



**Europäisches Patentamt**  
**European Patent Office**  
**Office européen des brevets**

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 084 810**  
**B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**29.03.89**

(51) Int. Cl. 4: **D 04 H 1/64**

(21) Anmeldenummer: **83100224.1**

(22) Anmeldetag: **13.01.83**

---

(54) **Verfahren zum Verfestigen von Fasergilden mittels wässriger Kunststoffdispersionen.**

---

(30) Priorität: **23.01.82 DE 3202122**

(73) Patentinhaber: **Röhm GmbH, Kirschenallee  
Postfach 4242, D-6100 Darmstadt 1 (DE)**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**03.08.83 Patentblatt 83/31**

(72) Erfinder: **Fink, Herbert Paul, Dr. Dipl.- Chem.,  
Bahnhofstrasse 39, D-6101 Bickenbach (DE)**  
Erfinder: **Kniese, Heiner, Weedring 5, D-6104  
Seeheim- Jugenheim 1 (DE)**  
Erfinder: **Sütterlin, Norbert, Dr. Dipl.- Chem, Am  
Horeth 25, D-6105 Ober- Ramstadt (DE)**  
Erfinder: **Müller, Klaus, Lichtenberger Strasse 6,  
D-6101 Gross- Bieberau (DE)**  
Erfinder: **Tilch, Willi, Wilhelmstrasse 63, D-6107  
Reinheim (DE)**  
Erfinder: **Siel, Werner, Dr. Dipl.- Chem., Gördeler  
Weg 34, D-6100 Darmstadt (DE)**

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**29.03.89 Patentblatt 89/13**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE FR GB IT NL SE**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A-0 012 032**  
**EP-A-0 012 033**  
**DE-A-1 965 740**  
**US-A-4 268 549**  
**US-A-4 293 600**

**EP 0 084 810 B1**

---

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingeleitet, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

---

## Beschreibung

### Gebiet der Erfindung

- 5 Die Erfindung betrifft die Verfestigung von Fasergebildern durch Aufbringen von wäßrigen Acrylharzdispersionen, die frei von Formaldehyd und Acrylnitril und von Formaldehyd abgebenden Substanzen sind. Die Erfindung betrifft weiterhin die mit diesen Dispersionen verfestigten Fasergebilde.
- 10 Zur Verfestigung von Fasergebildern, die sich durch Naßfestigkeit, Wasser- und Waschlaugenbeständigkeit sowie durch eine niedrige Wasseraufnahme auszeichnen, wurden bisher wäßrige Acrylharzdispersionen eingesetzt, deren Kunststoffanteil selbstvernetzende Amid-Methyolgruppen und gegebenenfalls Nitrilgruppen enthielten. Beim Trocknen des behandelten Fasermaterials konnten dabei geringe Mengen an Formaldehyd oder Acrylnitril freigesetzt werden, wogegen neuerdings gesundheitliche Bedenken bestehen. Es wird daher nach Wegen gesucht, Fasergebilde mit Acrylharz-Dispersionen zu verfestigen, die beim Erhitzen weder Acrylnitril noch Formaldehyd abgeben, aber vergleichbare anwendungstechnische Eigenschaften erreichen
- 15 lassen wie die früher verwendeten Dispersionen.

### Stand der Technik

- 20 In den EP-A-12 032 und 12 033 werden verfestigte Fasergebilde beschrieben, zu deren Herstellung Formaldehyd- und Acrylnitril-freie Acrylharz-Dispersionen eingesetzt worden sind. Wenn das Fasergebilde überwiegend aus hydrophilen Fasern, insbesondere cellullosischen Fasern, aufgebaut ist, wird eine Acrylharzdispersion eingesetzt, deren Kunststoffanteil überwiegend aus C<sub>4</sub> - C<sub>8</sub>-Alkylestern der Acryl- oder Methacrylsäure, weiterhin aus Methylmethacrylat oder Styrol und zu 0,5 - 10 % aus einer ungesättigten Dicarbonsäure oder deren Gemisch mit einer ungesättigten Monocarbonsäure aufgebaut ist. Zusätzlich können Amide oder Hydroxylalkylester der Acryl- oder Methacrylsäure in Anteilen bis zu 10 Gew.-% am Aufbau des Kunststoffanteils beteiligt sein, jedoch wird diesen Comonomeren kein Einfluß auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Dispersion zugesprochen. Zum Verfestigen von Fasergebildern, die überwiegend aus hydrophoben Fasern bestehen, werden sehr ähnlich aufgebaute Dispersionen vorgeschlagen, an deren Aufbau als carboxylgruppenhaltige Komponente auch allein ungesättigte Monocarbonsäuren beteiligt sein können. Der Mindestgehalt an ungesättigten Carbonsäuren beträgt 1 Gew.-%, jedoch werden 2 - 4 Gew.-% bevorzugt. Die Waschbeständigkeit der mit diesen Dispersionen ausgerüsteten Fasergebilde ist unbefriedigend. Dies mag auf den Gehalt an Säuregruppen zurückzuführen sein, jedoch sind diese Gruppen unerlässlich, um in Abwesenheit von vernetzenden Comonomeren, wie n-Methyolacrylamid, eine befriedigende Naßhaftung bzw. Naßfestigkeit zu erreichen.

### Aufgabe und Lösung

- Bei der Verfestigung von Fasergebildern durch Aufbringen von wäßrigen, Acrylnitril- und Formaldehydfreien Acrylharzdispersionen sollen Produkte von verminderter Wasseraufnahme, guter Naßhaftung bzw. Naßfestigkeit und niedrigem Binderverlust bei Kochwäscherei und Alkalibehandlung erhalten werden. Die 45 Aufgabe wird durch die verfestigten Fasergebilde und das Verfahren zu ihrer Herstellung gemäß den Patentansprüchen gelöst.

### Gewerbliche Anwendbarkeit

- Im Sinne der Erfindung können Fasergebilde aus hydrophilen oder hydrophoben Fasern oder aus Gemischen derartiger Fasern verfestigt werden. Bevorzugt ist die Verfestigung von überwiegend aus hydrophoben Fasern aufgebauten Fasergebildern. Dazu zählen als wichtigste Fasertypen Polyester-, Polyamid- und Polypropylenfasern. Polyesterfasern sind bevorzugt. Unter den hydrophilen Fasern sind neben Wolle und Seide vor allem native oder regenerierte cellulose Fasern, wie Baumwolle, Zellwolle und Reyon zu nennen. Ein interessantes Anwendungsgebiet der Erfindung besteht in der Verfestigung von Mineralfasergebildern. Unter den zu verfestigenden Fasergebildern nehmen Faservliese die wichtigste Stellung ein. Sie erhalten durch die erfindungsgemäße Verfestigung die für die Anwendung erforderliche Festigkeit. Bei der Verfestigung von Geweben, Gewirken oder Gestricken steht die Verbesserung der Schiebefestigkeit oder Knotenfestigkeit im Vordergrund.

**Die vorteilhaften Wirkungen**

5 werden nachfolgend an verfestigten Polyesterfaser-Vliesen mit einem Flächengewicht von 18 g/m<sup>2</sup> und einer Binderauflage von 14 - 16 % veranschaulicht.

	Zusammensetzung des Acrylharzes (Gew.-%)	Binder-Kochwasch-Verlust [Gew.-%]	Bruchwiderstand F nach DIN 53 857, Teil 2		
			trocken [N]	naß [N]	relativ [%]
10	75 % n-Butylmethacrylat 20 % n-Butylacrylat 5 % 2-Hydroxyäthylacrylat	0	92	82	89,1
15	75 % n-Butylmethacrylat 19 % n-Butylacrylat 1 % Methacrylsäure 5 % 2-Hydroxyäthylacrylat	0	94	74	78,7
20	52 % n-Butylacrylat 42 % Methylmethacrylat 1 % Methacrylsäure 5 % 2-Hydroxyäthylacrylat	0	99	83	83,8
25	Vergleichdispersion (Handelsprodukt Primal E1715, Rohm & Haas Co.)				
30	Butylacrylat Styrol Itakonsäure Methacrylsäure	65	102	74	72,5

35 Es muß als überraschend bezeichnet werden, daß bei einer Verminderung des Anteils der ungesättigten Carbonsäure eine hohe Naßfestigkeit, geringe Wasseraufnahme und vor allem eine wesentliche Verminderung des Binderverlustes bei der Kochwäsche durch den Einbau von Hydroxylkylestern in das Acrylharz erreicht werden konnte. Die Hydroxylkylester der ungesättigten Carbonsäuren sind ausgesprochen hydrophil und ergeben meistens wasserlösliche Homopolymerisate. Das gleiche gilt auch für die Amide der Acryl- oder Methacrylsäure. Während die letzteren die Kochwaschbeständigkeit der verfestigten Fasergebilde erwartungsgemäß deutlich herabsetzen, wenn sie am Aufbau des Acrylharzes beteiligt sind, haben die genannten Hydroxyester überraschenderweise die gegenteilige Wirkung. Dies gilt jedoch nur, wenn das Acrylharz sehr wenig oder gar keine Carboxylgruppen enthält.

40 Die erfundungsgemäß verfestigten Fasergebilde zeichnen sich durch einen besonders geringen Festigkeitsverlust im nassen Zustand gegenüber dem Trocken Zustand aus. Das Niveau der Trockenfestigkeitswerte läßt sich in bekannter Weise durch Steuerung der Filmhärte den Erfordernissen entsprechend einstellen. Das Ziel, dieses Festigkeitsniveau auch im Naßzustand weitgehend zu erhalten, wird durch die Erfindung in befriedigender Weise erreicht.

#### 50 Aufbau der Acrylharzdispersion

55 Die Acrylharze müssen, damit sie auch ohne Vernetzung hinreichend waschbeständig sind, verhältnismäßig hydrophob sein. Aus diesem Grund enthalten sie als Komponente A mindestens 40 Gew.-% an Einheiten von Alkylestern der Acryl- oder/und Methacrylsäure mit mindestens 4 C-Atomen im Alkylrest. Alkylreste mit 4 - 8 C-Atomen sind bevorzugt. Besonders bevorzugt sind die n-Butylester. Der Anteil dieser hydrophoben Esterkomponente beträgt vorzugsweise 500 bis 80 Gew.-% des Acrylharzes.

60 Das Acrylharz kann je nach dem vorgesehenen Anwendungszweck des verfestigten Fasergebildes weich und selbstklebend bis hart und klebfrei sein. Diese Eigenschaften werden in an sich bekannter Weise durch Abstimmung des Mengenverhältnisses zwischen hartmachenden und weichmachenden Monomerbestandteilen festgelegt. Da die hydrophobierenden höheren Alkylester der Komponente A gleichzeitig meistens weichmachend sind, können zur Einstellung einer größeren Härte als Komponente B Alkylester der Acryl- oder/und Methacrylsäure mit höchstens 3 C-Atomen im Alkylrest oder/und Styrol am Aufbau der Acrylharze beteiligt sein. Die Härte des Acrylharzes läßt sich auch dadurch erhöhen, daß man in der Komponente A den Anteil der Methacrylsäureester auf Kosten des Anteils der Acrylsäureester erhöht.

65 Es ist aus Gründen der anwendungstechnischen Eigenschaften der verfestigten Fasergebilde nicht

erforderlich, daß das Acrylharz Carboxylgruppen enthält. Wegen der verbesserten Stabilität der wäßrigen Dispersion kann es jedoch vorteilhaft sein, wenn am Aufbau des Acrylharzes als Komponente C Acryl- oder Methacrylsäure in einer Menge von wenigstens 0,1 Gew.-% beteiligt ist. Wenn der Anteil an Acryl- oder Methacrylsäure über 1 % erhöht wird, nimmt die Kocwaschbeständigkeit der verfestigten Fasergebilde erheblich ab. Der Anteil dieser Säuren soll daher unter 1 %, vorzugsweise nicht mehr als 0,5 Gew.-% betragen.

5 Hydroxyalkylester von  $\alpha$ ,  $\beta$ -ungesättigten polymerisierbaren Mono- oder Dicarbonsäuren bilden eine wesentliche Komponente (D) des Emulsionspolymerisats. Die Hydroxyalkylester leiten sich vorzugsweise von Acryl- oder Methacrylsäure, insbesondere von der ersten, ab. Sie enthalten im Regelfall eine Hydroxylgruppe, die an einen Alkylrest mit 2 - 4 C-Atomen gebunden ist. Bevorzugt sind Hydroxyäthylacrylat und -methacrylat, 2-Hydroxypropylacrylat und -methacrylat und 4-Hydroxybutylacrylat und -methacrylat. Vorzugsweise enthält das Acrylharz 4 oder mehr Gew.-% an Einheiten dieser Hydroxyalkylester. Anteile über 10 Gew.-% bringen im allgemeinen keine Vorteile mehr, so daß diese Grenze vorzugsweise nicht überschritten wird.

10 Am Aufbau des Acrylharzes können gegebenenfalls weitere, von den Komponenten A bis D verschiedene 15 monoäthylenisch ungesättigte Comonomere beteiligt sein. Mehrfach ungesättigte, vernetzend wirkende Monomere sollen nicht beteiligt sein. Derartige Monomere, wie z. B. Äthylenglykoldimethacrylat, sind gelegentlich in den als Komponente D einzusetzenden Hydroxyalkylestern als Verunreinigung enthalten. Der Gehalt an derartigen mehrfach ungesättigten Monomeren soll 0,1 Gew.-% des Acrylharzes nicht überschreiten.

15 Da beim Trocknen der mit der Acrylharzdispersion ausgerüsteten Fasergebilde kein Formaldehyd freigesetzt 20 werden soll, dürfen am Aufbau des Acrylharzes keine Monomeren beteiligt sein, die Formaldehyd in verkappter, abspaltbarer Form enthalten. Dazu gehören vor allem N-Methylolamide von ungesättigten polymerisierbaren Carbonsäuren und Derivate davon, die durch Hydrolyse in die genannten N-Methylolamide übergehen können. Dies sind z. B. die entsprechenden N-Methylol-Alkyläther oder Mannich-Basen. Ebenso 25 sollen die Dispersionen keine Formaldehyd-Kondensationsharze enthalten. Vorzugsweise sind auch Acryl- und Methacrylnitril am Aufbau der Acrylharze nicht beteiligt, weil Reste dieser Monomeren in der wäßrigen Phase zurückbleiben und beim Trocknen des ausgerüsteten Fasergebildes freigesetzt werden könnten. Als Beispiele 30 von Comonomeren, die am Aufbau der Acrylharze als Komponente E beteiligt sein können, seien Vinylester, insbesondere Vinylacetat, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid, N-Vinylpyrrolidon, sowie Butadien, Äthylen oder Propylen genannt. Ihr Anteil liegt in der Regel unter 20 Gew.-%. Falls Amide der Acryl- oder Methacrylsäure am Aufbau des Polymerisats beteiligt sind, soll ihr Anteil am Polymerisat unter 4 Gew.-% liegen.

35 Die Acrylharzdispersionen können nach allen gebräuchlichen Verfahren der Emulsionspolymerisation hergestellt werden. Sie können anionische, kationische oder nicht ionische Emulgiermittel oder verträgliche Gemische davon enthalten. Sie werden zweckmäßig mit Feststoffgehalten von 50 bis 70 Gew.-% hergestellt.

35

### **Verfestigung von Fasergebilden**

40 Die Konfektionierung der Dispersion zum Verfestigen von Fasergebildern richtet sich nach dem Auftragsverfahren und den Anforderungen, die an das Endprodukt gestellt werden. Die bei diesen Verfahren gebräuchlichen Zusätze, wie Netzmittel, Schaumämpfungsmittel, Thermosensibilisierungsmittel, Weichmachungs- und Glättmittel, Antistatika, Antimikrobiotika, Farbstoffe, Füllstoffe, Flammenschutzmittel, Duftstoffe usw., können mitverwendet werden. Im allgemeinen werden die Dispersionen mit Wasser auf einen Bindemittelgehalt von 10 bis 40 Gew.-% verdünnt. Die Viskosität der verdünnten Dispersion kann im Bereich

45 von 10 bis 10.000 mPa.s liegen. Zum Verfestigen von Wattens, beispielsweise aus Polyester-, Polyamid- oder Polyacrylnitrilfasern, wird eine etwa 15 bis 25 %-ige Flotte aufgesprührt. Kompakte Faservliese und Nadelfilze lassen sich gut durch Imprägnieren mit 10 bis 40 %-igen Flotten und anschließendes Abquetschen und Trocknen verfestigen. Leichte Faservliese können auch durch Schaumimprägnierung verfestigt werden; dazu setzt man der etwa 10- bis 25 %-igen Dispersion Schäummittel und Schaumstabilisatoren zu und schäumt mit 50 Luft bis zu einem Litergewicht von 100 bis 300 g auf. Die Imprägnierung wird zweckmäßig am Horizontalfoulard vorgenommen. Sehr leichte Faservliese können durch Bedrucken mit Pasten, die 20 bis 40 % Binder enthalten und auf eine Viskosität von 4000 bis 8000 mPa.s eingestellt sind, partiell verfestigt werden. Nadelfilze für hochwertige Boden- und Wandbeläge werden bevorzugt mit angedickten, gegebenenfalls geschäumten Flotten gepflatscht. Schließlich ist auch die Vliesverfestigung durch Streichen möglich.

55 Die verfestigten Fasergebilde enthalten im allgemeinen zwischen 5 und 100 %, bezogen auf das Fasergewicht, an Bindemittel. Der bevorzugte Bindergehalt liegt zwischen 10 und 30 Gew.-%. Ihre günstigen anwendungstechnischen Eigenschaften erhalten die erfundungsgemäß ausgerüsteten Fasergebilde erst durch die Trocknung bei Trocknertemperaturen über 110° bis zu etwa 200°, vorzugsweise im Bereich zwischen 120 und 160°C.

60 Wird zusätzlich Beständigkeit des verfestigten Fasergebildes gegen organische Lösemittel gefordert, so kann man der Dispersion ein Vernetzungsmittel, beispielsweise Glyoxal, zusetzen.

65

**Beispiele**

**A) Herstellung der Kunststoffdispersionen**

5 In einem 1 l-Rundkolben, mit Rührer und Kontaktthermometer ausgerüstet, wurden 155 Teile vollentsalztes Wasser unter Rühren auf 80°C erhitzt und mit 0,16 Teilen einer 90 %-igen sulfonierten äthoxylierten Alkylarylol-maleinsäure, gelöst in 5 Teilen eines Monomeren, und zwar bei

10	Beispielen 1, 2, 4 bis 8	Butylmethacrylat
	Beispielen 3 und 12	Butylacrylat
	Beispielen 9 bis 11	Äthylacrylat

15 sowie mit 5 Teilen einer 4 %-igen Ammoniumperoxodisulfatlösung versetzt. Dann wurde nach einer Pause von 4 Minuten innerhalb von 4 Stunden bei 80°C eine Emulsion von

20 240 Teilen vollentsalztem Wasser  
 1 " des oben erwähnten Emulgators  
 0,9 " Ammoniumperoxodisulfat  
 20 395 " einer Monomerenmischung gemäß der angefügten Tabelle

zugetropft. Anschließend wurde die Temperatur 2 weitere Stunden auf 80°C gehalten. Danach wurde auf Raumtemperatur abgekühlt und der pH-Wert mit Phosphorsäure auf 2,2 eingestellt. Es wurden stabile, 25 koagulatfreie Dispersionen erhalten.

**B) Verfestigen von Fasergebilden und anwendungstechnische Prüfung**

30 Von eventuell vorhandenen Auflagen (Schlichten, Avivagen) befreites Polyesterergewebe wird mit der ca. 50 %-igen Kunststoffdispersion imprägniert, überschüssige Dispersion mittels eines Foulard auf eine Flottenaufnahme von 80 - 100 % abgequetscht. Der Gewebestreifen wird im Umlufttrockenschrank 5 Minuten bei 80°C getrocknet, nach Abkühlen die Harzauflage bestimmt. Anschließend wird das Probestück von 18 X 18 cm in 125 ml einer Lösung, die 3 g Marseiller Seife und 2 g kalzinierte Soda pro Liter enthält, 10 Minuten bei 40°C in einer Laborwaschmaschine (Linitest®-Gerät) gewaschen. Nach Spülen in heißem und anschließend in kaltem Wasser wird 30 Minuten bei 90°C getrocknet, nach Abkühlen erneut die Harzauflage bestimmt. Der Binderkochwaschverlust (BKV) wird in der Tabelle im Teil C in Prozent der Harzauflage angegeben.

35 Zur Bestimmung des Bruchwiderstandes wird thermisch vorverfestigtes Polyestervlies mit einem Flächengewicht von ca. 18 g Pro m<sup>2</sup> mit der auf ca. 25 % Trockensubstanz verdünnten Kunststoffdispersion imprägniert, überschüssige Dispersion mit dem Foulard so abgequetscht, daß eine Harzauflage von ca. 15 % erreicht wird. Das feuchte Vlies wird im Spannrahmen 5 Minuten bei 140°C getrocknet. Der Bruchwiderstand wird nach DIN 53 857, Teil 2 am trockenen Vlies (F) und am nassen Vlies (F<sub>n</sub>) nach einer 1-stündigen Wasserlagerung mittels einer Zugprüfmaschine, die der DIN 51 221 entspricht, bestimmt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle im Teil C angegeben.

45 **C) Tabellarische Übersicht über die Polymerisatzzusammensetzungen und die Ergebnisse der anwendungstechnischen Prüfung**

Die Beispiele 1 bis 8 erläutern die Erfindung.

50 Die Beispiele 9 bis 12 sind Vergleichsversuche mit Dispersionen, die nicht nach der Lehre der Erfidung aufgebaut sind.

	<b>Beispiel 1</b>	BKV	Bruchwiderstand		
			F	F <sub>n</sub>	F <sub>rel</sub>
55	296 Teile Butylmethacrylat				
	76 Teile Butylacrylat				
	20 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat	0	94	74	79
	3 Teile Methacrylsäure				

	<b>Beispiel 2</b>	BKV	Bruchwiderstand		
			F	F <sub>n</sub>	F <sub>rel</sub>
60	146 Teile Butylmethacrylat				
	142 Teile Butylacrylat				
	84 Teile Methylmethacrylat	0	93	77	83
	20 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat				
65	3 Teile Methacrylsäure				

**Beispiel 3**

5	204 Teile Butylacrylat 168 Teile Methylmethacrylat 20 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat 3 Teile Methacrylsäure	0	99	83	84
---	---	---	----	----	----

**Beispiel 4**

10	296 Teile Butylmethacrylat 76 Teile Butylacrylat 10 Teile Hydroxyäthylacrylat 10 Teile Methacrylamid 3 Teile Methacrylsäure	0	92	75	82
----	---	---	----	----	----

**Beispiel 5**

20	276,8 Teile Butylmethacrylat 75,2 Teile Butylacrylat 40 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat 3 Teile Methacrylsäure	0	84	75	90
----	---	---	----	----	----

**Beispiel 6**

25	295 Teile Butylmethacrylat 80 Teile Butylacrylat 20 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat	0	92	82	89
----	---	---	----	----	----

**Beispiel 7**

30	295 Teile Butylmethacrylat 80 Teile Butylacrylat 20 Teile 4-Hydroxybutylacrylat	0	89	73	82
----	---	---	----	----	----

**Beispiel 8**

40	203 Teile Butylacrylat 170 Teile Styrol 20 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat 2 Teile Acrylsäure	0	95	83	87
----	--	---	----	----	----

**Beispiel 9 (Vergleichsversuch)**

45	295 Teile Butylmethacrylat 79,2 Teile Butylacrylat 20 Teile 4-Hydroxybutylacrylat 0,8 Teile Allylmethacrylat	0	74	54	73
----	---	---	----	----	----

**Beispiel 10 (Vergleichsversuch)**

50	375 Teile Äthylacrylat 20 Teile 2-Hydroxyäthylacrylat	0,5	73	52	72
----	--	-----	----	----	----

**Beispiel 11 (Vergleichsversuch)**

55	375 Teile Äthylacrylat 20 Teile 4-Hydroxybutylacrylat	1	59	43	73
----	--	---	----	----	----

**Beispiel 12 (Vergleichsversuch)**

60	375 Teile Äthylacrylat 20 Teile 2-Hydroxyäthylmethacrylat	1	69	50	72
----	--	---	----	----	----

**Patentansprüche**

1. Verfahren zum Verfestigen eines Fasergebildes durch Aufbringen einer wäßrigen Acrylharzdispersion, deren Harzkomponente aus

5 A) mindestens 40 Gew.-% Alkylestern der Acryl- oder/und Methacrylsäure mit mindestens 4 C-Atomen im Alkylrest,

B) gegebenenfalls bis zu 57 Gew.-% Alkylestern der Acryl- oder/und Methacrylsäure mit höchstens 3 C-Atomen im Alkylrest oder/und Styrol,

C) gegebenenfalls Acryl- oder/und Methacrylsäure

10 D) Hydroxyalkylestern von  $\alpha$ ,  $\beta$ -ungesättigten polymerisierbaren Carbonsäuren

E) gegebenenfalls weiteren, von A bis D verschiedenen monoäthylenisch ungesättigten Comonomeren, die keine Amid-methylolgruppen oder Derivate davon und keine Carboxylgruppen enthalten,

aufgebaut ist, und Trocknen des behandelten Fasergebildes bei einer Umgebungstemperatur über 110°C,

15 dadurch gekennzeichnet,

daß der Anteil C an Acryl- oder Methacrylsäure-Einheiten weniger als 1 Gew.-% und der Anteil D der Hydroxyalkylester 3 bis 15 Gew.-% des Acrylharzes ausmacht.

2. Verfestigtes Fasergebilde, enthaltend als Bindemittel ein Emulsionspolymerisat aus

A) mindestens 40 Gew.-% Alkylestern der Acryl- oder/und Methacrylsäure mit mindestens 4 C-Atomen im Alkylrest,

B) gegebenenfalls bis zu 57 Gew.-% Alkylestern der Acryl- oder/und Methacrylsäure mit höchstens 3 C-Atomen im Alkylrest oder/und Styrol,

C) gegebenenfalls Acryl- oder Methacrylsäure

D) Hydroxyalkylestern von  $\alpha$ ,  $\beta$ -ungesättigten polymerisierbaren Carbonsäuren

25 E) gegebenenfalls weiteren, von A bis D verschiedenen monoäthylenisch ungesättigten Comonomeren, die keine Amid-methylolgruppen oder Derivate davon und keine Carboxylgruppen enthalten,

dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil C an Acryl- oder Methacrylsäure-Einheiten weniger als 1 Gew.-% und der Anteil D der Hydroxyalkylester 3 bis 15 Gew.-% des Acrylharzes ausmacht.

3. Verfestigtes Fasergebilde nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Faseranteil überwiegend aus

30 Polyesterfasern besteht.

4. Verfestigtes Fasergebilde nach den Ansprüchen 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Fasergebilde ein nichtgewebtes Vlies ist.

35

**Claims**

1. Process for reinforcing a fibre structure by applying an aqueous acrylic resin dispersion the resin component of which is synthesised from

40 A) At least 40 % by weight of alkyl esters of acrylic and/or methacrylic acid having at least 4 carbon atoms in the alkyl group,

B) Optionally up to 57 % by weight of alkyl esters of acrylic and/or methacrylic acid having not more than 3 carbon atoms in the alkyl group and/or styrene,

C) Optionally acrylic and/or methacrylic acid,

45 D) Hydroxyalkylesters of alpha, beta-unsaturated polymerisable carbonic acids,

E) Optionally other monoethylenically unsaturated comonomers different from A to D, which do not contain any amide-methylol groups or derivatives thereof or any carboxyl groups,

and drying the treated fibre structure at an ambient temperature of above 110°C characterised in that the proportion C of acrylic or methacrylic acid used constitutes less than 1 % by weight and the proportion D of the hydroxyalkylesters constitutes 3 to 15 % by weight of the acrylic resin.

2. Reinforced fibre structure containing as binder an emulsion polymer synthesised from

A) At least 40 % by weight of alkyl esters of acrylic and/or methacrylic acid having at least four carbon atoms in the alkyl group,

B) Optionally up to 57 % by weight of alkyl esters of acrylic and/or methacrylic acid with not more than 3 carbon atoms in the alkyl group and/or styrene,

C) Optionally acrylic or methacrylic acid,

D) Hydroxyalkylesters of alpha beta-unsaturated polymerisable carbonic acids

E) Optionally other monoethylenically unsaturated comonomers different from A to D, which do not contain any amide - methylol groups or derivates thereof or any carboxyl groups, characterised in that the proportion C of acrylic or methacrylic acid units constitutes less than 1 % by weight and the proportion D of the hydroxyalkylesters constitutes 3 to 15 % by weight of the acrylic resin.

3. Reinforced fibre structure as claimed in claim 2, characterised in that the fibre component consists predominately of polyester fibres.

4. Reinforced fibre structure as claimed in claims 2 or 3, characterised in that the fibre structure is a non-woven fleece.

5

### Revendications

- 10 1. Procédé pour la consolidatian d'un produit fibreux par application d'une dispersion aqueuse de résine acrylique dont le composant résine est constitué par  
A) au moins 40 % en poids d'esters alkyliques de l'acide acrylique et/ou méthacrylique comportant au moins 4 atomes de carbone dans le radical alkyle,  
B) éventuellement jusqu'à 57 % en poids d'esters alkyliques de l'acide acrylique et/ou méthacrylique comportant au maximum 3 atomes de carbone dans le radical alkyle, et/ou de styrène,  
C) éventuellement de l'acide acrylique et/ou méthacrylique,  
D) des esters hydroxyalkyliques d'acides carboxyliques  $\alpha$ ,  $\beta$ -insaturés polymérisables,  
E) éventuellement d'autres comonomères monoéthyléniquement insaturés différents de A à D, qui ne contiennent pas de groupements amide-méthylol ou de dérivés de ceux-ci et ne contiennent pas de groupes carboxyle,  
et par séchage du produit fibreux ainsi traité à une température environnante de plus de 110°C,  
caractérisé en ce que  
la proportion d'unités acide acrylique ou méthacrylique C représente moins de 1 % en poids de la résine acrylique et la proportion des esters hydroxyalkyliques D représente de 3 à 15 % en poids de la résine acrylique.
- 15 2. Produits fibreux consolidés contenant, en tant que liant, un produit de polymérisation en émulsion de:  
A) au moins 40 % en poids d'esters alkyliques de l'acide acrylique et/ou méthacrylique comportant au moins 4 atomes de carbone dans le radical alkyle,  
B) éventuellement jusqu'à 57 % en poids d'esters alkyliques de l'acide acrylique et/ou méthacrylique comportant au maximum 3 atomes de carbone dans le radical alkyle, et/ou de styrène,  
C) éventuellement de l'acide acrylique et/ou méthacrylique,  
D) des esters hydroxyalkyliques d'acides carboxyliques  $\alpha$ ,  $\beta$ -insaturés polymérisables,  
E) éventuellement d'autres comonomères monoéthyléniquement insaturés différents de A à D, qui ne contiennent pas de groupements amide-méthylol ou de dérivés de ceux-ci et ne contiennent pas de groupes carboxyle,  
caractérisé en ce que la proportion d'unités acide acrylique ou méthacrylique 6 représente moins de 1 % en poids de la résine acrylique et la proportion des esters hydroxyalkyliques D représente de 3 à 15 % en poids de la résine acrylique.
- 20 3. Produits fibreux consolidés selon la revendication 2, caractérisés en ce que la part de fibres se compose en majorité de fibres de polyester.
- 25 4. Produits fibreux consolidés selon la revendication 2 ou 3, caractérisés en ce que le produit fibreux est une nappe non tissée.

45

50

55

60

65