

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

D04H 1/64

[12]发明 专利 说 明 书

[21] ZL 专利号 92104395.3

[45]授权公告日 1999年12月8日

[11]授权公告号 CN 1047215C

[22]申请日 92.5.6 [24]颁发日 99.9.25

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事

[21]申请号 92104395.3

务所

[30]优先权

代理人 徐汝巽

[32]91.5.6 [33]US [31]696,417

[73]专利权人 罗姆和哈斯公司

地址 美国宾夕法尼亚

[72]发明人 C·T·阿肯斯 C·E·克鲁斯

R·T·思马特

[56]参考文献

US4076917 1978. 2.28 C08F8/30

US4101606 1978. 6.18 C08G69/48

审查员 21 13

权利要求书 2 页 说明书 18 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 耐热无纺织物的制造方法

[57]摘要

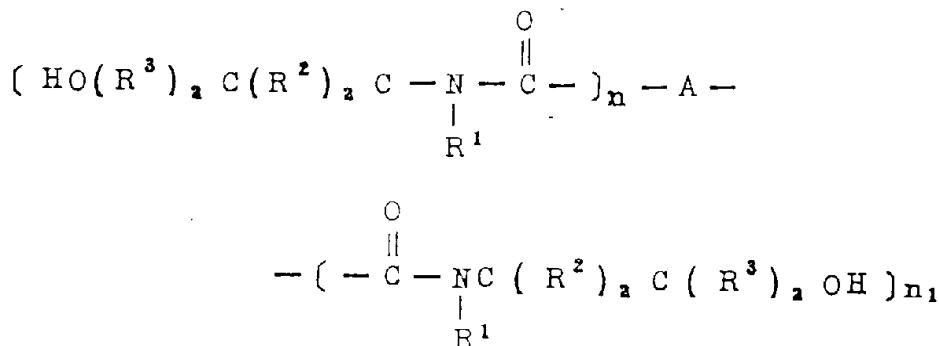
提供一种制造耐热无纺织物的方法,一种不含甲醛的粘合剂,该粘合剂含有羧基,或羧酐或羧基盐;并且一种β-羟烷基酰胺与含有耐热纤维的无纺物接触,并有效的加热粘合剂组合物时起作用。

ISSN 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1. 一种耐热无纺织物的制造方法，包括：

(a) 产生一个含有聚合物的粘合剂组合物，该聚合物含有羧基或羧酐基或羧基盐，和一个 β -羟烷基酰胺，其分子式为：



式中 A 为一个键、氢或一价及多价的有机基，该有机基是从一种饱和或不饱和的烷基中得到的，该烷基中含有 1 - 60 个碳原子；芳基、三-低亚烷基氨基；或至少含有一个烯基 ($>\text{C}=\text{C}<$) 的不饱和基； R^1 是氢，有 1 - 5 个碳原子的低烷基，或有 1 - 5 个碳原子的羟烷基， R^2 和 R^3 是选自氢中相同或不同，有 1 - 5 个碳原子的直链或支链低烷基或 R^2 之一或 R^3 之一的基跟与其相连的碳原子结合而形成，如环己基； n 是取值为 1 或 2 的整数， n^1 是取值范围在 0 - 2 的整数，或当 $n^1 = 0$ 时，一种聚合物或共聚物（即 n 的取值范围大于 1，最好是 2 - 10）当 A 为一不饱和基时可由 β -羟烷基酰胺中形成；

(b) 用上述粘合剂组合物与由耐热纤维构成的无纺织物相接触；并且

(c) 在大约 125 °C 到 400 °C 的温度下加热上述粘合剂组合物，直到得到一种固化聚合物；

其中所述的粘合剂组合物进一步含有一种二价金属。

2. 根据权利要求 1 所述的方法，其中所述的二价金属是锌，上述锌的使用含量为 0.02 到 1.0 当量的锌对 1.0 当量的羧基。

耐热无纺织物的制造方法

本发明涉及一种无纺织物的制造方法。该无纺织物可用于遇到高温的情况，该无纺织物含有耐热纤维和一种不含甲醛的粘合剂组合物，该粘合剂组合物有助于加固纤维使其成为坚固、耐热的基质。

无纺织物是由一些纤维所构成，而该纤维是用纯机械方式，例如，用针刺法，或者是用化学方式，例如用饱和的聚合粘合剂或用其组合物来被加固的。事实上，一些无纺织物是在比室温高的温度下使用的，例如，含有玻璃纤维的无纺织物浸透于热沥青合成物中，用于覆盖屋顶或作为屋顶的卷材。当无纺织物与热沥青在150℃—250℃的温度范围内接触时，无纺织物可能弯曲、收缩，换句话讲，就是变形，因此含有聚合粘合剂的无纺织物应保持有因聚合粘合剂的参与而具有的特性：例如，强度。此外，粘合剂不应损坏无纺织物通常应具有的基本特性。例如，加工时，如果聚合粘合剂太硬、太脆或变粘稠，无纺织物就会被损坏。

因此需要一种制造耐热无纺织物的方法，该无纺织物是由耐热纤维和一种耐热无纺织物的聚合粘合剂组合物所构成，该粘合剂不含具有潜在污染的溶剂，也不含有甲醛。

美国专利No. 3,867,348公开了一种共聚交联剂，该物质至少含有一种α、β—不饱和羧酸的不饱和N—取代酰胺，上述羧酸不能被甲基化。上述取代基是脂族的一部分，它含有一种二醇—1,2或—1,3基团相应的一个特殊分子式，例如：N—2羟基—2,3—丙基甲基丙烯酰胺，并且至少从含有尿素的基团，它的取代

衍生物，和环状尿素中选出的一个氮甲基化合物。

该专利还公开了一种在粘接无纺织物中交联剂的应用，该无纺织物具有良好的抗有机溶剂以及耐磨、耐折性能。美国专利 3,867,348 号没有公开一种耐热无纺织物的制造方法，该无纺织物中的粘合剂含有一个羧基、或一个羧酐及羧基盐，且 β -羟烷基酰胺与含有耐热纤维的无纺织物相接触，并且粘合剂组合物被固化。

美国专利 Nos. 4,076,917 公开了一种用来固化或交联一些聚合物的方法，即，这些聚合物具有羧基或酐基，处理或有 β -羟烷基酰胺，或具有从 β -羟烷基酰胺而制出的一种聚合物的这些聚合物。该发明也公开了一种含有羧基和 β -羟烷基酰胺官能度的自固化聚合物。另外还公开了这种含有 β -羟烷基酰胺官能度的聚合物可用于制造薄膜、纤维、涂料、漆、釉子、无缝地板；或粘合剂用于天然和合成物材料，例如，纸、纺织品、木材、塑料、金属和皮革的嵌缝或浸渍；作为无纺织物的粘合剂，在制备油墨及所有涉及环氧或密胺涂料的领域，目前已经配制出来。美国专利 4,076,917 号没有公开一种耐热无纺织物的制造方法，该无纺织物中的粘合剂组合物含有羧基、羧酐、羧基盐，且 β -羟烷基酰胺与含有耐热纤维的无纺织物接触，该粘合剂组合物被固化。

美国专利 No. 4,455,342 公开了一种丙烯酸树脂的含水散体，它适用于加强纤维制品，并且不含有甲醛和丙烯腈。所述这种树脂含有 (a) 从 70 到 90.95 重量百分比的丙烯酸和／或甲基丙烯酸烷基酯，或者该脂与苯乙烯的混合物；(b) 从 2 到 30 重量百分比的一种不饱和羧酸的羟烷基酯；(c) 从 1~10 重量百分比的丙烯酰胺或甲基丙烯酰胺；(d) 从 0.05 到 3 重量百分比

的一种交联共聚单体，该单体至少有二个聚合用的双键；（±）在重量百分比为 5 以内的不饱和羧酸；（±）重量百分比为 20 以内的一或更多的单体，此外，用这种树脂分散体来加强纤维状制品，且显示出在干洗时，减少了树脂粘合剂的损失和降低了增塑剂的吸收作用。该专利同时公开了该物品的制造方法。美国专利 4,455,342 没有公开一种耐热无纺织物的制造方法，该无纺织物中的粘合剂组合物含有羧基、或羧酐或羧基盐；并且一种 β -羟烷基酰胺与含有耐热纤维的无纺织物相接触，该粘合剂组合物被固化。

美国专利 N. 4,999,229 公开了一种无纺产品，该无纺产品显示出有抵抗因热油而产生的降解作用的性质，其中无纺纤维网的纤维与一种乳胶的共聚沉积物被粘合在一起，该乳胶有 20%—70% 的共聚物固体，该共聚物固体基本上是由 65—95 wt %（重量百分比）的氯乙烯，5—35 wt % 的乙烯和 10 wt % 以内的羟烷基—或含有羧酸的官能团共聚单体。在含有 3—15 wt % 聚乙烯醇的稳定系统中可制出共聚物。所述的聚乙烯醇有 70—91 mol %（摩尔百分比）被水解。美国专利 U.S. 4,999,239 号没有公开一种耐热无纺织物的制造方法，该无纺织物中的粘合剂组合物含有羧基，或羧酐，或羧基盐；并且一种 β -羟烷基酰胺与含有耐热纤维的无纺织物接触，该粘合剂组合物被固化。

没有任何一篇参考文献能告诉我们耐热无纺织物的制造方法，该无纺织物中的粘合剂组合物含有一个羧基或羧酐、或羧基盐，并且一种 β -羟烷基酰胺与含有抗热纤维的无纺织物相接触，并加热粘合剂组合物。

因此，本发明的目的之一就是提供一种耐热无纺织物的制造方法。

本发明的另一个目的就是提供一种不使具有潜在污染的溶剂和所用的粘合剂组合物不含甲醛的耐热无纺织物的制造方法。

本发明提供一种耐热无纺织物的制造方法。一种不含甲醛的粘合剂组合物，该粘合剂组合物含有羧基、或羧酐或羧基盐；一种 β -羟烷基酰胺与含有耐热纤维的无纺织物接触，并有效的加热粘合剂组合物。

本发明涉及一种耐热无纺织物的制造方法。

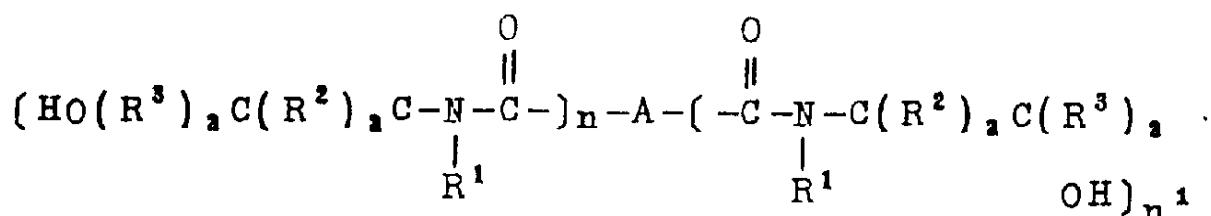
一种不含甲醛的粘合剂组合物是由含有羧基或酐基或羧基盐基的聚合物所形成的，即将这些聚合物与一个 β -羟烷基酰胺混合，或将这些聚合物与由 β -羟烷基酰胺制得一种聚合物混合，从而得到该粘合剂。本发明也包括含有羧基和 β -羟烷基酰胺官能度的自固化聚合物。所有含有羧基、和酐基、和羧基盐的聚合物均可应用在本发明中。这种聚合物可用任何公知的方法制出。例如，溶液聚合、水悬浮聚合和水乳液聚合。该聚合物可含有以聚合物的重量为基础高达100%的含有羧基、酐基或羧基盐的单体或它们的混合物。含有以聚合物的重量为基础高达100%的含有带有羧基、羧酐基、或羧基盐被聚合的稀键不饱和单体或其混合物的附加聚合物也可被使用，优选的是附加聚合物含有以该聚合物的重量为基础由20%至100%的含有带羧基、羧酐基、或羟基盐被聚合的稀键不饱和单体或其混合物，以便获得取决于 β -羟烷基酰胺的理想反应程度。

优选的一些单体实例，其单体可被加到聚合物的主链并与 β -羟烷基酰胺起反应（见分子式1），优选单体包含有不饱和一元羧酸，例如，丙烯酸，甲基丙烯酸、丁烯酸等等；不饱和二羧酸，例如：顺丁烯二酸、2-甲基顺丁烯二酸、反丁烯二酸、亚甲基丁烯二酸、2

甲基亚甲基丁烯二酸、 α . β -亚甲基戊二酸等等；不饱和一元羧酸盐或不饱和二元羧酸盐和不饱和酐；例如，顺丁烯二酸酐、亚甲基丁二酸酐、丙烯酸酐、甲基丙烯酸酐等等。当单体理想的用于含有羧基盐基的聚合物时，这些羧基盐基可直接结合到聚合物中，或用碱将含有羧基的聚合物全部或部分地中和。所述的碱可以是，例如：氨、氢氧化钠或胺。用挥发性的胺去中和羧基是比较理想的，这样在羧基盐基不能参加反应的情况下，就可避免因水固有的敏感性，用氨将 pH 值中和到 7.5 是较为理想的。当使用一种通过乳液聚合法而制得的含有羧基的聚合物时，将该聚合物至少中和到成为水溶性的程度是较理想的。

用于本发明的 β -羟烷基酰胺作为含有羧基和酐的聚合物的固化剂是非常有效的，并且所用的这种 β -羟烷基酰胺不需要催化剂。此外 β -羟烷基酰胺可溶于包括水在内的各种各样的溶剂中。这种水溶性是非常理想的。因为它可去除事实上不得不使用的任何有机溶剂。另外，本发明中所用的粘合剂组合物不含甲醛，在本方法的接触和加热阶段期间不释放或产生甲醛。

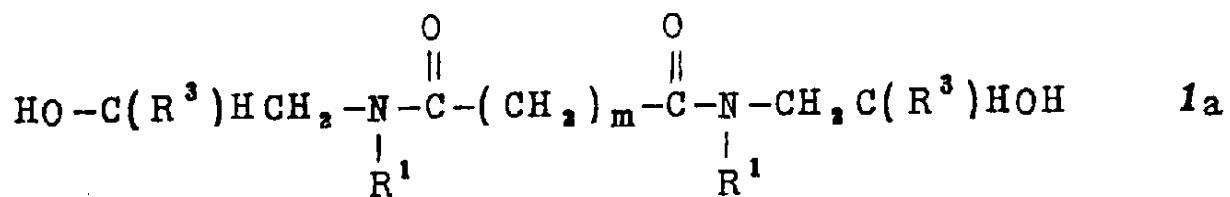
在本发明的方法中，为了形成粘合剂组合物，含有羧基或酐基或羧基盐基的聚合物与一种 β -羟烷基酰胺互相混合。其中 β -羟烷基酰胺的分子式为：



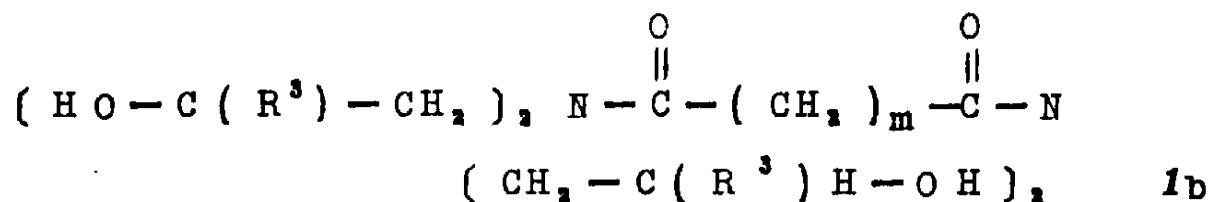
式中 A 为一个键，氢或一价或多价有机基，该有机基从一种饱和或不饱和的烷基中得到的，该烷基含有 1-60 个碳原子。例如：甲基、

乙基、丙基、丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、廿烷基、三十烷基、四十烷基、五十烷基、和六十烷基等；芳基的，例如，单和两环的芳基，比如苯基、萘基等，三—低亚烷基氨基，如：三亚甲基氨基、三亚乙基氨基等；或一种含有 1 个或多个的烯基($>C=C<$)的不饱和基：例如，乙烯基、1—甲基乙烯、3—丁烯—1，3—二基(diyl)2—丙烯—1，2—二基、羧基低烯基，例如，3—羧基—2—丙烯基等等；低烷氧基羧基低烯基，例如，3—甲氧羰基—2丙烯基等等； R^1 是氢，有 1—5 个碳原子的低烷基，例如，甲基、乙基、正丙基、正丁基、异丁基、特丁基、戊基等；或有 1—5 个碳原子的羟基低烷基，例如，羟基乙基、3—羟基丙基、2—羟基丙基、4—羟基丁基、3—羟基丁基、2—羟基—2—甲基丙基、5—羟基戊基、4—羟基戊基、3—羟基戊基、2—羟基戊基和戊基的异构体； R^2 和 R^3 是选自氢中的相同或不同的基，有 1—5 个碳原子的直链或支链低烷基或 R^2 之一和 R^3 之一的基可与碳原子结合而形成的，例如：环戊烯基、环乙基等等； n 是取值为 1 或 2 的整数， n^1 是取值范围从 0 到 2 的整数或当 n^1 为 0 时，一种聚合物或共聚物（即。 n 的取值范围大于 1，最好是 2—10）可由 β —羟烷基酰胺中形成，且当 A 为一种不饱和基时。

用于与含有羧基或酐基或羧基盐的聚合物相混合的最佳化合物是那些在上述分子式 1 中的化合物，式中 R^1 为 H、低烷基、或 $\text{HO}(R^3)_n(R^2)_n$ ， $C-$ 、 n 和 n^1 各为 1， $-A-$ 是 $-(\text{CH}_2)_m-$ ， m 为 0—8，最佳为 2—8，每一个 R^2 都是 H，在所有情况下， R^3 之一是 H，其它的是 H 或 C_1-C_5 烷基；其分子式为：



式中 R^1 、 R^3 和 m 与前述所给出的相同。最佳实施例的化合物分子式为：



式中 R^3 在两种情况中被限定为 H ，或限定为 $-\text{CH}_3$ 。

分子式中 1b 的一些特例是 $2(\text{N}, \text{N}-2(\beta\text{-羟基乙基}))$ 乙二酰二胺、 $2(\text{N}, \text{N}-2(\beta\text{-羟丙基}))$ 壬二酰胺、 $2(\text{N}, \text{N}-2(\beta\text{-羟基丙基}))$ 乙二酰二胺和 $2(\text{N---甲基---}\text{N---}\beta\text{-羟基乙基})$ 乙二酰二胺。之所以优选这些所述的化合物，是由于它们杰出的水溶性以及与羧基或酐基的快速反应能力。此外，可容易地得到该物质的母体。

分子式 1b 所优选出的化合物是这些化合物： R^1 为甲基或羟基乙基，且 m 为从 2 到 8 的整数。

可按照美国专利 N o. 4,076,917 所公开的方法制出 β -羟烷基酰胺，该专利作为本发明的参考文献。

粘合剂组合物的制备是用 β -羟烷基酰胺（1）或共聚合物与含有羧基或酐或羧基盐的聚合物在一定的比率下混合而生成的。该比例范围是对应每一份羧基或酐基或羧基盐就有从 0.5 到约 2 份的羟基官能。一种 $1:1$ 比率的羧基和羟基，以及一种 $0.5:1$ 比率的酐

和羟基官能是作为一些应用中的优选方案。当羧基官能存在于聚(丙烯酸)形式时，羟基官能对羧基官能的比率为0.7:1是作为优选方案。超出上述比率范围的也可应用，但固化效果会减小，用此聚合物溶液， β -羟烷基酰胺(1)或其聚合物被直接地溶解在有或没有溶剂的聚合物溶液中。可使用的溶剂取决于特殊交联剂的溶解度，这些溶剂包括芳族，例如：甲苯、二甲苯等等；脂族的，如庚烷、辛烷等；水、二甲基甲酰胺、二甲亚砜、及卤化溶剂，醚、酯和醇。

β -羟烷基酰胺(1)是非常有用的，因为它们在使用中不用任何溶剂或在水溶液中使用，从而避免涂料的污染。水溶液是从羧基聚合物盐中制备出的。例如胺盐类，如：二甲基氨基乙醇、三甲胺、三乙胺、二乙醇胺、甲基二乙醇胺或胺盐等等。

从所公开的技术中用含羧基的单体制备含有 β -羟烷基酰胺(1，上述的)的共聚物是显而易见，由此可得到自固化聚合物，并且当制作中没有含有羧基或酐的单体时，用酸或酐处理上述共聚物的固化过程可能是有效的。例如：上述提及的在分子式Ⅱ中的酯的制备中饱和酸或酐，例如：琥珀酸、戊二酸、苯二酸、四氢化钛酸、1,2,4,5-苯-四羧酸等。

此外，粘合剂组合物中外加至少含有一种二价离子，例如锌、钴、镍、钴等，其含量要有效的足以达到使已处理过的无纺织物干强力增加。所用锌的含量大约是每一当量的含有羧基的组份用0.01到1.0当量的锌是较佳的。

此外，常规的处理组份均可在该粘合剂组合物中使用，如：乳化剂、颜料、填充剂、反迁移剂、固化剂、增稠剂、阻燃剂、聚结剂、润湿剂、生物杀伤剂、增塑剂、消泡剂、着色剂、蜡和抗氧化剂。

将粘合剂组合物施加到含有耐热纤维的无纺织物上，该耐热纤维可以是：芳族聚酰胺纤维聚脂纤维和玻璃纤维。在此所用“耐热纤维”将其置于125℃温度中是不受影响的，用现有的工艺可将粘合剂组份涂敷于无纺织物上，例如，用气压或真空喷涂、浸轧、饱和浸透、滚动涂覆、筛网涂覆等等。

含有β-羟烷基酰胺(1)的粘合剂是通过将温度加热到约125℃~400℃范围内而被固化的，理想的温度范围是约125℃~175℃，其加热时间为0.5~30分钟，不需要在固化过程中使用催化剂。

在粘合剂组合物被固化后，耐热无纺织物就可以使用了。此时，在高温下例如，温度为125℃以上，耐热无纺织物中的粘合剂的特性是非常重要的，在制作屋顶材料的衬底时，无纺织物要与热沥青接触，并且在制作地板材料的垫层时，与在高温下熔化并起泡的PVC塑料溶胶相接触。耐热无纺织物也可应用在保温和过滤等与高温相遇的环境中。

下面的实施例是用来说明制作耐热无纺织物的方法，这是对本发明所作的最直接的说明。这些实施例并不是对本发明的限定，已如其它发明对普通工艺技术而言是明显的。

实施例1 配制粘合剂组合物

将Mw=2500(由凝胶渗透色谱法来确定的)(30%重量的水溶液)的聚羧酸的铵盐水溶液100克加入到50克2(N,N-2(β-羟乙基)己二酰二胺水溶液中(50%重量百分比的该物质溶解于水中)，在25℃温度下搅拌。

实施例 2 玻璃纤维手抄纸及有粘合剂的饱和片材的制作

将一个装有气动混合器的 110 加仑容量的罐内注入去离子水。然后用氢氧化铵将该去离子水的 PH 值调到 9.0。将 14 ppm. (基于水的重量) 聚氧乙烯烷基胺 (KATAPOL VP-532) 和 3.1 ppm (基于水的重量) 的聚丙烯酰胺增稠剂 (SEPAPAN AP-273) 加入罐内。将混合物搅拌约 15 分钟后，放置 15 分钟。所制出的 5 加仑溶液 (“白水”) 抽入到一个装有气动混和器的 6 加仑不锈钢分离罐中，该罐中有 4 个垂直的隔板，以便使混和更加彻底。启动搅拌器，且加入 6.2 克 1 英吋长的玻璃纤维 (OCF-687) 然后混和 3 分钟，将聚脂纤维织品置于 12 英吋见方的威廉斯片料吹气塑模底部上。将塑模关闭并灌入半满的水。将分离罐中的搅拌器关掉，30 秒后开启分离罐的阀门，将分散的玻璃纤维排入片料吹气塑模中，与此同时打开片料吹气塑模上的泄压阀。当浆液已被排出分离罐时，把吸水纸插入喷嘴，以防止在片料吹气塑模被完全排空之前，有任何的滴漏损坏该模板。打开片料吹气塑模并且将形成玻璃纤维片材的纤维织品卸下并转送到一个筛架上。多余的水用一个装有 14 英吋头的大“真空泵”排空，用一个多孔漏斗将粘合剂组合物加入，保持平缓的流动以便不搅乱纤维。将多余的粘合剂组合物排空。一击后，使玻璃纤维片材转 90° 并再击一下。然后把处理过的玻璃纤维片材送到另一片纤维织品上，以防粘到第一块纤维制品上。在一个大容积的 Werner - Mathis 烘箱内，在 204°C 温度下干燥和固化 3 分钟。烘箱内空气从顶部和底部冲击该片材。指标 I.O.I (烧失量) 为 2.2% 并且其基本重量为 1.7 磅 / 100 平方英尺。

实施例 3 - 7

制作各种分子量成份的含有各种羧基的粘合剂组合物

按照实施例 1 所述工艺制作出的粘合剂组合物除了各别例外其余所有含有羧基的成份都列在表 3。1 中，可以从大量的含有羧基的组份中为每一当量的 2 (N , N - 2 (D - 羟乙基)) 乙二酰二胺 提供一当量的羧基。

表 3。1 用在实施例 6 中的含有羧基的成份

实施例号	含有羧基的成份	Mw(分子量)
3	聚(丙烯酸)	19,000
4	聚(丙烯酸／乙基丙烯酸盐 30 / 70)	19,000
5	聚(丙烯酸)	60,000
6	聚(乙基丙烯酸盐／甲基丙烯酸 甲酯／甲基丙烯酸	40,000
7	柠檬酸	

实施例 8 用粘合剂组合物处理的手抄纸试验

1 × 4 英寸的抗张强度试样是从粘合剂组合物处理的手抄纸上模切下来的，该试样是在 I N T E L E C T 张力试验仪上用一个 2 小时间隙以 2 吋 / 分钟速度进行干、湿试验 (在浸入 180°F 水中 10 分钟后)。平衡后热张力实验在 400°F 温度下持续 1.5 分钟。对每一个抗张强度和所记录的平均值，最少要进行 4 次试验试样。热抗张强度设计成为一些模拟条件，使其无纺织物衬层在加工期间将能经受各种情况。例如，在制造屋顶材料时，用热沥青处理。

1×4 吋的埃尔曼多夫撕裂试样是从粘合剂组合物处理的手抄纸上模切下来。并按照 A S T M 试验方法 D 1 9 2 2 - 7 8 进行。埃尔曼多夫撕裂强度作为“ E T ”用克来表示。

制造完整性(M I T)实验中的耐折性是按照 T A P P I 试验方法 T - 5 1 1 进行的。本文所设计的 M I T 耐折性是“ M I T ”所记载的折叠数的 2 倍。

表 8. 1 用粘合剂组合物处理的手抄纸试验抗张强度(磅/吋)

<u>粘合剂</u>	<u>L O F</u>	<u>B W</u>	<u>Dry</u>	<u>% E</u>	<u>Wet</u>	<u>% E</u>	<u>Hot T</u>	<u>E T</u>	<u>M I T</u>
实施例 1	2 8 . 1	1 . 8	3 7 . 9	2 . 9	1 1 . 9	1 . 6	--	3 3 4	--
实施例 3	2 8 . 9	2 . 0	3 6 . 8	2 . 9	2 3 . 1	2 . 2	--	2 2 8	--
实施例 4	2 9 . 8	1 . 8	3 6 . 9	3 . 1	2 2 . 9	2 . 3	--	2 5 6	--
实施例 5	2 1 . 7	1 . 9	3 9 . 8	2 . 1	2 8 . 9	1 . 4	3 0 . 0	2 8 1	6 . 4
实施例 6	1 8 . 4	1 . 7	2 8 . 0	1 . 9	1 7 . 2	2 . 0	7	7 1 6	2 4
实施例 7	2 2 . 8	1 . 8	3 1 . 9	2 . 7	1 4 . 7	1 . 9	1 7 . 1	1 3 4	2

L O F = 重量百分比烧失量

B W = 每 1 0 0 平方英尺磅的定量

% E = %伸长率

Hot T = 在 4 0 0 °F 温度时，热抗张强度 磅/吋

用本发明的方法所生产的所有的粘合剂组合物可使用在耐热场合的无纺织物。

实施例9 粘合剂组合物具有含有羧基成份对D-羟烷基酰胺的各种比率

在制造实施例5中的粘合剂组合物时，除了各别例外，含有羧基组分的当量与2(N,N-2(D-羟乙基)乙二酰二胺当量的比率变化均列在表9.1中，玻璃纤维无纺手抄纸是按照实施例2和8制造并实验的，其结果列在表9.1中。

表 9. 1 用粘合剂组合物处理的手抄纸试验抗张强度(磅/吋)

酸/酰胺	L O I		B W		Dry		% E		Wet		% E		Hot T		E T		M IT	
	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量	当量
1/1 (当量)	25.0	1.8	42.3	2.0	24.1	1.5	27							336	7			
1/0.8 (当量)	25.0	1.8	39.9	2.0	27.1	1.5	37							343	6			
1/0.71 (当量)	23.0	1.9	37.6	2.1	25.8	1.5	34							285	4.1			
1/0.6 (当量)	22.7	1.7	39.5	2.1	25.8	1.5	35							354	7			
1/0.4 (当量)	23.6	1.8	37.2	3.3	18.3	1.8	35							217	3			
1/0.2 (当量)	21.4	1.8	34.6	3.0	6.2	1.4	28							218	4			
1/0 (当量)	19.6	1.7	20.0	1.6	太弱	16	414	4										

(对比)

用本发明方法所生产的所有的粘合剂组合物可使用在耐热应用中的无纺织物。

实施例 10 含有多价离子的粘合剂组合物

本发明的粘合剂组合物通过掺入碳酸锌铵而得到改进（如 Z I N P L E X 1 5 一种商品化的碳酸锌铵）根据以羧酸当量为基准的金属锌的当量所计算出的锌的含量列在表 1 0 . 1 中，玻璃纤维无纺手抄纸是按照实施例 2 和 8 制作和实验的，其结果列在表 1 0 . 1 。

表 10.1 用粘合剂组合物处理过的手抄纸试验抗张强度(磅/吋)

粘合剂	<u>L O I</u>	<u>B W</u>	<u>Dry</u>	<u>% E</u>	<u>Wet</u>	<u>% E</u>	<u>Hot T</u>	<u>E T</u>	<u>M IT</u>
实施例 5 /无锌	21.7	1.9	39.8	2.1	28.9	1.4	30.0	28.1	6.4
实施例 5 /锌 (0.05 eq)	20.9	1.8	46.8	2.4	26.7	1.5	25.0	26.9	5.1
实施例 5 /无锌	25.0	1.8	42.2	2.0	24.1	1.5	27	33.6	7
实施例 5 /锌 (0.1 eq)	19.3	1.8	43.6	2.2	22.4	1.4	28	36.8	6
实施例 5 /锌 (0.5 eq)	22.3	1.7	46.0	2.3	20.2	1.4	25	29.6	7

用于本发明方法的粘合剂组合物在掺入少量锌以后，干抗张强度和延伸率都有少量增加，但热抗张强度没有增加。