

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 706 514**

51 Int. Cl.:

D21H 13/40 (2006.01)

D21H 17/36 (2006.01)

D21H 19/60 (2006.01)

D21H 21/18 (2006.01)

C08L 29/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.08.2016** **E 16183422 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018** **EP 3133207**

54 Título: **Aglutinante para papel de vidrio**

30 Prioridad:

12.08.2015 US 201514824434

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

29.03.2019

73 Titular/es:

DENKA COMPANY LIMITED (100.0%)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome Chuo-ku
Tokyo 103-8338, JP

72 Inventor/es:

TANNO, NOBUYUKI

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 706 514 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 para papel de vidrio

5 Antecedentes de la invención**Campo de la invención**

[0001] La presente invención se refiere a un aglutinante para fibra de vidrio no tejida.

Descripción de la técnica relacionada

[0002] En los últimos años, se utilizan cada vez papel de fibra sintética y papel de fibra inorgánica que contiene alcohol de polivinilo como aglutinante. Sin embargo, la fuerza de adhesión entre las fibras y el aglutinante compuesto de alcohol polivinílico no es necesariamente excelente. Además, a veces cuando se moja con agua, la función del aglutinante se ve afectada porque el alcohol polivinílico es soluble en agua y, por lo tanto, no se obtiene una resistencia adecuada de la fibra de vidrio no tejida.

[0003] El documento JP S63-256799 A describe un papel compuesto por 10 a 97% de una fibra química y/o una fibra inorgánica, 3 a 50% de un aglutinante de alcohol polivinílico en forma de fibra o en forma de polvo, y, cuando sea apropiado, no superior al 87% de la pulpa de madera y obtenida por tratamiento térmico durante no más de 10 segundos utilizando más de un par de rodillos calentados que se encuentran entre 18 y 270°C y en contacto entre sí. El documento US 3,937,865 describe un soporte de plástico reforzado para circuitos impresos que comprende fibras de vidrio y un aglutinante de alcohol polivinílico.

El documento EP 0602810 A1 describe un compuesto de dos alcoholes polivinílicos, en el que un primer PVA forma una matriz y un segundo PVA tiene forma de fibra con una relación de aspecto de 2 a 1.000.

Sumario de la invención

[0004] Cuando se forma en una película fina, sin embargo, incluso el papel descrito por JP S63-256799 A o similar es menos propenso a tener una resistencia adecuada.

[0005] Un objeto de la presente invención es proporcionar un aglutinante para fibra de vidrio no tejida y que contiene un alcohol de polivinil, el aglutinante es capaz de producir fibra de vidrio no tejida que tiene una resistencia adecuada incluso cuando la fibra de vidrio no tejida es delgada.

[0006] La presente invención proporciona un aglutinante para fibra de vidrio no tejida que contienen un alcohol de polivinil, en la que el alcohol de polivinilo tiene una forma de partículas con una relación de aspecto del 1,9 a 30 y un grado de saponificación de 99,0% en moles o más.

[0007] Debido a que el aglutinante para fibra de vidrio no tejida de la presente invención contiene el alcohol de polivinilo que tiene el grado de saponificación y relación de aspecto dentro de los intervalos descritos anteriormente, el aglutinante se considera para permitir que las fibras de vidrio dispersadas en la misma de manera más uniforme, dando lugar a una fuerte unión formada entre las fibras de vidrio y una resistencia de unión uniforme lograda en una dirección paralela a una superficie de la fibra de vidrio no tejida. En consecuencia, incluso cuando es delgada, la fibra de vidrio no tejida tiene una resistencia adecuada.

[0008] El grado de hinchamiento del alcohol polivinílico puede ser de 2,5 a 5,0. Cuando el grado de hinchamiento está dentro de este rango, la adherencia del aglutinante aumenta y la unión entre las fibras de vidrio se hace más fuerte, lo que lleva a una mejora adicional en la resistencia de la fibra de vidrio no tejida.

[0009] La solubilidad en agua fría del alcohol polivinílico puede ser 10,0% o menos. Cuando la solubilidad en agua fría está dentro del rango, la cantidad de aglutinante que queda en la fibra de vidrio no tejida aumenta y la unión entre las fibras de vidrio se hace más fuerte.

[0010] La forma de alcohol de polivinilo es una forma de la partícula con respecto a la distribución del diámetro de partículas del alcohol polivinílico, según la invención, la proporción de partículas con un diámetro de partículas de 53 µm o menos es del 50% o menos y la proporción de partículas con un diámetro de partículas de 180 µm o más es del 5% o menos. Cuando la distribución del diámetro de partícula del alcohol polivinílico satisface los rangos anteriores, las superficies de la fibra de vidrio no tejida son lisas.

[0011] Según la presente invención, un aglutinante para fibra de vidrio no tejida y que contiene un alcohol de polivinilo puede ser proporcionado, el aglutinante es capaz de formar fibra de vidrio no tejida que tiene una resistencia adecuada incluso cuando la fibra de vidrio no tejida es delgada.

Descripción detallada de la(s) realización(es)

[0012] Una realización presente preferible se describe a continuación en detalle.

[0013] Un aglutinante para fibra de vidrio no tejida hecha de fibra de vidrio de acuerdo con la presente realización contiene un alcohol polivinílico que tiene una forma con una relación de aspecto de 1,9 a 30 y un grado de saponificación de 99,0% en moles o más (en lo sucesivo, el alcohol polivinílico puede denominarse "un componente de PVA"). Mientras que esté contenido el componente PVA, también se pueden contener componentes adicionales y la forma general del aglutinante para fibra de vidrio no tejida puede ser, por ejemplo, en forma líquida, en forma de película o en forma de polvo.

[0014] El contenido del componente PVA basado en la masa total del aglutinante para fibra de vidrio no tejida es preferiblemente 10,0% en masa o más, más preferiblemente 50,0% en masa o más, y de manera especialmente preferida 0,0% en masa o más. El contenido del componente de PVA basado en la masa total del aglutinante para fibra de vidrio no tejida es preferiblemente de 10,0 a 100,0% en masa, aún más preferiblemente de 50,0 a 100,0% en masa, y particularmente preferiblemente de 80,0 a 100,0% en masa. Como componentes adicionales, se puede contener una fibra aglutinante de acetato de vinilo y/o un copolímero de estireno-acrílico. El contenido de la fibra aglutinante de acetato de vinilo es preferiblemente de 50,0 a 80,0% en masa y el contenido del copolímero de estireno-acrílico es preferiblemente de 10,0 a 80,0% en masa, basado en la masa total del aglutinante para fibra de vidrio no tejida.

[0015] Cuando el aglutinante para fibra de vidrio no tejida está en una forma líquida, la viscosidad de la misma a 25°C es preferiblemente de 10,0 a 66 mPa·s, más preferiblemente 24,0 a 66 mPa·s, y en particular preferiblemente 24,0 a 32 mPa·s.

[0016] El alcohol de polivinilo en la presente memoria descriptiva puede ser, por ejemplo, un polímero obtenido mediante la saponificación completa o parcialmente un éster polivinílico que resulta de la polimerización de un éster vinílico tal como acetato de vinilo. El "polímero" está en conformidad con la definición de "polímeros" proporcionada por la comisión de Nomenclatura Macromolecular, Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC) (<http://main.spsj.or.jp/C19/iupac/Recommendations/glossary36.html>).

[0017] El éster polivinílico puede ser un homopolímero de ésteres vinílicos, o puede ser un copolímero de un éster vinílico con un monómero que es copolimerizable con el éster vinílico y no es un éster vinílico. Desde el punto de vista de la estabilidad del alcohol polivinílico resultante, es preferible un homopolímero de ésteres vinílicos.

[0018] El éster vinílico o ésteres vinílicos son, preferiblemente, acetato de vinil, propionato de vinil, propionato de vinil, valerato de vinil, caprato de vinil, laurato de vinil, estearato de vinil, benzoato de vinil, o pivalato de vinil, por ejemplo. Desde el punto de vista de la preparación para la polimerización, el acetato de vinilo es preferible.

[0019] Los ejemplos del monómero que es copolimerizable con el éster vinílico y no es un éster vinílico incluyen monómeros de α -olefina tales como etileno y propileno, monómeros de alquil (met)acrilato tales como (met)acrilato de metil, (met)acrilato de etil, (met)acrilato de butil y (met)acrilato de 2-etilhexil, monómeros de amida insaturados como (met)acrilamida y *N*-metilol acrilamida, monómeros de ácido carboxílico insaturados tales como ácido (met)acrílico, ácido crotonico, ácido maleico, ácido itacónico y ácido fumárico, monómeros de éster de ácido carboxílico insaturado alquil (metil, etil y propil, por ejemplo), anhídridos de ácido carboxílico insaturados tales como anhídrido maleico, sales de ácidos carboxílicos insaturados con sodio, potasio, amonio, y similares, monómeros que contienen grupos glicidilo tales como alil glicidil éter y (met)acrilato de glicidil, monómeros que contienen grupos sulfónicos o sales de los mismos tales como ácido 2-acrilamida-2-metilpropansulfónico, monómeros que contienen grupos fosfato tales como metacrilato etílico de fosfoxi ácido y metacrilato de fosfoxi propil ácido, y monómeros de alquil vinil éter.

[0020] La relación de aspecto del componente de PVA es de 1,9 a 30, preferiblemente 1,9 a 25, y más preferiblemente de 1,9 a 20. La "relación de aspecto" en la presente memoria descriptiva se refiere a un valor medido por un analizador de tamaño de partículas de distribución/forma (fabricado por Seishin Enterprise Co., Ltd., nombre comercial: "PITA-1"), y un valor obtenido al dividir la longitud máxima de una partícula bajo medición por la longitud vertical máxima de la partícula bajo medición. La relación de aspecto se puede obtener como una relación de aspecto media basada en la distribución numérica, determinando, con el uso de metanol como medio de dispersión, las formas de las partículas bajo medición y los números de las formas y utilizando una relación de aspecto correspondiente a la frecuencia media de los números determinados. El número de partículas bajo medición aquí es de aproximadamente 3.000.

[0021] El grado de saponificación del componente de PVA es 99,0% en moles o más y, desde los puntos de vista de una mayor inhibición de la disolución del alcohol polivinílico en agua y una mejora adicional en la resistencia de la fibra de vidrio no tejida resultante, es preferiblemente 99,1 mol % o más, más preferiblemente 99,2% en moles o más, y aún más preferiblemente 99,3% en moles o más. El "grado de saponificación" en la presente especificación se refiere a un valor determinado por cálculo a partir de la medición de conformidad con JIS K6726 "3,5 Grado de saponificación".

[0022] El grado de saponificación también se puede determinar rápidamente y con precisión en un analizador infrarrojo cercano. Por ejemplo, midiendo los espectros de absorción en el infrarrojo cercano de una pluralidad de muestras estándar de alcohol polivinílico con un grado conocido de saponificaciones por el método de titulación, y luego sometiendo los resultados de la medición a un análisis de regresión lineal múltiple, análisis de regresión de componente principal, el cuadrado mínimo parcial para medir una curva de calibración, se puede medir el grado de saponificación del alcohol polivinílico. Mediante un método de medición que usa un analizador de infrarrojo cercano, el grado de saponificación del alcohol polivinílico en producción también se puede medir durante la producción.

[0023] El aglutinante para fibra de vidrio no tejida de acuerdo con la presente forma de realización contiene el componente PVA. Por consiguiente, utilizando el aglutinante, puede producirse una fibra de vidrio no tejida que tiene una resistencia adecuada incluso cuando la fibra de vidrio no tejida es delgada.

[0024] El peso molecular promedio en número del componente de PVA puede ser de 160 a 200.000, 1.200 a 12.000, o 18.000 a 80.000. El "peso molecular promedio en número" en la presente memoria descriptiva se refiere a un valor obtenido a partir de una curva de calibración trazada sobre la base de medición por el método de cromatografía de permeación de gel y utilizando poliestireno estándar.

[0025] El grado medio de viscosidad de polimerización del componente PVA puede ser de 100 a 10.000, 700 a 6.000, o 1.000 a 4.000. El "grado medio de viscosidad de polimerización" en la presente memoria se determina por la siguiente fórmula (1) en la que la viscosidad limitante $[\eta]$ (g/dL) se mide a 30°C con un viscosímetro Ostwald utilizando agua de intercambio iónico como disolvente.

$$\log(P) = 1.613 \times \log([\eta] \times 10^4 / 8.29) \quad \dots(1)$$

En la fórmula, P es el grado promedio de viscosidad de la polimerización.

[0026] El grado de hinchamiento del componente de PVA es preferiblemente de 2,0 a 5,0, más preferiblemente 2,5 a 5,0, más preferiblemente 2,7 a 5,0, y particularmente preferiblemente de 2,7 a 3,4. El "grado de hinchamiento" en la presente especificación se obtiene agregando 10,0 g (masa seca) de alcohol polivinílico a 240,0 g de agua a 20,0°C, agitando la mezcla con un agitador durante 15 minutos, terminando la agitación, dejando la mezcla. La mezcla permanece en reposo durante 60 minutos, filtrando la mezcla a través del papel de filtro N° 5A en un embudo Buchner, y luego calculando la relación de la masa del alcohol polivinílico a la masa seca del alcohol polivinílico.

[0027] La solubilidad en agua fría del componente de PVA es preferiblemente 10,0% o menos, más preferiblemente 9% o menos, y particularmente preferiblemente de 8% o menos. La "solubilidad en agua fría" en la presente memoria descriptiva se refiere a la solubilidad en agua a 20,0°C. Más específicamente, se agregan 10,0 g (masa) del alcohol polivinílico a 240,0 g de agua a 20,0°C, la mezcla se agita por 15 minutos y luego se deja reposar por 60 minutos, se recupera una porción del sobrenadante con una pipeta de 10 mL y luego se seca a 150°C durante 45 minutos, la materia sólida de la porción del sobrenadante se mide para determinar la concentración de la solución acuosa por cálculo, y luego la relación de la masa de alcohol polivinílico disuelto en agua a la masa inicial de alcohol polivinílico se utiliza como solubilidad en agua fría.

[0028] El diámetro de partícula medio del componente de PVA es preferiblemente 250 μm o menos, más preferiblemente 100 μm o menos, y particularmente preferiblemente de 80 μm o menos, desde el punto de vista de una mejora adicional en la suavidad y la uniformidad de la resultante fibra de vidrio no tejida. El diámetro medio de partícula del alcohol polivinílico es preferiblemente de 10 μm o más y, además, preferiblemente de 50 μm o más, desde el punto de vista de una mejora adicional en la resistencia de la fibra de vidrio resultante no tejida. El diámetro de partícula promedio del alcohol polivinílico aquí se refiere al valor del 50% del porcentaje de tamaño inferior acumulado determinado en base a la medición de conformidad con JIS Z 8815.

[0029] El componente de PVA tiene preferiblemente una forma de partícula o una forma en polvo, y el diámetro medio de partícula del mismo puede ser uniforme o puede tener una distribución. El componente de PVA tiene preferiblemente una forma de partícula, y en la distribución del diámetro de partícula del alcohol polivinílico, una proporción de partículas con un diámetro de partícula de 53 μm o menos es preferiblemente del 50% o menos, más preferiblemente del 40% o menos, y además preferiblemente 35% o menos y una proporción de partículas con un diámetro de partícula de 180 μm o más es preferiblemente 5% o menos, más preferiblemente 3% o menos, y más preferiblemente 1% o menos.

[0030] El método para producir el componente de PVA incluye al menos un paso de la saponificación del éster polivinílico. En el método para producir el alcohol polivinílico de acuerdo con la presente realización, se puede emplear el método de saponificación del cinturón, el método de amasador o similares, por ejemplo, y el método de amasador se emplea preferiblemente. El método amasador de la presente invención es un método para realizar simultáneamente el amasado completo y el molido del éster polivinílico y un catalizador juntos en un aparato de amasado de tipo amasador para dar el alcohol polivinílico.

[0031] La saponificación del éster polivinílico se puede realizar, por ejemplo, en presencia de un catalizador de saponificación o en un disolvente orgánico. El catalizador de saponificación puede ser, por ejemplo, un catalizador alcalino tal como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, alcoholato de sodio y carbonato de sodio o un catalizador ácido tal como ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido clorhídrico. Desde el punto de vista de una mejora adicional en la velocidad de la reacción de saponificación, el catalizador de saponificación es preferiblemente un catalizador alcalino y es más preferiblemente hidróxido de sodio.

[0032] La cantidad del catalizador de saponificación puede ser, por ejemplo, 0,001 a 0,1 mol, 0,005 a 0,05 mol, o 0,01 a 0,05 mol, basado en 1 mol del éster polivinílico.

[0033] El disolvente orgánico puede ser un alcohol. El alcohol puede ser un monoalcohol tal como metanol, etanol, propanol, etilenglicol y propilenglicol o puede ser un alcohol polihídrico tal como dietilenglicol y glicerol. El alcohol es preferiblemente metanol.

[0034] La temperatura para la saponificación puede ser de 20 a 60°C, por ejemplo.

[0035] El método de saponificación del éster polivinílico no está particularmente limitado, y puede ser, por ejemplo, un método para agregar el catalizador de saponificación a una solución en la que se disuelve el éster polivinílico y mezcla el resultante o un método para agregar el catalizador de saponificación a una solución en la que se dispersa el éster polivinílico y mezcla el resultante, ya sea en un sistema no acuoso o en un sistema acuoso.

[0036] El método de producción descrito anteriormente puede incluir una etapa de secado del alcohol de polivinilo resultante, una etapa de molienda del alcohol de polivinilo en un molino o similar, una etapa de realización de apresto basado en diámetros de partícula, una etapa de someter el alcohol de polivinilo en forma de polvo para tratamiento térmico, o similar.

[0037] La temperatura para el secado del alcohol de polivinilo no está particularmente limitado y puede estar dentro del intervalo de 20 a 150°C.

[0038] El molino utilizado para moler el alcohol de polivinilo puede ser un molino de tipo cuchillo, un molino de tipo martillo, un molino de tipo cutter, o similar, y es preferentemente un molino de tipo martillo.

[0039] El aglutinante para fibras de vidrio no tejidas de acuerdo con la presente forma de realización es particularmente útil como un denominado aglutinante primario. El "aglutinante primario" en la presente memoria descriptiva, que también se denomina aglutinante interno, es un componente de una solución de suspensión que coexiste con una fibra de vidrio durante la producción de fibra de vidrio no tejida.

[0040] A continuación, se describe la fibra de vidrio no tejida obtenida utilizando el aglutinante para fibra de vidrio no tejida de acuerdo con la presente forma de realización. La fibra de vidrio no tejida contiene la fibra de vidrio y el aglutinante para fibra de vidrio no tejida, con la fibra de vidrio unida al aglutinante para fibra de vidrio no tejida.

[0041] La fibra de vidrio puede estar en una forma de una lámina de fibra en la que una pluralidad de fibras se cruzan entre sí. Específicamente, en la lámina de fibra, la pluralidad de fibras de vidrio se orienta en dos o más direcciones o se orienta aleatoriamente para cruzarse entre sí y, en los puntos de cruce, las fibras de vidrio pueden mantenerse juntas a través de una o más configuraciones o estructuras tales como el enredo. Entre las fibras de vidrio y la adherencia causada por el aglutinante de fibra de vidrio no tejida. La lámina de fibra puede ser una tela tejida, una tela no tejida o similar y, desde el punto de vista de la mejora de la productividad, es preferiblemente una tela no tejida.

[0042] La fibra de vidrio puede ser un monofilamento o puede ser una pluralidad de monofilamentos retorcidos juntos. Cuando se utilizan filamentos retorcidos, el número de torsiones en la fibra de vidrio puede ser 5 T/25 mm o menos, 3 T/25 mm o menos, o 2 T/25 mm o menos. La forma de la sección transversal de la fibra no está particularmente limitada y, preferiblemente, es sustancialmente circular.

[0043] La longitud de la fibra de vidrio puede ser de 3,0 a 25,0 mm o 6,0 a 10,0 mm, por ejemplo. El diámetro de la fibra de vidrio puede ser de 6,5 a 13,5 µm, o de 8,0 a 12,0 µm, por ejemplo.

[0044] A medida que la fibra de vidrio, ACS6S-750 fabricado por Nippon Electric Glass Co., Ltd., FS-19W-N fabricado por Nippon Muki Co., Ltd., o similar se utiliza preferentemente, por ejemplo.

[0045] La fibra de vidrio no tejida puede contener adicionalmente, además de la fibra de vidrio, un material de carga fibroso tal como una fibra inorgánica y una fibra orgánica, una fibra cerámica, una fibra de carbono, o similares, por ejemplo.

[0046] El espesor de la fibra de vidrio no tejida es preferiblemente de 500 µm o menos, más preferiblemente 400 µm o menos, y particularmente preferiblemente de 350 µm o menos. El grosor de la fibra de vidrio no tejida es

preferiblemente de 100 μm o más, más preferiblemente de 120 μm o más, y más preferiblemente de 130 μm o más. El grosor de la fibra de vidrio no tejida se refiere a un valor medido por el método A de JIS L 1913.

5 **[0047]** El peso base de la fibra de vidrio no tejida es preferiblemente de 30 a 100 g/m^2 y aún más preferiblemente de 50 a 100 g/m^2 . El peso base de la fibra de vidrio no tejida en la presente especificación se refiere a un valor medido por un método de prueba de JIS P 8113.

10 **[0048]** La resistencia a la tracción de la fibra de vidrio no tejida es preferiblemente de 0,60 N/20 mm o más, y con especial preferencia 0,65 N/20 mm o más. La resistencia a la tracción de la fibra de vidrio no tejida en la presente especificación es el valor promedio de seis mediciones realizadas al someter una muestra de fibra de vidrio no tejida cortada en un tamaño de 25 mm de ancho y 100 mm de longitud a una medición en un instrumento de prueba Tensilon (A&D company, Limited, nombre comercial: "HTM-100") en condiciones de escala completa: 100 g, un ancho de cremallera: 50 mm y una tasa de deformación: 50 mm/min.

15 **[0049]** La permeabilidad al aire de la fibra de vidrio no tejida puede ser de 50 $\text{Pa}\cdot\text{s/m}$ o más, o 55 $\text{Pa}\cdot\text{s/m}$ o más. La permeabilidad al aire en la presente especificación se refiere al valor de la resistencia a la permeación medida en un comensajador de permeabilidad al aire KES-F8 fabricado por Kato tech Co., Ltd. Cuando la resistencia a la permeación es baja, la permeabilidad al aire es excelente.

20 **[0050]** La fibra de vidrio no tejida se puede producir, por ejemplo, mediante un método que incluye:

- 25 (1) una etapa de preparación de una suspensión que contiene el aglutinante para fibra de vidrio no tejida según la presente realización como el aglutinante primario,
(2) una etapa de formación de la lámina para preparar una solución que contiene la suspensión y la fibra de vidrio y luego forzar la solución para eliminar el solvente y formar una lámina, y
(3) una etapa de sumergir la hoja resultante en una solución que contiene un aglutinante secundario y luego eliminar el solvente para producir fibra de vidrio no tejida.

30 **[0051]** A medida que el aglutinante secundario, el aglutinante para fibra de vidrio no tejida que se describen anteriormente se pueden usar, u otro aglutinante puede ser utilizado. Los ejemplos del otro aglutinante incluyen aglutinantes tales como alcoholes polivinílicos distintos del alcohol polivinílico descrito anteriormente, resinas de estireno-butadieno, resinas acrílicas, resinas acrílicas de estireno, resinas acrílicas de acetato de vinilo y comonomeros de acetato de vinilo-etileno.

35 **[0052]** La fibra de vidrio no tejida de acuerdo con la presente realización tiene una resistencia adecuada incluso en una forma de una película delgada y por lo tanto es adecuada como un componente de construcción, tal como una hoja de papel pintado o un material de techo. Al utilizar la fibra de vidrio no tejida de acuerdo con la presente realización, puede perseguirse la reducción de peso.

40 **[0053]** La presente realización también puede proporcionar un método que incluye el uso del aglutinante para fibra de vidrio no tejida y que contiene un alcohol de polivinilo que tiene una forma con una relación de aspecto del 1,9 a 30 y un grado de saponificación de 99,0% en moles o más y mejora la resistencia de la fibra de vidrio no tejida. Este método de mejorar la resistencia de la fibra de vidrio no tejida incluye específicamente, por ejemplo, una etapa de incorporar el alcohol polivinílico como el aglutinante primario en la suspensión.

45 Ejemplos

[0054] La presente invención se describirá específicamente mediante ejemplos. El alcance de la presente invención, sin embargo, no se limita a estos ejemplos.

50 [Ejemplo 1]

[0055] En un recipiente de polimerización equipado con un condensador de reflujo, un embudo de grifo, y un agitador, a 100 partes en masa de acetato de vinil, 17,0 partes en masa de metanol, y se cargaron 0,02% en moles de azobisisobutironitril, seguido de polimerización en una corriente de nitrógeno mientras se agita por debajo del punto de ebullición durante 3,0 horas. Luego, se eliminó un monómero de acetato de vinilo sin reaccionar del sistema de polimerización para dar una solución de una resina de acetato de polivinilo con un grado de polimerización de 2175 en metanol (contenido de sólidos: 30,5% en masa).

60 **[0056]** A 15 kg de la solución resultante, en un tanque de agitación 30-1 de tipo amasadora, 21 g de NaOH se añadió (0,025 mol basado en la cantidad de acetato de vinilo) a 30°C, seguido de una reacción durante 60 minutos para realizar la saponificación. Como resultado, se obtuvo una suspensión de alcohol poli(vinílico) con un grado de saponificación de 99,3% en moles. A la suspensión resultante, se añadió 20,5 g de ácido acético en términos de CH_3COOH puro, seguido de agitación a fondo y después de filtración con un filtro centrífugo para dar una torta húmeda que contiene 41% de materia volátil. La torta húmeda resultante se secó para dar 2,4 kg de alcohol polivinílico que contenía 3,6% de materia volátil. El alcohol polivinílico resultante se molió en un molino de flujo de

aire y luego se tamizó a través de un tamiz de malla de 180 μM para obtener 2,2 kg de alcohol polivinílico con un grado de saponificación de 99,3% en moles como materia de tamaño inferior.

[Ejemplo 2]

[0057] De la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que se utilizó un tamiz de malla de 160 μm , se obtuvo 2,1 kg de alcohol de polivinilo que tiene un grado de saponificación de 99,3% en moles.

[Ejemplo 3]

[0058] De la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que se utilizó un tamiz de malla de 140 μm , se obtuvo 1,4 kg de alcohol de polivinilo que tiene un grado de saponificación de 99,3% en moles.

[Ejemplo comparativo 5]

[0059] De la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que se utilizó un tamiz de malla de 250 μm , se obtuvo 2,3 kg de alcohol de polivinilo que tiene un grado de saponificación de 99,3% en moles.

[Ejemplo comparativo 1]

[0060] Se obtuvo una resina de acetato de polivinilo de la misma manera que en el Ejemplo 1. Utilizando 1.150 g de la resina de acetato de polivinilo resultante, se obtuvo una solución de resina de acetato de polivinilo en metanol (contenido en sólidos: 30% en masa). La solución resultante en una cantidad de 15 kg se calentó a 40°C. A la solución, mientras que se agitaba en un tanque de agitación del tipo amasador 30-1, se agregó una solución de metanol que tenía una concentración de hidróxido de sodio del 5% en masa (0,025 mol como hidróxido de sodio en base a la cantidad de acetato de vinilo), seguido de reacción durante 60 minutos para llevar a cabo la saponificación. El gel resultante se molió, y luego el líquido se separó y se eliminó en una centrifuga, seguido de secado de la materia sólida para obtener alcohol polivinílico que contenía un 3,8% de materia volátil. El alcohol polivinílico resultante se molió en un molino de flujo de aire y luego se tamizó a través de un tamiz de malla de 180 μM para dar 150 g de alcohol polivinílico con un grado de saponificación de 99,3% en moles como materia de tamaño inferior.

[Ejemplo comparativo 2]

[0061] En un recipiente de polimerización equipado con un condensador de reflujo, se cargaron un embudo de grifo, y un agitador, a 100 partes en masa de acetato de vinil, 14,0 partes en masa de metanol, y 0,02% en moles de azobisisobutironitril, seguido de polimerización en una corriente de nitrógeno mientras que se agita por debajo del punto de ebullición durante 3,0 horas. Luego, se eliminó un monómero de acetato de vinilo sin reaccionar del sistema de polimerización para dar una solución de una resina de acetato de polivinilo con un grado de polimerización de 3170 en metanol (contenido sólido: 20,5% en masa).

[0062] A 15 kg de la solución resultante, en un tanque de agitación 30-1 de tipo amasadora, se añadió 21 g de NaOH a 30°C, seguido de saponificación para dar una suspensión de alcohol poli(vinílico) con un grado de saponificación de 98,0% en moles. A la suspensión resultante, se añadió 20,5 g de ácido acético en términos de CH_3COOH pura, seguido de agitación a fondo y después de filtración con un filtro centrífugo para dar una torta húmeda que contiene 41% de materia volátil. La torta húmeda resultante se secó para dar 2,0 kg de alcohol polivinílico que contenía un 3,6% de materia volátil. El alcohol polivinílico resultante se molió en un molino de flujo de aire y luego se tamizó a través de un tamiz de malla de 180 μM para dar 1,9 kg de alcohol polivinílico con un grado de saponificación de 98,0% en moles como materia de tamaño inferior.

[Ejemplo comparativo 3]

[0063] Se obtuvo una resina de acetato de polivinilo de la misma manera que en el Ejemplo 1. Utilizando 1.150 g de la resina de acetato de polivinilo resultante, se obtuvo una solución de resina de acetato de polivinilo en metanol (contenido en sólidos: 20% en masa). La solución resultante en una cantidad de 15 kg se calentó a 40°C. A la solución, mientras que se agitaba en un tanque de agitación del tipo amasador 30-1, se agregó una solución de metanol que tenía una concentración de hidróxido de sodio del 5% en masa (0,025 mol como hidróxido de sodio en base a la cantidad de acetato de vinilo), seguido de reacción de saponificación durante 60 minutos. como resultado, se obtuvo una suspensión de alcohol poli(vinílico) con un grado de saponificación de 99,5% en moles. A la suspensión resultante, se añadió 20,5 g de ácido acético en términos de CH_3COOH puro, seguido de agitación a fondo y después de filtración con un filtro centrífugo para dar una torta húmeda que contiene 38% de materia volátil. La torta húmeda resultante se molió y se secó para dar 2,0 kg de alcohol polivinílico que contenía 3,2% de materia volátil y que tenía un grado de saponificación de 99,5% en moles.

[Ejemplo comparativo 4]

[0064] El mismo procedimiento que en el Ejemplo Comparativo 1 se llevó a cabo a excepción de que, después de la

molienda el alcohol de polivinilo en un molino de flujo de aire, el tratamiento térmico a 120°C se llevó a cabo durante 2 horas y se tamizó a través de un tamiz de malla de 160 µm. Como resultado, se obtuvieron 1,8 kg de alcohol polivinílico con un grado de saponificación de 99,3% en moles.

- 5 **[0065]** En cuanto a cada uno de los alcoholes polivinílicos obtenidos en los Ejemplos 1 a 3 y Ejemplos Comparativos 1 a 5, la relación de aspecto, el grado de hinchamiento, la solubilidad en agua fría, y el diámetro medio de partícula se midieron por los siguientes métodos. Los resultados se muestran en la Tabla 1 y la Tabla 2.

<Medición de la relación de aspecto y el diámetro medio de partícula>

- 10 **[0066]** La relación de aspecto se midió por tamaño de partícula y analizador de distribución de forma (fabricado por Seishin Enterprise, nombre comercial: "PITA-1"). En las siguientes condiciones, se tomó una imagen fija de una muestra que fluye en un medio de dispersión (en la imagen fija, se seleccionaron arbitrariamente 3.000 partículas para la medición), seguido de un análisis de imagen para determinar la relación de aspecto (relación de aspecto = (longitud máxima)/(longitud vertical máxima)) y el diámetro medio de partícula.

(Condiciones de medida)

- 20 **[0067]** Muestra: 0,1 g
Medio de dispersión: metanol
Caudal del líquido de la muestra 1:10 µm L/seg
Caudal del líquido de la muestra 2:10 µm L/seg
Caudal del líquido de la muestra: 0,08 µm L/seg
Nivel de binarización: 200

- 25 <Medición del grado de hinchazón>

- 30 **[0068]** En cuanto a cada uno de los alcoholes polivinílicos obtenidos en los Ejemplos 1 a 3 y Ejemplos Comparativos 1 a 5, se midió el grado de hinchamiento. Primero, se añadió una muestra de 10,0 g del alcohol polivinílico después del secado a 240,0 g de agua a 20,0°C. La mezcla resultante se agitó con un agitador durante 15 minutos y, una vez terminada la agitación, se dejó en reposo durante 60 minutos. Posteriormente, la mezcla se filtró a través de papel de filtro N° 5A en un embudo Buchner, y luego se calculó la proporción de la masa del alcohol polivinílico con respecto a la masa seca del alcohol polivinílico.

- 35 <Medición de la solubilidad en agua fría>

- 40 **[0069]** En cuanto a cada uno de los alcoholes polivinílicos obtenidos en los Ejemplos 1 a 3 y Ejemplos Comparativos 1 a 5, se midió la solubilidad en agua fría. Primero, se añadió una muestra de 10,0 g del alcohol polivinílico después del secado al agua a 20,0°C. Después de agitarse durante 15 minutos y luego dejar reposar durante 60 minutos, se recuperó una porción del sobrenadante con una pipeta de 10 ml y luego se secó a 150°C durante 45 minutos, se midió la materia sólida de la porción del sobrenadante para determinar la concentración de la solución acuosa por cálculo. La relación de la masa de alcohol polivinílico disuelto en agua a la masa inicial de alcohol polivinílico se usó como la solubilidad en agua fría.

- 45 [Tabla 1]

	Unidad	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Grado de saponificación	% mol	99,3	99,3	99,3
Relación de aspecto	-	2,09	2,10	1,96
Proporción de partículas con diámetro de partícula de 180 µm o más	%	0,8	0,1	0,6
Relación de partículas con diámetro de partícula de 53 µm o menos	%	25,0	27,4	45,8
Grado de hinchazón	Veces	2,9	2,9	3,8
Solubilidad en agua fría	%	5,8	3,9	10,0

[Tabla 2]

	Unidad	Ejemplo Comp, 1	Ejemplo Comp, 2	Ejemplo Comp, 3	Ejemplo Comp, 4	Ejemplo Comp, 5
Grado de saponificación	% mol	99,3	98,0	99,5	98,3	99,3
Relación de aspecto	-	1,86	1,81	1,49	1,87	2,11
Relación de partículas con diámetro de partícula de 180 µM o más	%	0,0	0,0	0,6	0,0	8,0
Relación de partículas con un diámetro de partícula de 53 µm o menos	%	15,4	10,2	22,0	16,1	19,8
Grado de hinchazon	Veces	1,7	6,1	1,8	3,1	3,0
Solubilidad en agua fría	%	5,1	21,4	8,2	18,0	7,1

[0070] A continuación, utilizando cada uno de los alcoholes polivinílicos obtenidos en los Ejemplos 1 a 3 y Ejemplos Comparativos 1 a 5, se preparó y evaluó fibra de vidrio no tejida. Los resultados se muestran en la Tabla 3 y la Tabla 4.

[0071] En primer lugar, 0,3 partes en masa de alcohol de polivinilo obtenido anteriormente y 2,8 partes en masa de una fibra de vidrio (diámetro de la fibra; 9 µm, longitud de la fibra; 3 mm) se añadieron a 2.000 partes en masa de agua, seguido de la mezcla en un desintegrador de pulpa estándar (fabricado por Kumagai Riki Kogyo Co., Ltd.) durante 20 minutos para obtener una mezcla en suspensión. Una porción de la suspensión en una cantidad de 50 g/m² en peso seco se sometió a procesamiento mediante un método de fabricación de papel llamado Tamesuki utilizando un alambre de malla 80, seguido de la eliminación de agua. Luego, el papel mojado se transfirió del alambre a un papel de filtro. Posteriormente, el prensado se realizó con una prensa de hojas automática de tipo cuadrado (Kumagai Riki Kogyo Co., Ltd.) a 0,4 MPa durante 5 minutos. Luego, el papel mojado se desprendió del papel de filtro y se secó en un secador rotatorio (fabricado por Kumagai Riki Kogyo Co., Ltd.) a 110°C.

<Peso base>

[0072] El peso base se midió de acuerdo con un método de ensayo de la norma JIS P 8113.

<Resistencia a la tracción>

[0073] La resistencia a la tracción se evaluó en base al valor promedio de seis mediciones llevado a cabo sometiendo una muestra de la fibra de vidrio no tejida cortada en un tamaño de 25 mm de ancho y 100 mm de longitud a la medición en un instrumento de prueba Tensilon (A&D Company, Limited, nombre comercial: "HTM-100") en condiciones de escala completa: 100 g, un ancho de cremallera: 50 mm y una tasa de deformación: 50 mm/min.

<Permeabilidad al aire>

[0074] La permeabilidad al aire se refiere a un valor de permear resistencia medida en un medidor de permeabilidad al aire KES-F8 fabricado por Kato Tech Co., Ltd. Cuando el valor de permear la resistencia es baja, la permeabilidad al aire es alta.

<Espesor >

[0075] El espesor de la fibra de vidrio no tejida se midió por el método A de JIS L 1913.

<Grado de suavidad>

[0076] El grado de suavidad se evaluó por un panel de personas expertas seleccionadas arbitrariamente. La fibra de vidrio no tejida se cortó en un tamaño de 25 mm de ancho y 100 mm de longitud para su uso como muestra, y el grado de suavidad se evaluó en función de los siguientes criterios.

○: la superficie era muy suave, sin sensación de rugosidad o similar.

X: la superficie tenía un componente aglutinante que permanecía en forma de partícula, con una sensación de rugosidad.

ES 2 706 514 T3

[Tabla 3]

	Unidad	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Peso base	g/m ²	51,8	50,0	49,8
Resistencia a la tracción	N/20 mm	0,75	0,81	0,69
Permeabilidad al aire	Pa · s/m	62	57	63
Espesor	µm	330	320	336
Grado de suavidad	-	○	○	○

[Tabla 4]

	Unidad	Ejemplo Comp, 1	Ejemplo Comp, 2	Ejemplo Comp, 3	Ejemplo Comp, 4	Ejemplo Comp, 5
Peso base	g/m ²	46,1	47,6	45,9	53,1	51,9
Resistencia a la tracción	N/20 mm	0,57	0,64	0,58	0,46	0,78
Permeabilidad al aire	Pa · s/m	68	67	60	67	58
Espesor	m m	300	310	305	300	330
Grado de suavidad	-	X	○	X	○	X

REIVINDICACIONES

1. Un aglutinante para una fibra de vidrio no tejida, el aglutinante que comprende un alcohol polivinílico, en el que el alcohol polivinílico tiene

un grado de saponificación de 99,0% en moles o más,
una forma de partículas con una relación de aspecto de 1,9 a 30, y
una proporción de partículas con un diámetro de partículas de 53 μm o menos es del 50% o menos y una
relación de partículas con un diámetro de partícula de 180 μm o más es del 5% o menos, en una distribución de
diámetro de partícula del alcohol polivinílico.

2. El aglutinante para una fibra de vidrio no tejida según la reivindicación 1, en el que el alcohol polivinílico tiene un grado de hinchamiento de 2,5 a 5,0.

3. El aglutinante para una fibra de vidrio no tejida según la reivindicación 1, en el que el alcohol polivinílico tiene una solubilidad en agua fría de 10,0% o menos.

4. El aglutinante para una fibra de vidrio no tejida de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el alcohol polivinílico tiene un grado de hinchamiento de 2,5 a 5,0 y una solubilidad en agua fría de 10,0% o menos.

5. Una fibra de vidrio no tejida, que comprende una fibra de vidrio y el aglutinante para una fibra de vidrio no tejida según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, con la fibra de vidrio unida al aglutinante.

6. La fibra de vidrio no tejida según la reivindicación 5, en la que la fibra de vidrio no tejida tiene un espesor de 500 μm o menos.