

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO <b>478434</b>	19 A1
25		FECHA DE PRESENTACION -- 0 MAR. 1978	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

**PATENTE DE INVENCION**

50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
P 28 10 137.3	9 de marzo de 1.978	Rep. Federal Alemana
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DERIVADA
	D06H15/48, 15/54; D06N7/06	
54 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR MATERIALES AMORTIGUADORES		
71 SOLICITANTE (ES)		
CASSELLA AKTIENGESELLSCHAFT		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Hanauer Landstrasse 526, 6000 Frankfurt a.M.-Fechenheim, República Federal Alemana.		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Wilhelm ADAM		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.		

El presente invento se refiere a un ligante para fabricar materiales aisladores o amortiguadores (por ejemplo térmica o acústicamente aisladores) en forma de vellones, fieltros, esteras, placas y similares, a partir de materiales fibrosos, en especial fibras de vidrio.

En la fabricación de materiales aisladores o amortiguadores de fibras de vidrio es conocido el recurso de aplicar a las fibras de vidrio una resina fenólica y endurecer el material fibroso así preparado en forma de vellones, esteras, placas o similares con aplicación de temperaturas elevadas y dado el caso presión elevada. En esta manera de operar un inconveniente reside en que en las condiciones aplicadas para el endurecimiento del material fibroso se separa de la fibra de vidrio por sublimación la resina fenólica en forma de un humo, provocando una indeseable contaminación del aire de escape.

El ligante propuesto por el presente invento para la preparación de materiales aisladores o amortiguadores en forma de vellones, fieltros, esteras, placas y similares a partir de materiales fibrosos, en especial de fibras de vidrio, no adolece de las desventajas de los ligantes de vellones hasta ahora comúnmente empleados. El ligante de acuerdo con el presente invento está constituido por una mezcla de un poliéster soluble en agua, reticulante de resinas amínicas, y una resina de melamina soluble en agua en una relación ponderal de 1 : (9 a 0,1). El poliéster soluble en agua, A.T. 25 reticulante de resinas amínicas, tiene un índice OH de 30 a 450,

preferentemente de 80 a 200, un índice de acidez de 20 a 300, preferentemente 60 a 100, y, medida en una solución al 50% en peso en butilglicol, una viscosidad dinámica de 100 a 750 mPa.s.

5 Tales poliésteres son conocidos y se preparan por policondensación de ácidos dicarboxílicos bivalentes y alcoholes bivalentes, pudiendo estar presentes también pequeñas cantidades de ácidos carboxílicos y/o alcoholes tri- y polivalentes. En la policondensación pueden emplearse también derivados de ácidos carboxílicos y alcoholes, en especial ésteres con alcoholes inferiores, cloruros de ácidos, anhídridos o lactonas.

10 Son ácidos carboxílicos dibásicos apropiados o sus derivados, por ejemplo, el ácido ftálico, el anhídrido del ácido ftálico, el ácido isoftálico, el ácido tereftálico, el ácido tetrahidroftálico, el ácido hexahidroftálico, el anhídrido del ácido endometilen-tetrahidroftálico, el anhídrido del ácido hexacloroendometilen-tetrahidroftálico, el ácido succínico, el ácido glutárico, el ácido adípico, el ácido pimélico, el ácido suberínico, el ácido azelaico, el ácido sebácico.

15 Son ácidos carboxílicos dibásicos insaturados apropiados, o sus derivados, por ejemplo: el anhídrido del ácido maleico, el ácido fumárico, el ácido itacónico, el ácido citracónico, el ácido mesacónico.

20 Son glicoles apropiados para la fabricación de los poliésteres, por ejemplo: el etilenglicol, el propilenglicol-(1,2), el propilenglicol-(1,3), el butilenglicol-(1,2), el butilenglicol-

25

(1,3), el butilenglicol-(1,4), el dietilenglicol, el dipropilenglicol, el trietilenglicol, el 1,5-pentanodiol, el 1,6-hexanodiol, el hexilenglicol (=2-metil-2,4-pentanodiol), el neopentilglicol (=2,2-dimetil-1,3-propanodiol).

5 Por incorporación de una pequeña cantidad de ácidos carboxílicos y/o alcoholes tri- o polivalentes puede lograrse una ramificación o reticulación del poliéster. Para este fin resultan particularmente apropiados el trimetilolpropano, el trimetilolefano, el 1,2,6-hexanotriol, la glicerina, la pentaeritrita.

10 Son particularmente apropiados los poliésteres, en los cuales el componente ácido policarboxílico está constituido en su totalidad o en parte por ácidos dicarboxílicos alifáticos, en especial los ácidos adípico, succínico, sebácico o azelaico.

15 El poliéster, si se desea, puede modificarse también por un tenor en ácidos monocarboxílicos. En los poliésteres que se emplean no se trata de sistemas de secado al aire. La condición de "soluble en agua" en relación con el poliéster significa que el poliéster a valores de pH superiores a 7 pueda disolverse en agua. La condición de "soluble en agua" en relación con la resina de melamina significa que la resina de melamina bajo las condiciones que se presentan en la fabricación del ligante, en especial las relaciones cuantitativas que se presentan, deba ser soluble en agua.

20 Bajo las resinas de melamina apropiadas para fabricar el ligante según el presente invento, deben entenderse las melaminas de un solo núcleo, parcial o totalmente metiloladas, cuyos grupos

25

metilol no están eterificados o están eterificados con por lo me-  
nos un alcohol alifático mono- o polivalente con 1 a 6 átomos C,  
o los correspondientes precondensados de melamina-formaldehido  
de varios núcleos, limitada o ilimitadamente diluibles con agua,  
5 con una relación molar de melamina : formaldehido de 1 : 1 a  
1 : 6, que no están eterificados o están parcial o totalmente e-  
terificados con por lo menos un alcohol alifático mono- o poliva-  
lente, con 1 a 6 átomos C, o una mezcla de las mencionadas metil-  
olmelaminas mononucleares no eterificadas y/o eterificadas, y/o  
10 los mencionados precondensados de melamina-formaldehido polinuclea-  
res no eterificados o eterificados.

Son resinas de melamina apropiadas, por ejemplo, la dimetil-  
olmelamina, la trimetilolmelamina, la tetrametilolmelamina, la  
pentametilolmelamina, la hexametilolmelamina o sus mezclas, o una  
15 dimetilolmelamina, trimetilolmelamina, tetrametilolmelamina, pen-  
tametilolmelamina o hexametilolmelamina, cuyos grupos metilol es-  
tán parcial o completamente eterificados con por lo menos un al-  
cohol alifático mono- o polivalente con 1 a 6 átomos C, preferen-  
temente 1 a 4 átomos C. El alcohol alifático mono- o polivalente  
20 puede ser saturado o insaturado y su cadena de carbono también  
puede estar interrumpida por uno o varios puentes de éter. Son  
alcoholes apropiados, por ejemplo, el metanol, el etanol, el n-  
propanol, el isopentanol, el n-hexanol, el iso-hexanol, el alcohol  
alílico, el etilenglicol, el propilenglicol, los butanodiolos,  
25 como el butanodiol-1,4, los hexanodiolos, como el hexanodiol-1,6,

el dietilenglicol, el trietilenglicol, el dipropilenglicol, la glicerina.

Como alcohol alifático se prefiere el metanol. Son resinas de melamina preferidas el trimetilolmelamina-trimetiléter, el hexa-  
5 metilolmelamina-hexametiléter o el pentametilolmelamina-trimetiléter.

Son resinas de melamina apropiadas también los precondensados de melamina-formaldehído de varios núcleos, limitada o ilimitadamente diluibles con agua (en lo que sigue denominados metilolmelaminas de varios núcleos) con una relación molar de melamina-formaldehído de 1 : 1 hasta 1 : 6. El precondensado de melamina-formaldehído de varios núcleos puede también estar eterificado parcial o totalmente. Las metilolmelaminas de uno o varios núcleos pueden también contener los agentes modificadores usuales en la  
10 química de aminoplásticos en cantidades de aproximadamente 2 a 20% en peso con referencia a la metilolmelamina de uno o varios núcleos. Tales agentes de modificación son, por ejemplo, la sorbita, el azúcar, la lactama como, por ejemplo, la  $\epsilon$ -aminocaprolactama, la metilénbisformamida, la toluensulfonamida como, por ejemplo, la p-toluensulfonamida. Sin embargo, tal modificación no  
15 es imprescindible.  
20

El poliéster y la resina de melamina se mezclan entre sí convenientemente en un solvente o una mezcla de solventes orgánicos, diluibles con agua, apropiados, pero preferentemente en agua, en una relación ponderal de 1 : (9 a 0,1), preferentemente en una  
25 relación ponderal de 1 : (8 a 1) (calculados como sólido sobre sólido).

lido). Para la forma de realización en que se entrega o se comercializa, se fabrica una solución en lo posible concentrada del ligante, por ejemplo al 50  $\bar{\wedge}$  80% en peso. Durante la operación de mezclar se mantiene un pH de 7 a 11, preferentemente de 9,2 a 9,6 por adición de álcalis, llevándose a cabo el ajuste del pH con una solución acuosa de amoníaco o aminas orgánicas.

Son aminas orgánicas apropiadas, por ejemplo, la metilamina, la trimetilamina, la etilamina, la dietilamina, la trietilamina, la n-propilamina, la di-n-propilamina, la i-propilamina, la etilendiamina, la alilamina, la n-butilamina, la di-n-propilamina, aplicándose las aminas volátiles en forma de soluciones, preferentemente soluciones acuosas. Pero, desde luego, pueden emplearse también en forma de soluciones las aminas líquidas a temperatura normal.

Es conveniente emplear para el ajuste del pH aminas orgánicas de punto de ebullición comprendido entre 130° y 200°C como, por ejemplo, la etanolamina, la trimetilendiamina, la pentametilendiamina, la hexametilendiamina, la tri-n-propilamina y preferentemente la dimetiletanolamina.

Son solventes orgánicos diluibles con agua apropiados, por ejemplo, los alcoholes como el metanol, el etanol, el i-propanol, cetonas tales como la acetona, el metiletilglicol, glicoles tales como el etilenglicol, el dietilenglicol.

Para la preparación de materiales aisladores o amortiguadores en forma de vellones, fieltros, esteras, placas y similares a par-

bir de materiales fibrosos, en especial fibras de vidrio, con empleo del ligante según el presente invento, se preparan de manera conocida los sustratos y en una fase apropiada del proceso de fabricación el ligante según el presente invento se aplica en cantidades de 2 a 10% en peso, preferentemente 4 a 6% en peso, en relación con la mezcla de resinas sólidas, en forma de una solución al 5 hasta 50% en peso, en lo posible uniformemente a las fibras, por ejemplo por pulverización. (El ajuste del ligante a la concentración de aplicación se efectúa preferentemente por dilución con agua). El endurecimiento del ligante y la formación del material amortiguador o aislante dado el caso endurecido, se efectúan exponiendo el material fibroso impregnado con el ligante durante un lapso de 1 a 10 minutos a una temperatura de 150 a 225°C y, dado el caso, y aumentando al mismo tiempo su densidad bajo presiones de 45 a 300 kPa. La fabricación de los materiales aisladores o amortiguadores puede ser discontinua o continua, dándose preferencia normalmente a la manera de operar continua. Así, por ejemplo, pueden fabricarse continuamente fibras de vidrio a partir de vidrio fundido a una temperatura de 1200 - 1400°C mediante uno de los conocidos métodos de centrifugado o de soplado con toberas. En un método de centrifugado, por ejemplo, un delgado chorro de vidrio fundido fluye sobre un disco calentado, con un diámetro de aproximadamente 20 cm. que gira rápida y horizontalmente con velocidades de rotación de 3000 a 4000 rev/min. Este disco tiene ranuras de guía axiales, por las cuales el vidrio es lanzado y

estirado en forma de fibras. Comúnmente el estirado de las fibras de vidrio se favorece mediante una corriente de aire o de gas dirigida hacia el disco giratorio. La corriente de aire o gas sopla las fibras de vidrio formadas sobre un dispositivo de aspiración que está constituido por una cinta tamizadora sin fin, sobre la cual las fibras de vidrio se depositan en forma de vellón o fieltro. Durante el vuelo de las fibras de vidrio desde el disco giratorio hacia el dispositivo de aspiración en un sector, en el cual convenientemente impera una temperatura de 100 a 150°C, puede aplicarse el ligante según el presente invento por pulverización a las fibras de vidrio, lográndose con ello una impregnación uniforme de las fibras de vidrio depositadas. El dispositivo de aspiración ejerce su acción sobre la corriente de aire o gas a través de la cinta tamizadora. El vellón de fibras de vidrio impregnado, depositado sobre la cinta tamizadora, sigue siendo transportado a una zona de endurecimiento, donde, dado el caso con densificación simultánea entre dos cintas de marcha paralela a presiones de 45 a 300 kPa, se expone a una temperatura de 150 a 225°C, a la cual el ligante se endurece. El material ligado, tras abandonar la zona de endurecimiento, se enrolla o se corta a la longitud deseada.

En algunos casos, sobre las toberas, por las que la solución de ligante se rocía sobre las fibras de vidrio que pasan volando y donde impera una temperatura de 100 a 150°C se forman depósitos indeseables que sobre las toberas crecen formando trenzas molestas

de fibras de vidrio. La formación de tales depósitos y trenzas puede impedirse por adición de un solvente compatible con el ligante, cuyo punto de ebullición se halla entre 150 y 200°C. Normalmente es suficiente agregar al ligante según el presente invento hasta un 10% en peso de solvente de alto punto de ebullición, en relación con la mezcla de resinas sólidas. Como solvente orgánico de alto punto de ebullición ha dado buenos resultados en especial el butildiglicol.

Para el endurecimiento del ligante según el presente invento no se requiere un agente de endurecimiento, de modo que se evita también la observación de un tiempo de estado líquido. La estabilidad durante el almacenamiento de la forma de entrega, normalmente al 50% en peso, como así también del baño de impregnación diluido a una concentración de aplicación del 5 al 50% en peso, es superior a un cuatrimestre. A diferencia de las resinas de fenol hasta ahora conocidas para este fin, se produce una contaminación sensiblemente menor del aire de escape. Los materiales amortiguadores o aisladores fabricados con el ligante según el presente invento satisfacen los requisitos formulados, en especial en cuanto a resistencia al calor y al vapor de agua. Las placas de vidrio fabricadas con el ligante según el presente invento exhiben también la elasticidad a rajaduras requerida.

El ligante según el presente invento puede emplearse también para la fabricación de materiales aisladores o amortiguadores de otras fibras como, por ejemplo, fibras de escorias y lana mineral.

De estos materiales, al igual que de fibras de vidrio, pueden fabricarse también vellones, fieltros, esteras o placas.

EJEMPLO

1.280 kg. de trimetilolmelamintrimetileter, al 75% en agua,  
5 250 l. de agua, 60 kg. de butildiglicol, 50 kg. de dimetiletanolamina y 300 kg. de una resina de poliéster, cuya fabricación se describe en lo que sigue y que se presenta en forma de una solución al 80% en peso en una mezcla de solventes constituida por una parte en peso de etilgilcol, 2 partes en peso de butilgilcol y 2 partes en peso de isobutanol, se mezclan hasta obtener una solución  
10 clara. Este ligante se diluye con 460 l. de agua hasta la concentración de entrega. El pH es de 9,4.

Este baño de empapado se aplica uniformemente por pulverización a fibras de vidrio recién preparadas que se hallan en vuelo,  
15 a una temperatura de 100°C. La cantidad aplicada por pulverización asciende a 4% en peso. A continuación las fibras de vidrio pulverizadas se depositan en forma de un vellón y se densifican bajo una presión de 275 kPa a una placa con un espesor de 3 cm. La placa de fibras de vidrio fabricada cumplía con todos los requisitos  
20 necesarios, en especial el ligante endurecido era resistente al calor y al vapor de agua y la placa tenía un alto grado de elasticidad.

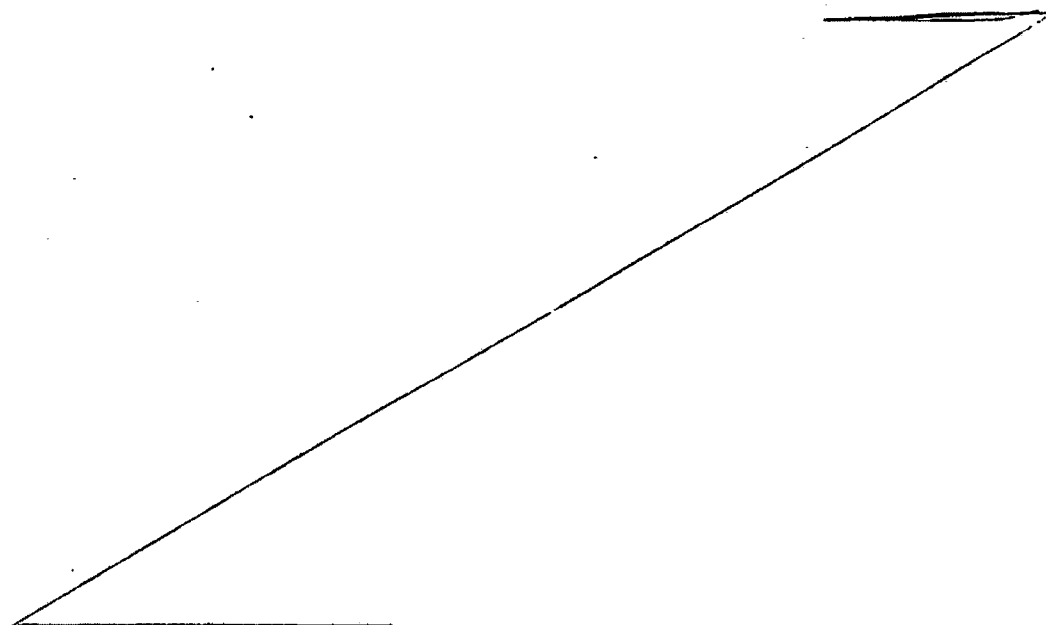
La resina alquídica arriba mencionada se preparó como sigue:  
148 kg de anhídrido del ácido ftálico;  
25 219 kg de ácido adípico;

49 kg. de anhídrido del ácido maleico;  
155 kg. de etilenglicol;  
68 kg. de pentaeritrita

5 se condensaron durante 4-1/2 h., produciéndose un aumento de temperatura de 125°C a 185°C y obteniéndose 65 kg. de destilado constituido por 60 kg. de agua y 5 kg. de etilenglicol. El rendimiento en poliéster era de 574 kg. El contenido de sólidos del poliéster era prácticamente del 100% en peso (determinado por un calentamiento de una hora de 1 g de muestra a 140°C), el índice OH se determinó en 181 y el índice de acidez en 96 mg KOH/g. La viscosidad de una solución al 50% en peso en butilglicol era de 132 mPa.s.

10 El poliéster obtenido se disolvió en 29,3 kg. de etilglicol, 58,6 kg. de butilglicol y 58,6 kg. de isobutanol, obteniéndose una solución al 80% en peso con una viscosidad de 3,48 Pa.s.

15 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para preparar materiales amortiguadores, a partir de materiales fibrosos, caracterizado porque comprende pulverizar las fibras con una solución del 5 a 50% en peso de un ligante constituido por una solución al 5-80% en peso de una mezcla de un poliéster soluble en agua, reticulante de resinas amínicas, y una resina de melamina soluble en agua, en una relación ponderal de 1 : (9 a 0,1); y tratar el material impregnado a temperatura elevada.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la pulverización se lleva a cabo a una temperatura de 100 a 150°C.
- 15 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque las fibras se pulverizan con 2 a 10% en peso de ligante, en relación con la mezcla de resinas sólidas.
- 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las fibras se pulverizan con 4 a 6% en peso de ligante, en relación con la mezcla de resinas sólidas.
- 20 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el material impregnado se endurece durante 1 a 10 minutos a una temperatura de 150 a 225°C.
- 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material impregnado se endurece bajo una presión de 45 a 300 KPa.
- 25 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de poliéster y la resina de melamina se encuentra en solución acuosa.
- 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 7, caracterizado porque dicha solución tiene un pH de 7 a 11.
- 30 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracteri-

zado porque la solución tiene un pH de 9,2 a 9,6.

5 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el poliéster tiene un índice OH de 30 a 450, un índice de acidez de 20 a 300 y, en solución al 50% en peso en butilglicol, una viscosidad dinámica de 100 a 750 mPa.s.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el índice OH del poliéster es de 80 a 200.

10 12.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el índice de acidez del poliéster es de 60 a 100.

15 13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la resina de melamina está constituida por una melamina de un solo núcleo, parcial o totalmente metilolada, cuyos grupos metilol no están esterificados o están esterificados parcial o totalmente con por lo menos un alcohol alifático mono- o polivalente, con 1 a 6 átomos C, o por un correspondiente precondensado de melamina-formaldehído de varios núcleos, limitada o ilimitadamente diluible con agua, con una relación molar de melamina : formaldehído de 1 : 1 hasta 1 : 6, que no  
20 está esterificado o está parcial o totalmente esterificado con por lo menos un alcohol alifático mono- o polivalente, con 1 a 6 átomos C.

25 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la resina de melamina está constituida por dimetilolmelamina, trimetilolmelamina, tetrametilolmelamina, pentametilolmelamina o hexametilolmelamina o una mezcla de estas sustancias.

30 15.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la resina de melamina está constituida por dimetilolmelamina, trimetilolmelamina, tetrametilolmelamina, pentameti

lolmelamina o hexametilolmelamina, cuyos grupos metilol están parcial o totalmente eterificados con por lo menos un alcohol alifático mono- o polivalente con 1 a 6 átomos C.

5 16.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la resina de melamina está constituida por un precondensado de melamina-formaldehido polivalente, limitada o ilimitadamente diluible con agua, con una relación molar de melamina: formaldehido de 1:1 a 1:6.

10 17.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la resina de melamina está constituida por un precondensado de melamina-formaldehido polivalente, limitada o ilimitadamente diluible con agua, con una relación molar de melamina : formaldehido de 1:1 a 1:6, que está eterificado parcial o totalmente mediante por lo menos un alcohol alifático  
15 mono- o polivalente con 1 a 6 átomos C.

20 18.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque el ligante comprende un contenido adicional de hasta 10% en peso, en relación con la mezcla de resinas sólidas, de un solvente orgánico con punto de ebullición de 150 a 200°C.

19.- Procedimiento para preparar materiales amortiguadores, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina  
por una sola cara.

Madrid, --0 MAR. 1979

CASELLA AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMIEU  
c. p. Firmados J. Suarez Díez

