

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：94144429

※ 申請日期：94.12.15

※IPC 分類：D11H 21/54, 21/22, 23/04

一、發明名稱：(中文/英文)

化學組成物及方法 / CHEMICAL COMPOSITION AND PROCESS

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

阿克左諾貝爾公司 / AKZO NOBEL N.V.

代表人：(中文/英文)(簽章)

約翰 奈安得 / NYANDER, JOHAN

住居所或營業所地址：(中文/英文)

荷蘭 NL-6800 SB 阿恩罕 郵政信箱 9300 號

P.O. Box 9300, NL-6800 SB Arnhem, The Netherlands

國 籍：(中文/英文)

荷蘭 / The Netherlands

三、發明人：(共 3 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 赫雷娜 貝爾格努德 / BERGENUDD, HELENA

2. 艾娃 史登貝爾格 / STENBERG, EVA

3. 洋 諾丁 / NORDIN, JAN

國 籍：(中文/英文)

1.~3. 瑞典 / Sweden

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，
其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：
歐洲專利；2004.12.22；04106824.8

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種包含熱可膨脹微球之水性漿液、一種其製備方法、其在製造紙或非織物方面之用途及一種製造紙或非織物之方法。

【先前技術】

包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉於其中之推進劑之可膨脹熱塑性微球係以商標名 EXPANCEL®在市場上販售並可用於許多不同應用中作為起泡劑。

在此類微球中，該推進劑一般係一沸騰溫度不高於該熱塑性聚合物外殼之軟化溫度的液體。加熱時，該外殼軟化，同時該推進劑蒸發而增加內部壓力，使該等微球顯著膨脹。開始膨脹之溫度係稱為 T_{start} ，而膨脹達最大時之溫度係稱為 T_{max} 。可膨脹微球係以多種形式，如自由流動之乾粒子、水性漿液或部分脫水之濕濾餅形式在市場上販售。

可膨脹微球可藉乙烯系不飽和單體在推進劑的存在下聚合而製得。多種可膨脹微球及其製法之細節描述可在(例如)美國專利第 3615972 號、第 3945956 號、第 5536756 號、第 6235800 號、第 6235394 號及第 6509384 號和 EP 486080 中找到。

如美國專利第 3 556934 號及第 4 133688 號、JP 專利 2 689787、國際專利申請案 PCT/2004/000835 及 Ö. Söderberg, "World Pulp & Paper Technology 1995/96, The

international Review for the Pulp & Paper Industry”143-145
頁中所述般，可膨脹微球之一項重要應用係造紙。

在一些像造紙或製造非織物之應用中，最好加入水性漿液形式之微球。但已發現提供一微球之沉積程度為可接受的安定漿液係有困難的，特別係在儲存或運送一段時間後。

【發明內容】

因此，本發明目的係提供一種高安定性且包含可膨脹微球之水性漿液。

本發明另一目的係提供一種製造低總體密度之紙或非織物的方法。

本發明一項特點係關於一種包含一增稠劑及熱可膨脹微球之水性漿液，其中該等熱可膨脹微球包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉在其中的推進劑，該漿液具有一至少約 2.5 之 pH，較佳係至少為約 3 之 pH 並包含一 pK_a 在約實際 pH ± 1 pH 單位內，較佳係至少約實際 pH ± 0.5 pH 單位內之緩衝液。在該緩衝液具有超過一個 pK_a 的情況下，其中至少一者應在上述所列範圍中。最佳係 pH 高達約 10，極特佳係高達約 6，例如從約 2.5 至約 10 或從約 3 至約 6。

已發現多種增稠劑的效率係隨 pH 而變且若該漿液之 pH 超過所需範圍，特別係 pH 太低時，多種特定聚合增稠劑的品質將變差。亦發現在一包含可膨脹熱塑性微球之水性漿液中，pH 不總是穩定的並可因該等微球釋出物質，如剩餘單體或其降解產物而改變。現已發現可藉包含一 pK_a

接近該漿液之 pH 之緩衝液的方式克服此問題，而其可藉包含一獨立緩衝液、選擇一亦可作為具有如上所列適合 pK_a 之緩衝液的聚合增稠劑或其與一或多者之組合物的方式達到。必要時，該漿液之 pH 可藉任何適合酸或鹼性物質如氯化氫、乙酸、鹼金屬氫氧化物、氨或類似物的添加調整至所需值。

該緩衝液的存在量最好足以將處於一 pH 之漿液安定在至少約 ± 1 pH 單位內，更佳係至少約 ± 0.5 pH 單位內，最佳係至少約 ± 0.2 pH 單位內。緩衝液之實際用量係隨所用物質而變並可(例如)從約 0.5 至約 5 重量%，最佳係從約 1% 至約 3 重量%。可使用任何具有適合 pK_a 之無機或有機緩衝液。所有緩衝液可呈酸、鹼或其鹽，如鹼金屬或任何其他金屬鹽之形式。

可用緩衝液之實例包括無機物質像碳酸氫鹽、磷酸二氫鹽、碳酸氫鹽及磷酸氫鹽之無機衍生物和其混合物，其中又以碳酸氫鹽及磷酸二氫鹽為特佳。

緩衝液之其他實例包括有機物質像乙酸鹽及衍生物、其他羧酸鹽、含有釋電子基團之胺類、具有如羧酸鹽、磷酸鹽及磷酸鹽之官能基且最好亦可作為增稠劑之聚合物及其混合物。乙酸鹽衍生物之實例包括苯基乙酸鹽、2-硝基苯乙酸鹽、乙醯乙酸鹽、胺三乙酸鹽及其混合物。其他羧酸鹽實例包括甲酸鹽、丙酸鹽及其衍生物、丁酸之共軛離子及其衍生物、戊酸之共軛離子及其衍生物、己二酸之共軛離子、草酸鹽、檸檬酸鹽、酒石酸鹽、蘋果酸鹽、琥珀

酸鹽、甘胺醯甘胺酸、苯甲酸鹽、苯二甲酸鹽、雙[三(羥甲基)氨基甲烷]、2-萘羧酸鹽及其混合物。在大部分情況下，又以金屬鹽類如鹼金屬鹽為佳。特佳有機緩衝液係包括乙酸鹽、草酸鹽、檸檬酸鹽、琥珀酸鹽或苯基乙酸鹽。

任何增加黏度之物質皆可用作增稠劑，例如無機粒子或屬結合本質(與該等微球作用並形成一網狀物)或非結合本質(藉由增加該水相之黏度而安定漿液)之至少可部分水溶之聚合物或這些物質之組合物。該等聚合物視情況可為兩親性的、可為直鏈、分支或交聯的並可荷正電、荷負電或呈中性。該平均分子量可視聚合物的種類而在寬限值範圍內變化。在大部分情況下，較佳平均分子量係至少約 500，更佳係至少約 2000 且最佳係至少約 5000。上限係無嚴格限制的，但在大部分情況下，該平均分子量較佳係高達約 50 000 000，更佳係高達約 10 000 000，最佳係高達約 1 000 000。

可用作增稠劑之無機粒子的實例係包括膠狀矽石、白堊、膨潤土、矽酸鎂鋁、高嶺土、其他膠狀黏土及/或一或多種金屬像 Al、Ca、Mg、Ba、Fe、Zn、Ni 及 Mn 之鹽、氧化物或氫氧化物，例如磷酸鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂、硫酸鋇、草酸鈣及鋁、鐵、鋅、鎳或錳之氫氧化物中之一或多者。可單獨使用無機氧化物粒子或使用其與任一種聚合增稠劑之組合物。

可用作增稠劑之聚合物實例係包括衍生自任何技術中已知多醣類之多醣，包括(例如)澱粉、樹膠、纖維素、幾

丁質、聚葡萄糖、多糖、半乳聚糖、果膠、聚甘露糖、糊精及其混合物，其中又以澱粉、樹膠及纖維素和其混合物為特佳。澱粉可為陰離子性或陽離子性且適合的澱粉實例包括馬鈴薯、玉米、小麥、樹薯、稻米、糯玉米等和其混合物，其中以獲自馬鈴薯、玉米之澱粉及其混合物為特佳。適合的樹膠實例包括古亞膠、羅望子膠、刺槐豆膠、野豌豆膠、刺梧桐樹膠、黃蜀葵、阿拉伯樹膠、三仙膠等及其混合物，其中又以古亞膠為特佳。適合的纖維素實例包括衍生物如視情況經化學改質之 CMC(羧基甲基纖維素)及纖維素醚類像 EHEC(乙基羥乙基纖維素)及 HEC(羥乙基纖維素)和其混合物。其他可使用之聚合物包括聚丙烯酸、其酯及鹽胺和共聚物、聚甲基丙烯酸、其酯及鹽胺和共聚物、橡膠乳膠如苯乙烯/丁二烯共聚物、丙烯腈/丁二烯共聚物、聚(氯乙烯)及共聚物、聚(乙烯基酯)如聚(乙烯基乙酸酯)及共聚物(如與乙烯之共聚物)、聚(乙烯醇)、聚胺、聚乙亞胺、聚乙烯/聚丙烯氧化物、聚胺基甲酸酯及胺基塑料及酚醛塑料預縮合物如脲/甲醛、脲/三聚氰胺/甲醛或酚/甲醛及聚鹽胺-胺表氯醇樹脂。

亦作為具有適合 pK_a 之緩衝液之聚合增稠劑的實例係包括較佳係經一或多種官能基如羧酸鹽、磷酸鹽、麟酸鹽及胺取代之聚合物。該聚合物較佳係每個重複單位包含大量官能基，例如約 0.1 至約 2 個，最佳係從約 0.3 至約 1.5 個。可用聚合物之實例係包括經化學改質之纖維素像 CMC、合成聚合物像聚丙烯酸、聚胺及其共聚物。

一或多種增稠劑之添加量較佳可安定該漿液以防該等微球實質沉積至一無法再分散之程度。在許多情況下，此可藉加入足量聚合物以獲得一該漿液在 25°C 下從約 150 至 1000 mPas，最佳係在 25°C 下從約 200 至約 600 mPas 之較佳黏度(如相關實例所述般，其係以一裝有心軸 L3 之 Anton Paar DV-1P 黏度計所獲得之測量值)的方式達到。安定該漿液之所需量係視該增稠劑及其他情況如 pH 及鹽濃度而定。在許多情況下，該漿液中增稠劑之較佳含量係從約 0.1 至約 15 重量%，最佳係從約 0.5 至約 10 重量%。該漿液較佳可儲存至少約 5 週，最佳係至少約 10 週並可將黏度保持在上列範圍內。

該漿液中可包含任何熱可膨脹微球，其量較佳係從約 5 至約 55 重量%，最佳係從約 20 至約 55 重量%，極特佳係從約 40 至約 55 重量%，其中該等熱可膨脹微球係包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉於其中之推進劑。可用可膨脹微球之實例係描述於下。

該等可膨脹微球之熱塑性聚合物外殼較佳係由乙烯系不飽和單體聚合所獲得之均聚物或共聚物所製成。這些單體可為(例如)含腈之單體如丙烯腈、甲基丙烯腈、 α -氯丙烯腈、 α -乙氧基丙烯腈、反丁醯二氯或巴豆腈；丙烯酸酯類如丙烯酸甲酯或丙烯酸乙酯；甲基丙烯酸酯類如甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸異冰片酯或甲基丙烯酸乙酯；乙烯基鹵化物如氯乙烯；乙烯基酯如乙烯基乙酸酯；其他乙烯基單體如乙烯基吡啶；亞乙烯基鹵化物如聚氯化亞乙烯；苯乙烯類如苯

乙烯、鹵化苯乙烯或 α -甲基苯乙烯；或二烯類如丁二烯、異戊二烯及氯丁二烯。亦可使用任何上述單體之混合物。

該等單體較佳係包含至少一丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯單體，最佳係甲基丙烯酸酯單體如甲基丙烯酸甲酯。在該聚合物外殼中，其量較佳係佔單體總量之約 0.1 至約 80 重量%，最佳係從約 1 至約 25 重量%。

該等單體較佳係包含至少一亞乙烯基鹵化物單體，最佳係氯化亞乙烯。在該聚合物外殼中，其量較佳係佔單體總量之約 1 至約 90 重量%，最佳係從約 20 至約 80 重量%。

該等單體較佳係包含至少一含腈之單體，最佳係丙烯腈與甲基丙烯腈中至少一者，極特佳係至少丙烯腈。在該聚合物外殼中，其量較佳係佔單體總量之約 1 至約 80 重量%，最佳係從約 20 至約 70 重量%。

在一具體表現中，該等單體包含至少一丙烯酸酯單體、至少一亞乙烯基鹵化物及至少一含腈之單體。然後該聚合物外殼可(例如)為獲自下列單體之共聚物：較佳量佔單體總量之約 0.1 至約 80 重量%，最佳係從約 1 至約 25 重量%之甲基丙烯酸甲酯、較佳量佔單體總量之約 1 至約 90 重量%，最佳係從約 20 至約 80 重量%之氯化亞乙烯及較佳量佔單體總量之約 1 至約 80 重量%，最佳係從約 20 至約 70 重量%之丙烯腈。

該聚合物外殼所用之單體有時最好亦包括交聯多官能基單體，如二乙烯基苯、乙二醇二(甲基)丙烯酸酯、二(乙二醇)二(甲基)丙烯酸酯、三乙二醇二(甲基)丙烯酸酯、丙二醇

二(甲基)丙烯酸酯、1,4-丁二醇二(甲基)丙烯酸酯、1,6-己二醇二(甲基)丙烯酸酯、二(甲基)丙烯酸甘油酯、1,3-丁二醇二(甲基)丙烯酸酯、新戊二醇二(甲基)丙烯酸酯、1,10-癸二醇二(甲基)丙烯酸酯、異戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、異戊四醇四(甲基)丙烯酸酯、三烯丙基縮甲醛三(甲基)丙烯酸酯、烯丙基甲基丙烯酸酯、三羥甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯、三丁二醇二(甲基)丙烯酸酯、PEG #200 二(甲基)丙烯酸酯、PEG #400 二(甲基)丙烯酸酯、PEG #600 二(甲基)丙烯酸酯、3-丙烯醯氧基乙二醇單丙烯酸酯、三丙烯基縮甲醛或三烯丙基異氰酸酯、三烯丙基異氰尿酸酯等中至少一者。在該聚合物外殼中，其量較佳係佔單體總量之約 0.1 至約 10 重量%，最佳係從約 0.1 至約 1 重量%，極特佳係從約 0.2 至約 0.5 重量%。

該推進劑一般係一沸騰溫度不高於該熱塑性聚合物外殼之軟化溫度的液體並可包含烴類如丙烷、正戊烷、異戊烷、新戊烷、丁烷、異丁烷、己烷、異己烷、新己烷、庚烷、異庚烷、辛烷或異辛烷或其混合物。除其之外，亦可使用其他烴類，如石油醚或氯化或氟化烴類，如氯甲烷、二氯甲烷、二氯乙烷、二氯乙烯、三氯乙烷、三氯乙烯、三氯氟甲烷、全氟化烴類等。較佳推進劑僅包含異丙烷或包含其與一或多種其他烴類之混合物。該沸點在大氣壓力下較佳係在約 -50 至約 100°C 之範圍內，最佳係在約 -20 至約 50°C 之範圍內，極特佳係在約 -20 至約 30°C 之範圍內。

除了該聚合物外殼及該推進劑之外，該等微球可包含

其製造期間所加之其他物質，其量一般係約 1 至約 20 重量%，較佳係從約 2 至約 10 重量%。此類物質之實例係固態懸浮劑，如矽石、白堊、膨潤土、澱粉、交聯聚合物、甲基纖維素、洋菜膠、羥丙基甲基纖維素、羧基甲基纖維素、膠狀黏土中之一或多者及/或一或多種金屬像 Al、Ca、Mg、Ba、Fe、Zn、Ni 及 Mn 之鹽、氧化物或氫氧化物，例如磷酸鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂、硫酸鋇、草酸鈣及鋁、鐵、鋅、鎳或錳之氫氧化物中之一或多者。若固態懸浮劑存在，這些固態懸浮劑一般主要位於該聚合物外殼之外表面。但是，即使製造該等微球期間已加入懸浮劑，亦可在一後面階段將此懸浮劑洗掉，使其因此可從最終產物中實質消失。

該可膨脹微球較佳係具有一從約 1 至約 500 微米，更佳係從約 5 至約 50 微米，最佳係從約 15 至約 35 微米之體積-平均直徑。在該等可膨脹微球中，推進劑之量較佳係從約 5 至約 40 重量%，更佳係從約 10 至約 40 重量%，最佳係從約 15 至約 40 重量%，極特佳係從約 20 至約 35 重量%。

本文所用之術語可膨脹微球係指事先未膨脹之可膨脹微球，即未膨脹之可膨脹微球。

所有本文所列體積-平均直徑之數字係指根據 ISO13320，”粒徑分析-雷射繞射方法-第 1 部分：一般原理”進行測量所獲得之值。此測量方法之細節描述可由(例如)Swedish Institute For Standards，Stockholm 獲得。

該漿液亦可包含適合用於製造紙或非織物之其他組分。例如，可包含無機鹽類如氯化鈉以增加該漿液之安定性，但若其用於製造紙或非織物，可能被視為不想要的污染物時，最好實質上不包含之。

該漿液中之總固體含量較佳係從約 5 至約 55 重量%，最佳係從約 20 至約 55 重量%，極特佳係從約 40 至約 55 重量%。氯化鈉或另一種鹽可(例如)以從約 0.1 至約 20 重量%，較佳係從約 1 至約 15 重量%之量存在於該漿液中。

本發明另一項特點係關於一種製備一上述漿液之方法，其包括將一聚合增稠劑及一緩衝液或一增稠劑與緩衝液之組合加入一熱可膨脹微球之水性漿液中並將 pH 調整至一超過約 2.5 之值且該值係在約該緩衝液或增稠劑與緩衝液之組合之 $pK_a \pm 1$ pH 單位範圍內，其中該等熱可膨脹微球係包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉於其中之推進劑。

對於多個如有關 pH、黏度、該等組分或組分之組合之具體表現係參考上述有關該漿液之描述。

本發明另一項特點係關於一如上所述漿液在製造紙或非織物方面用於增加其體積之用途。對於多個有關該漿液之具體表現係參考上述有關該漿液之描述。

本發明另一項特點係關於一種由纖維製造紙或非織物之方法，其包括將一包含上述熱可膨脹微球之漿液加入一包含纖維之漿料或一纖維網中、由該漿料或該網形成紙或非織物並施加熱以充分提高該等微球之溫度而使其膨脹並

因此增加該紙或非織物之體積等步驟。

本發明一具體表現係關於一種製造紙之方法，其包括將一包含上述熱可膨脹微球之漿液加入一包含纖維素纖維之漿料中、令該漿料在網上脫水而獲得紙並藉由熱的施加乾燥該紙並因此充分提高該等微球之溫度而使其膨脹並增加該紙之體積等步驟。

隨該漿液加入該漿料中之熱可膨脹微球的量較佳係從約 0.1 至約 20 重量%，最佳係從約 0.2 至約 10 重量%該漿料中乾含量之乾微球。可使用技術中已知之任何類型之造紙機。

如本文所用術語”紙”係欲包含所有類型呈薄片或網狀形式之纖維素基質產物，包括(例如)厚紙板、硬紙板及紙板。已發現本發明係特別適合用於製造厚紙板、硬紙板及紙板，特別係基重為約 50 至約 1000 克/平方米，較佳係從約 150 至約 800 克/平方米者。

可將紙製成單層或多層紙。若該紙包含三或更多層，較佳係不將該等可膨脹微球加入形成兩外層任一者之漿料部分中。

該漿料以乾材料計較佳係包含從約 50 至約 100 重量%，最佳係從約 70 至約 100 重量%之纖維素纖維。脫水之前，除了可膨脹微球外，該漿料亦可包含一或多種填料，如無機填料像高嶺土、瓷土、二氧化鈦、石膏、滑石、白堊、碎大理石或沉澱碳酸鈣及視情況選用其他常用之添加劑，如阻留助劑、上漿劑、鋁化合物、染料、濕強度樹脂、

光學增白劑等。鋁化合物之實例包括明礬、鋁酸鹽類及聚鋁化合物如聚鋁氯化物及硫酸鹽。阻留助劑之實例包括陽離子性聚合物、陰離子性無機材料與有機聚合物之組合，如膨潤土與陽離子性聚合物之組合或矽石基質溶膠與陽離子性聚合物或陽離子性及陰離子性聚合物之組合。上漿劑之實例包括纖維素反應性膠水如烷基烯酮二聚物及烯基琥珀酸酐和纖維素非反應性膠水如松香、澱粉及其他聚合膠水像苯乙烯與乙烯基單體如順丁烯二酸酐、丙烯酸及其烷基酯、丙烯醯胺等之共聚物。

乾燥時，較佳係將該紙以及該等微球加熱至一從約 50 至約 150°C 之溫度，最佳係從約 60 至約 110°C 之溫度。此造成該等微球膨脹並因此使紙的體積增加。此體積之增加幅度係視多種因素而定，如該漿料中纖維素纖維及其他組分之來源，但在大部分情況下，相較於無添加可膨脹微球或任何其它膨脹劑所製得相同種類之紙，其在乾紙中每重量百分比之保留微球係從約 5 至約 50%。可應用包括將熱轉移至紙之任何慣用乾燥方式，如接觸乾燥(如藉由熱滾筒方式)、強制對流乾燥(如藉由熱空氣方式)、紅外線技術或其組合技術。在接觸乾燥的情況下，該等接觸表面，如滾筒的溫度較佳係從約 20 至約 150°C，最佳係從約 30 至約 130°C。該紙可通過一系列如溫度增量高達 20 或更大之數個滾筒。

該漿料中之纖維素纖維可(例如)源自由任一種植物，較佳係木材，如硬木材或軟木材所製成之紙漿。該等纖維

素纖維亦可部分或完全源自回收紙，已發現在該情況下本發明出乎意料之外地獲得良好結果。

本發明另一具體表現係關於一種製造非織物之方法，其包括形成一纖維網，將一黏合劑及一包含上述可膨脹微球之漿液加入該網中並形成非織物並施加熱以充分提高該等微球之溫度而使其膨脹並因此增加該非織物之體積等步驟。該含有可膨脹微球之漿液及該黏合劑可個別加入或以混合物形式加入。可膨脹微球之添加量較佳係佔乾產物之約 0.1 至約 30 重量%，最佳係佔乾產物之約 0.5 至約 15 重量%。黏合劑之添加量較佳係佔乾產物之約 10 至約 90 重量%，最佳係佔乾產物之約 20 至約 80 重量%。

本文所用之術語“非織物”係欲包含由纖維藉由黏合劑方式結合在一起所製得之織物。

該纖維網可以任何慣用方式形成，例如藉由機械或空氣動力乾燥法、流體動力(濕式)法或紡絲黏合製程形成。然後亦可以任何慣用方式，例如藉由任何類型之浸漬法如將該網浸漬在一黏合劑浴中或藉由接觸輥應用或以刮刀或浮刀進行刮刀塗布方式塗布該網，將該黏合劑，較佳係與一包含可膨脹微球之漿液預混合之黏合劑加入該網中。

然後將包含一黏合劑及可膨脹微球之網加熱至一足使該等微球膨脹之溫度，較佳係從約 70 至約 200°C，最佳係從約 120 至約 160°C。較佳係同時進行該黏合劑之固化。加熱可藉任何適合方式進行，如接觸乾燥(如藉由熱滾筒方式)、強制對流乾燥(如藉由熱空氣方式)、紅外線技術或其

組合技術進行。

該等纖維可為任何類型之市售纖維、天然纖維、無機纖維以及合成無機及有機纖維。可用纖維之實例包括聚丙烯、聚乙烯、聚酯、螺紫及聚醯胺纖維以及由兩或多種上述聚合物所製得之纖維。

該黏合劑可為任何類型之天然或合成黏著樹脂，如聚丙烯酸酯樹脂及其共聚物、聚甲基丙烯酸酯及其共聚物、橡膠乳膠如苯乙烯/丁二烯共聚物、丙烯腈/丁二烯共聚物、聚(氯乙烯)及共聚物、聚(乙烯基酯)如聚(乙烯乙酸酯)及共聚物，如與乙烯之共聚物、聚(乙烯醇)、聚胺基甲酸酯及胺基塑料和酚醛塑料預縮合物如脲/甲醛、脲/三聚氰胺/甲醛或酚/甲醛等樹脂。

對於多個有關該漿液之具體表現係參考上述有關該漿液之描述。

本發明將以下列相關實例作進一步描述，但不欲以該等實例限制其範圍。除非另外陳述，否則所有份數及百分比係指重量份數及重量百分比。

【實施方式】

在所有實例中，該等所用可膨脹微球具有一氯化亞乙烯及丙烯腈之聚合物外殼及約 14 重量%異丁烷作為推進劑。該體積平均直徑係約 13 微米。

該等黏度測量值以一裝有心軸 L3 之 Anton Paar DV-1P 黏度計(測量範圍=180-1200 mPas)完成。徹底搖晃該漿液以獲得一均勻樣品，然後將 200 毫升漿液倒入一 250 毫升

玻璃燒杯中。於水浴中將該樣品調溫至 25°C，以螺旋槳(4 個水平傾斜 45°之葉片)攪拌 3 分鐘，然後令其在經調溫之水浴中靜置 10 分鐘。然後精確地在 10 分鐘後，以 100rpm 測量黏度。

pH 測量係以裝有組合式 pH 電極、填充飽和 KCl 溶液並在與 pH4.00 及 7.00 之緩衝溶液(獲自 JT Baker)聯用之前已經過校正之 MeterLab PHM 210 標準 pH 計完成。

實例 1(參考)：在一包含 40.4 重量%微球及 0.5 重量%乙酸之漿液中，加入 1.0 重量%澱粉(獲自 Avebe Starches North Europe 之 Solvitose™ C5)以作為增稠劑並使其在以螺旋槳攪拌期間溶解。加入 50 重量%NaOH 溶液並以該 50 重量%NaOH 溶液將 pH 從 2.83 調整至 3.50(超出乙酸之緩衝範圍)。在 22°C 下儲存一天後，量得黏度為 660mPas。然後將該漿液儲存在 35°C 下並在 9 週後，pH 為 2.98 且黏度為 110mPas。此低黏度包含一該等微球沉澱至一無法完全再分散之沉積程度之高風險。

實例 2：在一包含 39.6 重量%微球及 0.5 重量%乙酸之漿液中，加入 1.0 重量%澱粉(與實例 1 相同之 Solvitose™ C5)以作為增稠劑並使其在螺旋槳攪拌期間溶解。然後加入 0.67 重量%草酸鈉並將 pH 調整至 3.52(接近草酸之第二個 pK_a)。在 22°C 下儲存四天後，pH 為 3.54 且黏度為 560mPas。另外在 22°C 下儲存三天(共 7 天)後，pH 為 3.50 且黏度為 520mPas。然後將該漿液儲存在 35°C 下，5 週後，pH 為 3.37 且黏度為 520mPas。此黏度係可接受的，因為即使該等微

球沉澱至某一程度，也可容易地再分散之。

實例 3：在一含有 39.6 重量%微球及 0.5 重量%乙酸之漿液中，加入聚丙烯醯胺/聚丙烯酸共聚物(Eka DS 84™，獲自 Eka Chemicals AB 之 22 重量%水性溶液)作為增稠劑而使聚合物含量為 4.4 重量%。使該增稠劑在攪拌期間溶解。將 pH 調整至 4.70，其係接近乙酸與該增稠劑兩者之 pK_a 。在 22℃下儲存四天後，pH 為 4.68 且黏度為 420mPas。另外在 22℃下儲存三天(共 7 天)後，pH 為 4.68 且黏度為 430mPas。然後將該漿液儲存在 35℃下，3 週後，pH 為 4.58 且黏度為 380mPas。此黏度係可接受的，因為即使該等微球沉澱至某一程度，也可容易地再分散之。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

五、中文發明摘要：

本發明係關於一種包含一增稠劑及熱可膨脹微球之水性漿液，其中該等熱可膨脹微球包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉於其中之推進劑，該漿液具有一至少約 2.5 之 pH 並包含一 pKa 在約實際 pH $\pm$ 1 pH 單位內之緩衝液。本發明另外關於一種其製備方法、其在製造紙或非織物方面之用途及一種製造紙或非織物之方法。

六、英文發明摘要：

The invention concerns an aqueous slurry comprising a thickener and thermally expandable microspheres comprising a thermoplastic polymer shell and a propellant entrapped therein, said slurry having a pH of at least about 2.5 and comprising a buffer having a pKa within about $\pm$ 1 pH-unit of the actual pH. The invention further concerns a process for its preparations, use thereof of the production of paper or non-woven, and a process for the production of paper or non-woven.

十、申請專利範圍：

1.一種包含一增稠劑及熱可膨脹微球之水性漿液，其中該等熱可膨脹微球包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉於其中之推進劑，該漿液具有一至少約 2.5 之 pH 並包含一 pKa 在約實際 pH $\pm$ 1 pH 單位內之緩衝液。

2.如申請專利範圍第 1 項之水性漿液，其中該漿液具有一至少約 3 之 pH。

3.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其中該緩衝液係選自碳酸氫根及磷酸二氫根之酸及鹽、碳酸氫鹽及磷酸氫鹽之無機衍生物和其混合物組成之群。

4.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其中該緩衝液係選自羧酸根之酸、鹼及鹽、含有釋電子基團之胺、具有羧酸鹽、磷酸鹽、磷酸鹽或胺之任一官能基之聚合物及其混合物組成之群。

5.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其中該增稠劑係選自平均分子量至少約 500 之至少可部分水溶之聚合物組成之群。

6.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其中該等微球之熱塑性聚合物外殼係由包含亞乙烯基鹵化物單體之乙烯系不飽和單體之共聚物所製成的。

7.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其包含從約 20 至約 55 重量%之可膨脹微球。

8.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其包含從約 0.1 至約 15 重量%之該增稠劑。

9.如申請專利範圍第 1-2 項中任一項之水性漿液，其中該黏度在 25°C 下係從約 150 至約 1000 mPas。

10.一種製備一根據申請專利範圍第 1-9 項中任一項之漿液之方法，其包括將一聚合增稠劑及一緩衝液或一增稠劑與緩衝液之組合加入一熱可膨脹微球之水性漿液中並將 pH 調整至一超過約 2.5 之值且該值係在約該緩衝液或增稠劑與緩衝液之組合之 $pK_a \pm 1$ pH 單位範圍內，其中該等熱可膨脹微球係包含一熱塑性聚合物外殼及一被封閉於其中之推進劑。

11.一種根據申請專利範圍第 1-9 項中任一項之漿液在製造紙及非織物方面用於增加其體積之用途。

12.一種由纖維製造紙或非織物之方法，其包括將一包含根據申請專利範圍第 1-9 項中任一項之熱可膨脹微球之漿液加入一含有纖維之漿料或一纖維網中、由該漿料或該網形成紙或非織物並施加熱以充分提高該等微球之溫度而使其膨脹並因此增加該紙或該非織物之體積等步驟。

13.一種製造紙之方法，其包括將一包含根據申請專利範圍第 1-9 項中任一項之熱可膨脹微球之漿液加入一含有纖維素纖維之漿料中、令該漿料在網上脫水而獲得紙並藉由熱的施加乾燥該紙並因此充分提高該等微球之溫度而使其膨脹並增加該紙之體積等步驟。

十一、圖式：

無。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 無 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無