se puede obtener mediante polimerización radical, en una relación molar ácido acrílico: acrilonitrilo de 2 : 1.

{e} se puede añadir agua para ajustar el contenido de materia sólida entre 35% y 40% del copolímero.

Además, se puede añadir agente plastificante, tal como mediante la adición de entre 1% y 3% en peso de contenido de agente plastificante, respecto al contenido de materia sólida del aglutinante. Opcionalmente se puede añadir hasta un máximo de 1% de estabilizante, respecto al contenido de materia sólida del aglutinante.

El aglutinante resultante puede ser una solución acuosa, la cual puede presentar un color rojizo-amarillento hasta rojizo-marrón y puede presentar un pH de entre 5 y 7 y una viscosidad de 8 a 144 segundos con la copa de diámetro $\phi=8$ mm, según ISO 2431 / ASTM 05125.

15 De acuerdo con la invención, el aglutinante posiblemente puede contener también aditivos para la mejora del retardo de llama en lo referente a la resistencia al fuego, como urea, melamina, dicianodiamida, o derivados de los mismos, como fosfatos de melamina, fosfatos de amonio, tripolifosfatos. Otros retardantes de llama adecuados pueden ser carbonato sódico, sales de ácido bórico o derivados de los mismos, o agentes liberadores de agua, como óxido de aluminio, hidróxido o trihidrato de magnesio. En una realización particular se puede añadir hasta un 1% de compuestos que contienen antimonio, como óxidos de antimonio. Además, se puede emplear hasta un 1% de nano-dióxido de titanio para mejorar el grado de adherencia de las fibras.

Como agentes plastificantes y que incrementan la adherencia al soporte se usan derivados de silano, tales como aminosilano.

25 La invención presenta las ventajas siguientes:

- los productos obtenidos a partir de fibras de vidrio con aglutinante como se reivindica por la invención tienen buena estabilidad dimensional y resistencia al estiramiento;
 - el aglutinante, debido al bajo pH básico no tiene acción corrosiva sobre las instalaciones en las que se usa y se almacena.
- 30
- el proceso reivindicado por la invención es sencillo de llevar a cabo;
 - el aglutinante obtenido tiene buena adherencia a fibras minerales, en particular a fibras de vidrio y fibras de basalto;

35 Para obtener el alcohol polivinílico parcialmente acetalizado, el acetato de vinilo se puede homopolimerizar en presencia de iniciador radical, tal como azoisobutironitrilo o peróxido de benzoilo, a una temperatura de entre 58°C y 80°C durante 12 horas. Esto puede ir seguido de hidrólisis en presencia de solución de metanol NaOH, en una relación de peso entre la mezcla de reacción y la solución de metanol NaOH de 3/1 hasta 8/1, y hasta un índice de saponificación de 100 hasta 180 mg KOH/g. Al alcanzar el índice de saponificación deseado se puede parar la hidrólisis con una solución de ácido acético y después la suspensión de metanol resultante se puede diluir con agua hasta un contenido en materia sólida del 20 al 40% en peso. Después, el metanol se puede eliminar, como por destilación, y el resultante se puede someter a la reacción de acetalización, como con el aldehído, seleccionado preferentemente del grupo consistente en acetaldehído, propionaldehído y butiraldehído. Esto se puede llevar a cabo en presencia de ácido mineral, como ácido sulfúrico, ácido fosfórico o ácido clorhídrico, preferentemente una concentración de ácido sulfúrico 15-20%, durante 4 a 5 horas, a una temperatura de entre 40 y 70°C. El producto parcialmente acetalizado tiene preferentemente un grado de acetalización del 18 al 22% y puede estar en forma de una solución coloreada amarilla-marrón ligeramente opalescente. El contenido de materia sólida es preferentemente inferior a aproximadamente el 25%, y el producto se puede usar también para la obtención del aglutinante reivindicado por la invención.

50 La obtención del ter-copolímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo se puede llevar a cabo por copolimerización radical, tal como en presencia de peróxido de benzoilo, de una mezcla estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo, en una relación molar estireno: anhídrido maleico: acrilato de butilo de 1 a 3 moles de anhídrido maleico y 0,5 a 1 moles de acrilato de butilo, ambos referidos a un mol de estireno. La reacción se puede llevar a cabo en un disolvente, preferentemente una mezcla de acetona y metil etil cetona, más preferentemente a una relación de volumen entre las dos cetonas de 1:1. La reacción puede tener lugar durante 2 a 6 horas, preferentemente a la temperatura de reflujo del disolvente, pudiendo ser inferior a 120°C. Después, el ter-copolímero obtenido se puede funcionalizar por reacción con compuestos de grupos hidroxilo, como

5 polioles o hidroxilaminas, preferentemente a temperatura ambiente, hasta alcanzar una viscosidad máxima de 50 segundos determinada por la copa de diámetro $\phi = 8$ mm, según ISO 2431 / ASTM 05125. Se puede añadir agua a la mezcla de reacción así obtenida. Después, se elimina el disolvente empleando vacío. El resultado es una solución acuosa de ter-copolímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo funcionalizado, el cual se usa para la obtención del aglutinante reivindicado por la invención.

La obtención del copolímero acrilonitrilo- ácido acrílico se puede llevar a cabo por copolimerización en emulsión de una mezcla de ácido acrílico y acrilonitrilo, preferentemente en una relación molar ácido acrílico: acrilonitrilo de 2:1, preferentemente en presencia de persulfato potásico como iniciador, a una temperatura de aproximadamente 80°C, durante 2,5 horas, seguido de neutralización como con solución de NaOH hasta un pH de aproximadamente 7.

10 Todos los porcentajes o “partes” según se refieren aquí sin más explicación se basan en materia seca de la resina curable.

Todas las mediciones de viscosidad se realizan según ISO 2431 / ASTM 05125, con una copa con un diámetro ϕ de 8 mm.

15 A continuación se presentarán 3 realizaciones concretas de la invención que tienen el papel de ilustrar la invención sin limitarla a estas realizaciones.

Ejemplo 1

20 De acuerdo con la primera realización, en un recipiente provisto de un agitador, carcasa de calentamiento/refrigeración se introducen 50 partes en peso de acetato de vinilo, 100 partes en peso de metanol y 10 partes en peso de peróxido de benzoilo, y la mezcla obtenida se agita a temperatura ambiente. Después, la temperatura se eleva y se mantiene, durante 12 horas, dentro del intervalo de 58 a 80°C, después la mezcla de reacción obtenida se hidroliza en un mezclador de doble tornillo fabricado con acero inoxidable, con una solución de metanol que contiene NaOH 10%, siendo 5/1 la relación entre la mezcla de reacción y la solución de metanol. La hidrólisis continúa hasta la obtención de un índice de saponificación de 130 mg de KOH/g cuando la reacción hidrólisis se para con una solución de ácido acético a una concentración del 30%.

25 Se obtiene alcohol polivinílico parcialmente hidrolizado como suspensión de metanol, la cual se diluye con agua hasta un 30% de contenido de materia sólida, y éste se introduce después en un reactor de acetalización en el cual el metanol se elimina por destilación. Después, una solución acuosa de ácido sulfúrico al 20%, como catalizador de acetalización, se introduce en el recipiente hasta alcanzar un pH de entre 3 y 4, seguido de dosificación de acetaldehído en una cantidad del 5,5% en peso, respecto al alcohol polivinílico, y la mezcla se mantiene a una temperatura de 60 \pm 5°C, durante 4 a 5 horas. Se obtiene alcohol polivinílico parcialmente acetalizado como una solución coloreada amarilla-marrón ligeramente opalescente, con un contenido de materia sólida de aproximadamente el 20%, que se usa después para la obtención del aglutinante reivindicado por la invención.

35 Para la obtención del ter-copolímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo funcionalizado, 50 partes en peso de una mezcla consistente en acetona y metil etil cetona, en una relación de volumen de 1:1 y 0,7 partes en peso de peróxido de benzoilo (POB) se introducen en un reactor de polimerización provisto de agitación, condensador de refrigeración y carcasa calefactora. Desde un recipiente de dosificación se introducen 10 partes en peso de mezcla estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo, en una relación molar estireno: anhídrido maleico: acrilato de butilo de 1 : 2 : 1, en un disolvente formado a partir de la mezcla de cetonas mencionada arriba, durante 4 horas, a la temperatura de reflujo. Tras acabar la adición de los monómeros, se introduce trietanolamina en una cantidad del 30% comparado con el peso de la solución de ter-polímero con vistas a funcionalizar el ter-copolímero obtenido, a través del recipiente de dosificación, y se sigue con la agitación hasta alcanzar un máximo de viscosidad de 50 segundos, determinado mediante la copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125, cuando se introducen 150 partes en peso de agua y entonces se conecta el vacío para eliminar el disolvente. La solución acuosa obtenida se usa como tal para la obtención del aglutinante reivindicado por la invención.

45 Para la obtención del copolímero acrilonitrilo – ácido acrílico, 60 partes en peso de agua, 1 parte en peso de persulfato potásico se introducen en un recipiente de polimerización provisto de agitador y carcasa de calentamiento/refrigeración y se agitan a temperatura ambiente. En otro recipiente denominado a continuación recipiente de emulsión se introducen 60 partes en peso de ácido acrílico, 30 partes en peso de agua, 30 partes en peso de acrilonitrilo, 1 parte en peso de alcohol polivinílico con grado de hidrólisis del 88 al 92%, como agente tensioactivo, y aproximadamente el 10% de la emulsión así obtenida se dosifica en el recipiente de polimerización y se mantiene a 80°C durante 30 minutos, para la pre-polimerización. Después se dosifica simultáneamente, durante unas 2 horas, la emulsión restante de monómero y una solución acuosa de persulfato potásico también obtenida de 60 partes en peso de agua y 1 parte en peso de persulfato potásico. Después la masa de reacción se enfría a 40°C y se añade una solución acuosa de NaOH hasta alcanzar un pH de aproximadamente 7. La solución obtenida tiene un contenido en materia sólida de aproximadamente el 30% y se usa como tal para la obtención del aglutinante reivindicado por la invención.

Las soluciones de los copolímeros obtenidos arriba se mezclan, mientras se agita, en las siguientes cantidades en peso: 80 partes en peso de ter-polímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo; 5 partes en peso de alcohol polivinílico parcialmente acetalizado; 1 parte en peso de copolímero acrilonitrilo-ácido acrílico y agua hasta un contenido en materia sólida del 36%, después la mezcla así obtenida se aditiva, mientras se agita, con 2%, referido al contenido en materia sólida, de aminosilano como agente para plastificar e incrementar la adherencia al soporte y 0,7%, referido al contenido de materia sólida, de estabilizante fenol. La agitación continúa durante 30 minutos, después el producto deseado se obtiene como solución acuosa con un color variable desde rojizo-amarillento hasta rojizo-marrón, un pH entre 5 y 7 y una viscosidad de entre 8 y 144 segundos con la copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125.

10 **Ejemplo 2**

Se procedió de forma similar al Ejemplo 1, excepto en que 80 partes en peso de solución de ter-copolímero estireno- anhídrido maleico – acrilato de butilo se mezclaron con 2 partes en peso de alcohol polivinílico parcialmente acetalizado y agua hasta un contenido en materia sólida del 35%, después la mezcla resultante se aditivó con 2%, referido al contenido en materia sólida, de aminosilano como agente plastificante y 0,7%, referido al contenido de materia sólida, de estabilizante fenol. El producto resultante está en la forma de una solución coloreada rojiza-marrón, con un pH alrededor de 6,8 y una viscosidad de 13 segundos con la copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125.

15 **Ejemplo 3**

Se procedió de forma similar al Ejemplo 1, excepto en que se mezclaron 80 partes en peso de solución de copolímero acrilonitrilo – ácido acrílico, 15 partes en peso de alcohol polivinílico parcialmente acetalizado y agua hasta un contenido en materia sólida del 36%, después la mezcla resultante se aditivó con 2%, referido al contenido en materia sólida, de aminosilano como agente plastificante y 0,7%, referido al contenido de materia sólida, de estabilizante fenol. El producto obtenido está en la forma de una solución acuosa coloreada rojiza-amarillenta, con un pH alrededor de 6,7 y una viscosidad de 144 segundos con la copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125.

20 **Aplicabilidad de la invención**

Los aglutinantes sintetizados en los Ejemplos 1 – 3 se depositaron mediante pulverización sobre fibras de vidrio, en una cantidad del 3% en peso, referido al producto acabado, después el material así resultante se mantuvo entre 200 y 220°C, durante entre 1 y 5 minutos, en una cabina de secado para la reticulación del aglutinante. A partir del material obtenido se tomaron muestras para ensayo, las cuales se evaluaron respecto a la estabilidad dimensional y la fuerza de tracción, longitudinalmente y en dirección perpendicular, tras envejecimiento a 70±2°C y una humedad relativa de 95±5%, durante 168 horas. Para cada parámetro determinado se usó un número de tres muestras, los valores presentados en la Tabla representan el valor promedio determinado.

Los resultados se presentan en la Tabla 1.

35 Tabla 1. Modificaciones de tamaño y fuerza de tracción

Nº	Muestra de Ejemplo nº	ADC,%	PDC,%	ATSC,%	PTSC,%
1.	1	3,15±0,5	7,4±0,8	8,13±0,27	11,15±2,12
2.	2	5,02±1,3	8,22±1,1	7,22±2,2	13,24±3,2
3.	3	4,44±0,7	6,84±2,2	5,55±0,3	14,22±0,5

El significado de los parámetros en la tabla es el siguiente:

- 40 ADC, % representa el porcentaje de modificación de tamaño, longitudinalmente, como consecuencia del envejecimiento
- PDC,% representa el porcentaje de modificación de tamaño, en dirección perpendicular, como consecuencia del envejecimiento
- ATSC, % representa el porcentaje de modificación de la resistencia al estiramiento longitudinal, como

consecuencia del envejecimiento

PTSC, % representa el porcentaje de modificación de la resistencia al estiramiento, en dirección perpendicular, como consecuencia del envejecimiento

- 5 Se deduce de los datos presentados en la tabla que los artículos hechos de fibras de vidrio impregnadas con el aglutinante reivindicado por la invención presentan, como consecuencia del envejecimiento, una buena estabilidad dimensional tanto en dirección longitudinal como transversal, así como una buena estabilidad de la fuerza de tracción.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la obtención de un aglutinante polimérico para la impregnación de fibras, caracterizado por comprender las etapas de
 - 5 {a} obtención de un polímero polihidroxílico parcialmente acetalizado, preferentemente alcohol polivinílico,
 - {b} obtención de un ter-copolímero, de
 - (b1) un monómero vinílico aromático,
 - (b2) un compuesto que contiene carboxilo,
 - 10 (b3) un compuesto acrílico seleccionado del grupo consistente en acrilato de isobutilo, acrilato de isopentilo, acrilato de pentilo, N-isopropil acrilamida y acrilato de butilo, preferentemente acrilato de butilo;
 - {c} obtención de un copolímero de ácido acrílico -acrilonitrilo;
 - 15 {d} seguido de mezcla, mientras se agita, en cantidades predeterminadas, de los polímeros obtenidos anteriormente, en la cual el aglutinante curable resultante es una solución acuosa.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el polímero polihidroxílico parcialmente acetalizado tiene un grado de acetalización del 18-22% y se obtiene por reacción de acetalización del polímero polihidroxílico con un aldehído.
3. El proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que el polímero polihidroxílico parcialmente acetalizado es un alcohol polivinílico y el aldehído se selecciona del grupo consistente en acetaldehído, propionaldehído y butiraldehído.
4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 3, en el que la reacción de acetalización se realiza en presencia de catalizador de acetalización, preferentemente un ácido inorgánico, preferentemente seleccionado del grupo consistente en ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido clorhídrico.
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 4, en el que el monómero vinílico aromático (b1) es estireno.
6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 5, en el que el compuesto que contiene carboxilo (b2) es un ácido di-carboxílico insaturado o un anhídrido del mismo, preferentemente anhídrido maleico.
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 6, en el que en la etapa {b} el ter-copolímero tiene una relación molar (b1) : (b2) : (b3) en el intervalo de 1 a 3 moles del compuesto que contiene carboxilo (b2), y 0,5 a 1 moles del compuesto acrílico (b3), ambos referidos a un mol de (b1), el monómero vinílico aromático, como estireno.
8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 7, en el que el ter-polímero es funcionalizado mediante la reacción con compuestos con grupos hidroxilo, preferentemente polioles o hidroxilaminas, preferentemente a temperatura ambiente, preferentemente hasta alcanzar una viscosidad máxima de 50 segundos, medida con una copa de 8 mm de diámetro, según ISO 2431 / ASTM 05125.
9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 8, en el que el co-polímero ácido acrílico-acrilonitrilo en la etapa {c} se obtiene por polimerización radical, preferentemente a una relación molar ácido acrílico: acrilonitrilo de 2:1.
10. Un aglutinante curable para la impregnación de fibras minerales que se puede obtener mediante el proceso según cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 9.
11. Un aglutinante curable para la impregnación de fibras minerales, caracterizado por que comprende
 - 45 {a} hasta 20 partes en peso de un polímero polihidroxílico parcialmente acetalizado, preferentemente alcohol polivinílico, preferentemente con un grado de acetalización del 18 al 22%;
 - {b} hasta 100 partes en peso de un ter-copolímero de
 - (b1) un monómero vinílico aromático,

- 5
- (b2) un compuesto que contiene carboxilo,
 - (b3) un compuesto acrílico seleccionado del grupo consistente en acrilato de isobutilo, acrilato de isopentilo, acrilato de pentilo, N-isopropil acrilamida y acrilato de butilo, preferentemente acrilato de butilo, preferentemente funcionalizado mediante la reacción con compuestos con grupos hidroxilo, tales como polioles o hidroxilaminas;
- 10
- {c} hasta un 80% en peso de copolímero ácido acrílico - acrilonitrilo;
 - {e} agua hasta un contenido en materia sólida de entre 35% y 40%,
 - {f} y del 1 al 3% en peso, referido al contenido en materia sólida, de agente plastificante y/o hasta un máximo del 1%, referido al contenido de materia sólida, de estabilizante, estando dicho aglutinante curable en forma de una solución acuosa.
- 12.
- El aglutinante curable de acuerdo con las reivindicaciones 10 – 11 con un pH entre 5 y 7 y una viscosidad de entre 8 y 144 segundos con la copa de 8 mm de diámetro según ISO 2431 / ASTM 05125.
- 15
- 13.
- El aglutinante curable de acuerdo con las reivindicaciones 10 - 12, que comprende además aditivos retardantes de llama seleccionados del grupo consistente en urea, melamina, dicianidamida, carbonato sódico, sales de ácido bórico, compuestos que contienen antimonio y derivados de estos, y agentes liberadores de agua, preferentemente óxido de aluminio, trihidrato o hidróxido de magnesio y opcionalmente hasta un 1% de nano-dióxido de titanio.
- 20
- 14.
- Uso del aglutinante de acuerdo con las reivindicaciones 10 – 13 para la impregnación de fibras minerales, preferentemente fibras de vidrio o fibras de basalto.
- 15.
- Fibras minerales unidas mediante un aglutinante curado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de la 10 a la 13.