



(11) **EP 1 581 696 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
17.01.2007 Bulletin 2007/03

(51) Int Cl.:
D21H 13/40 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **04700461.9**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2004/000014

(22) Date de dépôt: **07.01.2004**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2004/070112 (19.08.2004 Gazette 2004/34)

(54) **FABRICATION D UN VOILE EN FIBRES DE VERRE ET DE CELLULOSE EN MILIEU CATIONIQUE**

HERSTELLUNG EINES VLIESES AUS GLASFASERN UND ZELLSTOFFFASERN IN EINEM
KATIONISCHEN MEDIUM

METHOD FOR MAKING A FIBER GLASS AND CELLULOSE MAT IN CATIONIC MEDIUM

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR**

(30) Priorité: **08.01.2003 FR 0300125**

(43) Date de publication de la demande:
05.10.2005 Bulletin 2005/40

(73) Titulaire: **Saint-Gobain Vetrotex France S.A.
73000 Chambéry (FR)**

(72) Inventeurs:
• **DROUX, Michel
F-73490 La Ravoire (FR)**

• **DESAINT JEAN, Carl
F-73250 Saint-Pierre D'Albigny (FR)**

(74) Mandataire: **Colombier, Christian
Saint-Gobain Recherche,
39, quai Lucien Lefranc
93300 Aubervilliers (FR)**

(56) Documents cités:
**WO-A-01/11138 WO-A-99/13154
GB-A- 753 485 US-B1- 6 488 811**

EP 1 581 696 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

[0001] L'invention concerne un procédé de fabrication en milieu cationique d'un voile comprenant des fibres de verre et des fibres de cellulose.

[0002] Les voiles comprenant des fibres cellulosiques et des fibres de verre présentent à la fois une forte résistance à la traction et une forte résistance à la déchirure. Cette combinaison de propriétés font de ce type de matériau un excellent candidat pour le renforcement des bardeaux (« shingle » en anglais), souvent appelés « bardeaux canadiens ». Ces bardeaux sont généralement obtenus par imprégnation d'une structure fibreuse comme un voile par un goudron ou asphalte.

[0003] On entend par voile (« veil » en anglais) un non-tissé constitué de filaments complètement dispersés. Les voiles de la présente invention ont généralement une masse surfacique allant de 20 à 150 g/m² et plus particulièrement 30 à 130 g/m², par exemple environ 100 g/m².

[0004] Le WO 9913154 enseigne un procédé de préparation par voie humide d'un voile verre/cellulose comprenant 5 à 15 % de liant. Selon ce document, la dispersion des fibres est assurée en présence d'un modificateur de viscosité anionique (Nalco 2388) et d'un dispersant dont la nature n'est pas précisée.

[0005] Le WO 0111138 enseigne un procédé de préparation en deux étapes comprenant une première étape de préparation d'une suspension comprenant des fibres de cellulose et un polymère cationique, une seconde étape de préparation d'une suspension comprenant des fibres de verre, un dispersant et un modificateur de viscosité, ces deux suspensions étant ensuite réunis avant passage sur une toile de formation. Ce document n'enseigne rien sur le caractère ionique ou non de l'eau de procédé au moment de son passage sur la toile de formation.

[0006] La solution aqueuse dans laquelle les fibres sont dispersées est appelée eau de procédé. La demanderesse a découvert que la nature du caractère ionique de l'eau de procédé au moment du passage de la suspension comprenant les deux types de fibres sur la toile de formation revêtait une grande importance pour la qualité de la dispersion elle-même et en conséquence pour l'homogénéité du voile formé. Le procédé selon l'invention est particulièrement simple car il permet la mise en suspension en une seule étape et directement dans l'eau de procédé à la fois des fibres de verre et des fibres de cellulose.

[0007] La fabrication d'un voile en continu implique le passage d'un lit de fibres dispersées par un ensemble de plusieurs dispositifs successifs devant chacun appliquer aux dites fibres un traitement particulier. Le lit de fibres, après sa formation dans un « dispositif de formation », traverse ensuite le cas échéant un « dispositif de dépose de liant » puis un « dispositif d'étuvage ». Le transport du lit au travers de ces dispositifs est réalisé grâce à des tapis défilants, le lit pouvant généralement être amené à passer d'un tapis à l'autre.

[0008] Le procédé selon l'invention comprend :

- une étape de mise en dispersion dans une eau de procédé de fibres coupées de verre et de fibres de cellulose, puis,
- une étape de formation d'un lit dans un dispositif de formation par passage de la dispersion sur une toile de formation à travers laquelle l'eau de procédé est drainée, les fibres étant retenues sur ladite toile, ladite dispersion présentant au moment dudit passage une charge ionique positive (c'est-à-dire cationique) du fait que l'eau de procédé à cet instant est elle même cationique, de préférence telle que 10 millilitres de l'eau de procédé à cet instant est neutralisable par 1 à 4 millilitres de solution titrante anionique à 1.10^{-3} N puis,
- une étape de traitement thermique dans un dispositif d'étuvage.

[0009] Selon l'invention, l'eau de procédé est cationique au moins dès que l'on commence à lui ajouter des fibres. De préférence, l'eau de procédé ainsi que la dispersion qui la contient reste cationique au moins jusqu'au passage sur la toile de formation. Dans un procédé en continu recyclant l'eau de procédé, celle-ci est généralement en permanence cationique. Ainsi, le procédé peut être continu, l'eau de procédé étant recyclée et présentant un caractère cationique tout au long de sa boucle de circulation.

[0010] Le caractère cationique de l'eau de procédé est à l'origine d'une dispersion favorable des fibres de verre et de cellulose dès l'introduction de celles-ci dans ladite eau, jusqu'au passage sur la toile de formation. Ainsi, selon l'invention, il n'est pas nécessaire de préparer une pré-dispersion à caractère cationique de l'un des types de fibre (cellulose ou verre) avant de mélanger lesdites fibres avec l'autre type de fibres. Notamment, Il n'est donc pas nécessaire par exemple d'appliquer un polymère cationique (ni un autre produit à caractère cationique) sur la cellulose dans une dispersion préalable, avant de mélanger ladite cellulose avec la fibre de verre dans l'eau de procédé. Il n'est pas non plus nécessaire d'appliquer un polymère cationique (ni un autre produit à caractère cationique) sur la fibre de verre dans une dispersion préalable, avant de mélanger ladite fibre de verre avec la cellulose dans l'eau de procédé. Ainsi, ni la fibre de cellulose ni la fibre de verre ne sont généralement traitées par une espèce cationique avant d'être introduits dans l'eau de procédé.

[0011] Le maintien d'un caractère cationique de l'eau de procédé n'exclut pas la présence dans ladite eau si nécessaire d'ingrédients à caractère anionique, non-ionique ou amphotère (c'est-à-dire à la fois cationique et anionique) dès lors que globalement, grâce à la présence d'au moins un autre ingrédient à caractère cationique, le caractère globalement

cationique de l'eau de procédé est assuré. Généralement, l'eau de procédé contient au moins un dispersant cationique en quantité suffisante pour que l'eau de procédé soit cationique.

[0012] Le caractère ionique de l'eau de procédé peut être déterminé par dosage potentiométrique. Pour cela, on peut notamment utiliser un détecteur de charge de particules comme celui de marque Mutek PCD 03 et un titrateur Mutek Titrator PCD-Two. Le principe de la méthode consiste à neutraliser un volume déterminé (par exemple 10 ml) de l'eau de procédé dont on veut déterminer le caractère cationique, par un volume mesuré d'une solution aqueuse titrante anionique. Comme solution titrante, on peut par exemple utiliser une solution de polyéthylène-sulfonate de sodium (dite « Pes-Na »), par exemple à 10^{-3}N . On peut exprimer le caractère cationique de l'eau de procédé par le nombre de millilitres de solution de Pes-Na nécessaires pour neutraliser 10 millilitres d'eau de procédé dosée.

[0013] De préférence l'eau de procédé est cationique de sorte que 10 ml d'eau de procédé puisse être neutralisée par 1 à 10 ml de solution titrante anionique à 10^{-3}N et de manière encore préférée par 1,5 à 4 ml de ladite solution titrante anionique.

[0014] Ceci revient également à dire que de préférence, l'eau de procédé est cationique de 1.10^{-4}N à 1.10^{-3}N et de manière encore préférée de $1,5.10^{-4}\text{N}$ à 4.10^{-4}N .

[0015] Pour être mises en dispersion dans l'eau, les fibres doivent pouvoir rester à l'état individuel et ne pas se regrouper mélangées dans l'eau de procédé. Si l'on disperse dans l'eau des fils coupés, ensemble de fibres, ces fils doivent pouvoir se défilamentiser en dispersion dans l'eau. On entend par « fil » un ensemble de filaments contigus et comprenant plus particulièrement de 10 à 2000 fibres. Ainsi, les fibres peuvent être introduites dans l'eau de procédé sous la forme de fils comprenant plus particulièrement 10 à 2000 fibres.

[0016] Les fibres de verre peuvent avoir été ensimées lors de leur fabrication, pour être rassemblés le cas échéant sous forme de fils, notamment par des liquides d'ensimage comprenant un organosilane et / ou un agent collant (« film former » en anglais). Il est préférable dans ce cas de ne pas sécher les fibres avant de les mettre en dispersion dans l'eau, de façon à éviter qu'ils ne se collent entre eux, ce qui gênerait leur dispersion à l'état de filaments individuels.

[0017] Les fibres de cellulose sont généralement obtenues à partir de pulpe de bois. Cette pulpe de bois est généralement obtenues à partir de feuilles commerciales en carton que l'on ramollit avec de l'eau. Cette eau utilisée pour ramollir le carton sert ensuite au transport de la pulpe en direction de l'installation de réalisation de la dispersion. Ce mélange eau / pulpe contient généralement juste l'eau suffisante pour pouvoir véhiculer la pulpe par écoulement. Ce mélange pulpe / eau avant d'atteindre le milieu de la dispersion contient généralement de 70 à 99 % en poids d'eau et 1 à 30% en poids de cellulose.

[0018] La mise en dispersion dans l'eau de procédé des deux types de fibres peut être réalisée, par exemple dans un pulpeur. Cette mise en dispersion peut être réalisée dans un premier temps dans un pulpeur par exemple avec une proportion de fibres telle que la somme de la masse fibres de verre + fibres de cellulose aille de 0,01% à 0,5% en poids de la somme du poids des fibres et de l'eau de procédé.

[0019] De préférence, la dispersion fibres/eau de procédé au moment de passer dans l'étape de formation du lit sur la toile de formation est telle que la somme de la masse des fibres représente 0,01 à 0,5% en poids de ladite dispersion et de préférence 0,02 à 0,05% en poids de ladite dispersion. La dispersion peut subir une diminution de concentration en fibres en passant du pulpeur au dispositif de formation du lit.

[0020] Dans l'eau de procédé, le rapport de la masse des fibres de verre sur celui de la masse des fibres de cellulose est le même que celui souhaité dans le voile final.

[0021] L'eau de procédé peut comprendre un épaississant pour faire augmenter la viscosité de l'eau de procédé. Cet épaississant peut être présent à raison de 0 à 0,5 % en poids dans l'eau de procédé. Cet épaississant peut par exemple être une hydroxyéthylcellulose (par exemple Natrosol 250HHR de Hercules). L'hydroxyéthylcellulose est un composé de type anionique.

[0022] L'eau de procédé comprend généralement un dispersant cationique. Ce dispersant cationique peut généralement être présent à raison de 0 à 0,1% en poids dans l'eau de procédé. Ce dispersant cationique peut être par exemple la guanidine ou une amine à chaîne grasse. On peut notamment utiliser l'aérosol C 61 commercialisé par CYTEC. Il peut également s'agir d'une alkylamine polyoxylée.

[0023] On introduit de préférence l'épaississant de façon à ce que l'eau de procédé présente à 20°C une viscosité comprise entre 1 et 20 mPa.s et de préférence comprise entre 3 et 16 mPa.s.

[0024] La dispersion eau de procédé/fibres est agitée, puis envoyée sur une toile de formation perméable laissant s'écouler l'eau de procédé à travers elle et retenant les fibres à sa surface. L'eau de procédé peut être aspirée pour améliorer son évacuation. L'eau de procédé peut être recyclée pour être de nouveau mélangée avec des fibres. Les fibres forment ainsi un lit en surface de la toile de formation.

[0025] Il n'est pas nécessaire de faire passer le lit formé par un dispositif d'application d'un liant si l'on a déjà mis dans la dispersion un liant ou un précurseur de liant du voile final.

[0026] Cependant, généralement, la dispersion ne comprend pas le liant ou le précurseur du liant final, et ce liant où ce précurseur de liant sont généralement appliqués sur le voile dans un dispositif d'application du liant ou de son précurseur placé entre l'étape de formation du lit et l'étape du traitement thermique.

[0027] Le voile final (sec après traitement thermique) comprend généralement 8 à 27 % en poids de liant et plus généralement 15 à 21 % en poids de liant, le reste de la masse du voile étant généralement constitué par la masse des fibres ce qui inclut les éventuels produits d'ensilage qui les recouvrent. Ainsi, le voile final comprend généralement

- 5 - 2 à 12 % de cellulose,
- 70 à 80 % de verre,
- 8 à 27 % de liant.

[0028] Si l'on choisit d'appliquer au moins une partie du liant total par un dispositif d'application d'un liant, on applique généralement celui-ci sous la forme d'une dispersion aqueuse

- soit par trempage entre deux toiles de formation auquel cas le produit maintenu entre les deux toiles est plongé dans un bain par l'intermédiaire de paires de rouleaux,
- 15 - soit par dépôt sur le lit de fibres, par une cascade, ce qui signifie que la dispersion aqueuse de liant est coulée sur la nappe de fibres selon un filet perpendiculaire à ladite nappe et perpendiculaire au sens de défilement de ladite nappe.

[0029] Le liant peut être du type de ceux habituellement utilisés dans ce genre de réalisation. Notamment il peut s'agir d'acétate de polyvinyle (PVAc) plastifié ou styrène acrylique ou acrylique auto-réticulable ou urée formol ou mélamine formol. L'excès de liant peut être évacué par aspiration à travers la toile de formation.

[0030] L'étape de traitement thermique à pour but d'évaporer l'eau ainsi que réaliser les éventuelles réactions chimiques entre les différents constituants et/ou pour transformer le précurseur de liant en liant et/ou pour donner au liant sa structure finale. Le traitement thermique peut être réalisé par chauffage entre 140 et 250°C et plus généralement entre 180 et 230°C. La durée du traitement thermique va généralement de 2 secondes à 3 minutes et plus généralement de 20 secondes à 1 minute (par exemple 30 secondes à 200°C). Le voile peut être séché et traité thermiquement en étuve à air chaud à circulation au travers du tapis.

[0031] La figure 1 représente schématiquement un procédé industriel de préparation en continu d'un voile selon l'invention. Les fibres de verre sont introduites en (g) dans un pulpeur et les fibres de cellulose sont introduites en (c) dans le même pulpeur en présence d'eau de procédé et sous agitation pour former une dispersion. Le mélange se déverse ensuite éventuellement dans un bac de stockage 2 à travers la canalisation 3, la fonction du bac de stockage étant de d'augmenter la durée de mélange entre les filaments et l'eau de procédé. Ce bac de stockage est facultatif. Le mélange est ensuite amené à travers la canalisation 4 à la canalisation 5, laquelle rassemble le flux de mélange provenant de la canalisation 4 à un flux d'eau de procédé recyclé et provenant de la caisse de tête 6 (« head box » en anglais) à travers la canalisation 7. A ce niveau, la teneur en fibres dans le mélange fibres/eau de procédé est fortement abaissée. De l'eau de procédé est drainée en 14 et éventuellement aspirée en 15 à travers la toile de formation 8 et est recyclée par l'intermédiaire de la canalisation 17. Cette eau recyclée est ensuite partagée en 16, par exemple pour environ 10% pour retourner vers le pulpeur à travers la canalisation 10 et pour environ 90% pour retourner vers la caisse de tête 6 à travers les canalisations 9, 7 puis 5. La circulation dans les canalisations est assurée par les pompes 11, 12 et 13. La pompe 11 est appelée pompe principale (« fan pump » en anglais). Le voile en formation 18 fait ensuite un « saut de tapis » vers le dispositif d'étuvage 19 réalisant le traitement thermique, et le voile final est enroulé en 20.

[0032] L'invention permet la réalisation de voiles dont la résistance à la déchirure peut même être supérieure à 430 voire supérieure à 450 gf tel que mesuré par la norme ISO 1974, et ce tout en montrant une forte résistance à la traction, généralement supérieure à 22 kgf telle que mesurée selon la norme ISO 3342 adaptée en ce que la largeur du gabarit de découpe de l'éprouvette est de 50 mm et que la vitesse de déplacement des pinces est de 50 mm/min \pm 5 mm/min. Ceci vaut notamment pour un voile selon l'invention dont le rapport massique verre/cellulose (hors liant) va de 2,4 / 97,5 à 14,6 / 85,3.

EXEMPLE

[0033] Dans ce qui suit, on décrit un mode de réalisation de laboratoire non continu. On prépare une eau de procédé cationique contenant :

- 0,25 % en poids d'hydroxyéthyl cellulose (de marque Natrosol 250HHR de la société Hercules) en tant qu'épaississant,
- 55 - 0,015% en poids d'Aérosol C61 de Cytec (tensio-actif « complexe d'alkylguanidine-amine-ethanol dans l'isopropanol ») en tant que dispersant cationique,
- de l'eau pour compléter à 100% la composition de l'eau de procédé.

EP 1 581 696 B1

[0034] Elle présente le caractère cationique requis au sens de la présente invention compte tenu de ce qu'on mesure 2,6 ml de contre-ion à une concentration de $10^{-3}N$ pour 10 ml d'eau de procédé.

[0035] On met dans 5 litres de cette eau de procédé:

- 3 grammes de suspension de fibre de cellulose dans l'eau dont les caractéristiques sont : raffinage de 60°SR, siccité de 14,5% (soit 14,5 % de matière sèche),
- 8 grammes de fibre de verre de diamètre filamenteux d'environ 13 μm coupée à une longueur d'environ 18 mm.

[0036] La viscosité de l'eau de procédé est de 15 mPa.s à 20°C avant introduction des fibres de cellulose et de verre.

[0037] Après 7 minutes de forte agitation de cette dispersion, on met cette pré-dispersion dans une formette (« hand sheet mold » en anglais) de laboratoire rectangulaire (30 cm x 30 cm) contenant 25 litres de l'eau de procédé. L'eau est ensuite drainée et le mélange de fibres est récupéré sur une toile de formation.

[0038] Le voile formé sur la toile passe sur une fente d'aspiration où l'eau de procédé en excès est aspirée. La formette est ensuite imprégnée par un liant (de type urée-formaldéhyde auto-réticulable) en dispersion aqueuse par trempage entre deux toiles de formation. L'excès de liant est évacué par passage sur une fente d'aspiration.

[0039] La feuille obtenue est ensuite séchée et traitée thermiquement en étuve à air chaud 90 secondes à 200°C).

[0040] L'invention mène à un voile dont le grammage est de 100 g/m². Ce voile présente un niveau de résistance à la déchirure élevée. Le tableau ci-dessous donne des valeurs de résistance à la traction et de résistance à la déchirure en fonction du rapport massique verre/cellulose :

Verre/cellulose	100/0	99/1	95/5	90/10	85/15	80/20
Déchirure (gf)	395	410	468	469	396	420
Traction (kgf)	24	24	24	23	22	20

[0041] On constate que la résistance à la déchirure est supérieure de 19% pour les voiles contenant 5 et 10 % de cellulose par rapport aux autres voiles, tout en ayant des résistances à la traction très élevées.

EXEMPLE COMPARATIF

[0042] Dans ce qui suit, on décrit un mode de réalisation de laboratoire non continu. On prépare une eau de procédé anionique contenant :

- 0,0044% en poids de polyacrylamide anionique (de marque Nalco D 9641 de la société Nalco) en tant qu'épaississant,
- 0,0044% en poids d'alkylamine grasse éthoxylée (de marque Schercopol DSB 140 de la société Scher Chemicals) en tant que dispersant cationique,
- de l'eau pour compléter à 100% la composition de l'eau de procédé.

[0043] Elle présente le caractère anionique compte tenu de ce qu'on mesure 1,6 ml de contre-ion (solution titrante cationique : Poly-DADMAC = Poly diallyl dimethyl ammonium chloride) à une concentration de $10^{-3}N$ pour 10 ml d'eau de procédé.

[0044] On met dans 5 litres de cette eau de procédé:

- 3 grammes de suspension dans l'eau de fibre de cellulose dont les caractéristiques sont : raffinage de 60°SR, siccité de 14,5% (soit 14,5 % de matière sèche),
- 8 grammes de fibre de verre de diamètre filamenteux d'environ 13 μm coupée à une longueur d'environ 18 mm.

[0045] La viscosité de l'eau de procédé est de 2,6 mPa.s à 20°C avant introduction des fibres de cellulose et de verre.

[0046] Après 7 minutes de forte agitation de cette dispersion, on met cette pré-dispersion dans une formette de laboratoire rectangulaire (30 cm x 30 cm) contenant 25 litres de l'eau de procédé. L'eau est ensuite drainée et le mélange de fibres est récupéré sur une toile de formation.

[0047] La répartition des fibres sur la toile est très mauvaise. Il y a floculation de l'ensemble des fibres (verre et cellulose) due au caractère anionique de l'eau de procédé. Le réseau fibreux ne comporte que des fibres réagglomérées. Il est possible de passer sur une fente d'aspiration où l'eau de procédé en excès est aspirée, d'imprégner les fibres par un liant (de type urée-formaldéhyde auto-réticulable) en dispersion aqueuse par trempage entre deux toiles de formation, d'évacuer l'excès de liant par passage sur une fente d'aspiration et de sécher et traiter thermiquement la structure fibreuse en étuve à air chaud 90 secondes à 200°C.

[0048] Cependant, la structure fibreuse obtenue n'a aucune tenue et il est impossible de réaliser des tests de résistance mécanique.

5 Revendications

1. Procédé de préparation d'un voile comprenant des fibres de verre et des fibres de cellulose, comprenant :

- une étape de mise en dispersion dans une eau de procédé de fibres coupées de verre et de fibres de cellulose, puis,
- une étape de formation d'un lit dans un dispositif de formation par passage de la dispersion sur une toile de formation à travers laquelle l'eau de procédé est drainée, les fibres étant retenues sur ladite toile, ladite dispersion comprenant au moment dudit passage une eau de procédé cationique, puis,
- une étape de traitement thermique dans un dispositif d'étuvage.

2. Procédé selon la revendication précédente **caractérisé en ce que** au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation, l'eau de procédé est cationique de $1 \cdot 10^{-4}$ N à $1 \cdot 10^{-3}$ N.

3. Procédé selon la revendication précédente **caractérisé en ce que** au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation, l'eau de procédé est cationique de $1,5 \cdot 10^{-4}$ N à $4 \cdot 10^{-4}$ N.

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le procédé est continu, l'eau de procédé étant recyclée et présentant un caractère cationique tout au long de sa boucle de circulation.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** l'eau de procédé comprend un dispersant cationique.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation la somme de la masse des fibres représente 0,01 à 0,5% en poids de ladite dispersion.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation la somme de la masse des fibres représente 0,02 à 0,05% en poids de ladite dispersion.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation l'eau de procédé présente à 20°C une viscosité comprise entre 1 et 20 mPa.s.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation l'eau de procédé présente à 20°C une viscosité comprise entre 3 et 16 mPa.s.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce qu'il** comprend une étape comprenant un « dispositif de dépose de liant » entre la formation du lit et le traitement thermique.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le traitement thermique est réalisé entre 140 et 250°C.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le voile final comprend

- 2 à 12 % de cellulose,
- 70 à 80 % de verre,
- 8 à 27 % de liant.

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le voile final présente une masse surfacique allant de 20 à 150 g/m².

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** le voile final présente une masse surfacique allant de 30 à 130 g/m².

15. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** la fibre de cellulose est introduite dans

l'eau de procédé sous la forme d'un mélange eau / pulpe.

16. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** la cellulose n'est pas traitée par un polymère cationique avant d'être introduite dans l'eau de procédé.

17. Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** ni la fibre de cellulose ni la fibre de verre ne sont traitées par une espèce cationique avant d'être introduits dans l'eau de procédé.

18. Voile comprenant

- 2 à 12 % de cellulose,
- 70 à 80 % de verre,
- 8 à 27 % de liant.

dont la résistance à la déchirure est supérieure à 430 gf telle que mesuré par la norme ISO 1974.

19. Voile selon la revendication précédente **caractérisé en ce que** la résistance à la déchirure est supérieure à 450 gf telle que mesuré par la norme ISO 1974.

20. Voile selon l'une des revendications de voile précédentes **caractérisé en ce que** la résistance à la traction est supérieure à 22 kgf telle que mesurée selon la norme ISO 3342 adaptée **en ce que** la largeur du gabarit de découpe de l'éprouvette est de 50 mm et que la vitesse de déplacement des pinces est de 50 mm/min \pm 5 mm/min.

Claims

1. A process for producing a veil comprising glass fibers and cellulose fibers which comprises:

- a step of dispersing cellulose fibers and chopped glass fibers into a white water, then
- a step of forming a bed in a forming device by passage of the dispersion over a forming fabric through which the white water is drained off, the fibers being retained on said fabric and said dispersion comprising, during said passage, a cationic white water, and then
- a heat treatment step in an oven device.

2. The process as claimed in the preceding claim, **characterized in that**, during passage of the dispersion over the forming fabric, the white water is cationic from 1.10^{-4} N to 1.10^{-3} N.

3. The process as claimed in the preceding claim, **characterized in that**, during passage of the dispersion over the forming fabric, the white water is cationic from $1.5.10^{-4}$ N to 4.10^{-4} N.

4. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the process is continuous, the white water being recycled and exhibiting cationicity throughout its circulation loop.

5. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the white water includes a cationic dispersant.

6. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that**, during passage of the dispersion over the forming fabric, the sum of the mass of the fibers represents 0.01 to 0.5% by weight of said dispersion.

7. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that**, during passage of the dispersion over the forming fabric, the sum of the mass of the fibers represents 0.02 to 0.05% by weight of said dispersion.

8. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that**, during passage of the dispersion over the forming fabric, the white water has a viscosity at 20°C of between 1 and 20 mPa.s.

9. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that**, during passage of the dispersion over the forming fabric, the white water has a viscosity at 20°C of between 3 and 16 mPa.s.

10. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** it includes a step comprising a "binder deposition device" between the formation of the bed and the heat treatment.

11. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the heat treatment is carried out between 140 and 250°C.

12. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the final veil comprises:

- 2 to 12 % cellulose,
- 70 to 80 % glass, and
- 8 to 27 % binder.

13. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the final veil has a weight per unit area ranging from 20 to 150 g/m².

14. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the final veil has a weight per unit area ranging from 30 to 130 g/m².

15. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the cellulose fiber is introduced into the white water in the form of a water/pulp mixture.

16. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** the cellulose is not treated with a cationic polymer before being introduced into the white water.

17. The process as claimed in one of the preceding claims, **characterized in that** neither the cellulose fiber nor the glass fiber is treated by a cationic species before the fibers are introduced into the white water.

18. A veil comprising

- 2 to 12 % cellulose,
- 70 to 80 % glass, and
- 8 to 27 % binder,

the tear strength of which is greater than 430 gf as measured by the ISO 1974 standard.

19. The veil as claimed in the preceding claim, **characterized in that** the tear strength is greater than 450 gf as measured by the ISO 1974 standard.

20. The veil as claimed in one of the preceding veil claims, **characterized in that** the tensile strength is greater than 22 kgf as measured according to the ISO 3342 standard adapted so that the width of the jig for cutting the test piece is 50 mm and the speed of movement of the grippers is 50 mm/min \pm 5 mm/min.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Vliesstoffes, der Glasfasern und Cellulosefasern umfasst, das:

- eine Stufe des Dispergierens von Kurzglasfasern und Cellulosefasern in einem Kreislaufwasser,
- eine Stufe zur Bildung eines Betts in einer Bildungseinrichtung mittels Durchlauf der Dispersion auf einem Bildungssieb, durch welches das Kreislaufwasser abläuft, wobei die Fasern auf diesem Sieb zurückgehalten werden und die Dispersion zum Zeitpunkt des Durchlaufs ein kationisches Kreislaufwasser enthält, und anschließend
- eine Wärmebehandlungsstufe in einer Trocknungseinrichtung

umfasst.

2. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum Zeitpunkt des Durchlaufs der Dispersion über das Bildungssieb das Kreislaufwasser mit $1 \cdot 10^{-4}$ bis $1 \cdot 10^{-3}$ N kationisch ist.

3. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum Zeitpunkt des Durchlaufs der Dispersion über das Bildungssieb das Kreislaufwasser mit $1,5 \cdot 10^{-4}$ bis $4 \cdot 10^{-4}$ N kationisch ist.
- 5 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verfahren ein kontinuierliches ist und das Kreislaufwasser zurückgeleitet wird und im gesamten Kreislauf einen kationischen Charakter besitzt.
- 10 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Kreislaufwasser ein kationisches Dispergiermittel enthält.
- 15 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum Zeitpunkt des Durchlaufs der Dispersion über das Bildungssieb die Summe der Fasermassen 0,01 bis 0,5 Gew.-% der Dispersion ausmacht.
- 20 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum Zeitpunkt des Durchlaufs der Dispersion über das Bildungssieb die Summe der Fasermassen 0,02 bis 0,05 Gew.-% der Dispersion ausmacht.
- 25 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum Zeitpunkt des Durchlaufs der Dispersion über das Bildungssieb die Viskosität des Kreislaufwassers bei 20 °C 1 bis 20 mPa·s beträgt.
- 30 9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zum Zeitpunkt des Durchlaufs der Dispersion über das Bildungssieb die Viskosität des Kreislaufwassers bei 20 °C 3 bis 16 mPa·s beträgt.
- 35 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** es eine Stufe umfasst, die zwischen der Bildung des Betts und der Wärmebehandlung eine "Einrichtung zum Aufbringen eines Bindemittels" umfasst.
- 40 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Wärmebehandlung zwischen 140 und 250 °C durchgeführt wird.
- 45 12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der fertige Vliesstoff:
 - 2 bis 12 % Cellulose,
 - 70 bis 80 % Glas und
 - 8 bis 27 % Bindemittelumfasst.
- 50 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Flächengewicht des fertigen Vliesstoffes 20 bis 150 g/m² beträgt.
- 55 14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Flächengewicht des fertigen Vliesstoffes 30 bis 130 g/m² beträgt.
15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Cellulosefaser in Form eines Wasser/Pulpe-Gemischs dem Kreislaufwasser zugegeben wird.
16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Cellulose, bevor sie dem Kreislaufwasser zugegeben wird, nicht mit einem kationischen Polymer behandelt wird.
17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** weder die Cellulosefaser noch die Glasfaser, bevor sie dem Kreislaufwasser zugegeben werden, mit einer kationischen Spezies behandelt wird.
18. Vliesstoff, der:
 - 2 bis 12 % Cellulose

EP 1 581 696 B1

- 70 bis 80 % Glas und
- 8 bis 27 % Bindemittel

umfasst, und dessen Weiterreißwiderstand mehr als 430 p, gemessen gemäß der Norm ISO 1974, beträgt.

- 5
19. Vliesstoff nach dem vorhergehenden Anspruch, **dadurch gekennzeichnet, dass** der gemäß der Norm ISO 1974 gemessene Weiterreißwiderstand mehr als 450 p beträgt.
- 10
20. Vliesstoff nach einem der vorhergehenden ihn betreffenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Zugfestigkeit mehr als 22 kp beträgt, gemessen gemäß der Norm ISO 3342, die insoweit angepasst worden ist, als die Breite der Zuschneideschablone für den Probekörper 50 mm und die Bewegungsgeschwindigkeit der Spannbacken 50 mm/min \pm 5 mm/min beträgt.
- 15
- 20
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

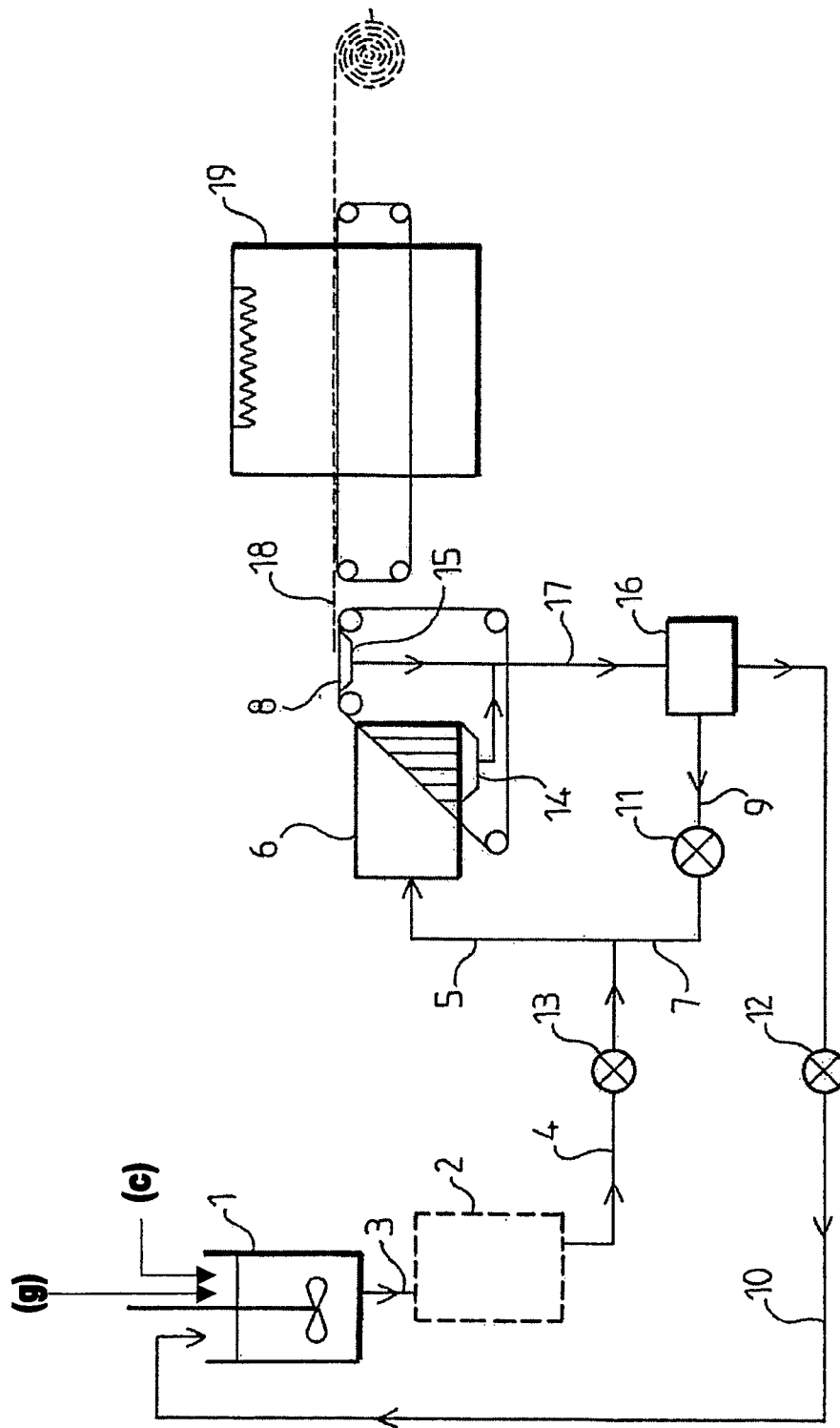


FIG. 1