



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101341292 B

(45) 授权公告日 2011.06.08

(21) 申请号 200680047751.2

(22) 申请日 2006.12.19

(30) 优先权数据

60/753,060 2005.12.21 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008.06.18

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2006/062314 2006.12.19

(87) PCT申请的公布数据

W02007/076364 EN 2007.07.05

(73) 专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

(72) 发明人 M·R·列维特

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 刘冬 段家荣

(51) Int. Cl.

D21H 11/20(2006.01)

(56) 对比文件

WO 99/27169 A1, 1999.06.03, 说明书第3页
第10行至第4页第12行.

WO 99/27169 A1, 1999.06.03, 说明书第3页
第10行至第4页第12行.

CN 1121728 A, 1996.05.01, 说明书第1页第
1段至第6页第2段.

审查员 邓知明

权利要求书 1 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

PIPD 纸及其制造的组件

(57) 摘要

本发明涉及一种用作结构组件的纸,所述纸包含 20 至 100%重量聚吡啶并双咪唑纤维和粘合剂物质,其中所述纸具有 (i)0.08 至 1.5 克/立方厘米的密度,和 (ii)10 至 150 克/平方米的基重,并且在用至少 15%重量酚醛树脂浸渍时,所述纸具有至少 100(N/cm)/(g/m²) 的比抗张挺度,其中所述%重量基于纸和树脂的总重量。

1. 一种用作结构组件的纸,所述纸包含 20 至 97%重量聚吡啶并双咪唑纤维和任选的粘合剂物质,其中所述纸具有 (i)0.08 至 1.5 克/立方厘米的密度,和 (ii)10 至 150 克/平方米的基重,并且在用至少 15%重量酚醛树脂浸渍时,所述纸具有至少 $100 \text{ (N/cm) / (g/m}^2\text{)}$ 的比抗张挺度,其中所述%重量基于纸和树脂的总重量。

2. 权利要求 1 的纸,其中所述粘合剂物质选自溶液、乳液、悬浮体、粉末、薄片和纤维形式的热固性和热塑性树脂、沉析纤维和来自不同于聚吡啶并双咪唑的聚合物的纸浆。

3. 权利要求 1 的纸,其中所述聚吡啶并双咪唑纤维为 PIPD。

4. 权利要求 1 的纸,所述纸在用酚醛树脂浸渍后具有 $110\text{--}150 \text{ (N/cm) / (g/m}^2\text{)}$ 的比抗张挺度。

5. 权利要求 1 的纸,所述纸具有 1-20 秒的 Gurley Hill 透气度。

6. 权利要求 5 的纸,所述纸具有 5-12 秒的 Gurley Hill 透气度。

7. 权利要求 3 的纸,所述纸具有 70 至 90%重量 PIPD 纤维。

8. 权利要求 1 的纸,所述纸具有 0.6-1.2 克/立方厘米的密度。

9. 权利要求 1 的纸,所述纸还包含至少一种导电填料、抗氧化剂、颜料和催化剂。

10. 权利要求 1 的纸,其中以絮凝物形式将 PIPD 纤维引入纸中。

11. 权利要求 1 的纸,其中以纸浆形式将 PIPD 纤维引入纸中。

12. 权利要求 1 的纸,其中作为 PIPD 絮凝物和 PIPD 纸浆的共混物将 PIPD 纤维引入纸中。

13. 一种结构芯,所述结构芯包含权利要求 1 的纸。

14. 一种蜂窝芯,所述蜂窝芯包含权利要求 1 的纸。

15. 一种折叠纸芯,所述折叠纸芯包含权利要求 1 的纸。

16. 一种印刷电路板,所述印刷电路板包含权利要求 1 的纸。

17. 一种夹层板,所述夹层板包含权利要求 1 的纸。

18. 一种制造纸的方法,所述方法包括:

形成聚吡啶并双咪唑纤维和任选的粘合剂的浆料;并且

在一个或多个步骤除去至少一部分水,以形成纸;

其中所述纸具有 (i)0.08 至 1.5 克/立方厘米的密度,和 (ii)10 至 150 克/平方米的基重,并且在用至少 15%重量酚醛树脂浸渍时,所述纸具有至少 $100 \text{ (N/cm) / (g/m}^2\text{)}$ 的比抗张挺度,其中所述%重量基于纸和树脂的总重量。

19. 权利要求 18 的方法,所述方法还包括在环境温度或升高温度压光形成的纸。

20. 权利要求 18 的方法,其中所述聚吡啶并双咪唑纤维为 PIPD。

PIPD 纸及其制造的组件

[0001] 相关申请交叉引用

[0002] 本申请要求 2005 年 12 月 21 日提交的美国申请 60/753,060 的权益,其公开内容通过引用结合到本文中。

[0003] 发明领域

[0004] 本发明涉及包含聚吡啶并双咪唑纤维和粘合剂物质的纸及由这种纸制造的结构组件。

[0005] 发明背景

[0006] 现在已用芳族聚酰胺纤维制造高性能纸。参见例如美国专利 2,999,788、3,756,908 和 4,472,241。一些芳族聚酰胺纸用树脂浸渍。参见例如美国专利 4,698,267、4,729,921、5,223,094 和 5,314,742。

[0007] 在外层之间作为结构芯的纤维制品一般被称为“夹层板”。一种常用的夹层板为在轻重量箱结构中使用的瓦楞板。另一种芯结构为蜂窝芯。蜂窝芯具有由相互线性粘合到一起的胞壁分隔的多个空心、柱状蜂窝胞。在一些芯结构中使用芳族聚酰胺纤维,以给予所述结构阻燃性、挺度、强度和韧度。参见例如美国专利 5,137,768 和 6,544,622。

[0008] 但仍然需要具有改善性能的结构组件用纸。

[0009] 发明概述

[0010] 在一些实施方案中,本发明涉及一种用作结构组件的纸,所述纸包含 20 至 100% 重量聚吡啶并双咪唑纤维和任选的粘合剂物质,其中所述纸具有 (i)0.08 至 1.5 克/立方厘米的密度,和 (ii)10 至 150 克/平方米的基重,并且在用至少 15% 重量酚醛树脂浸渍时,所述纸具有至少 $100 \text{ (N/cm)} / (\text{g/m}^2)$ 的比抗张挺度,其中所述 % 重量基于纸和树脂的总重量。

[0011] 在某些实施方案中,粘合剂物质为酚醛树脂。其他树脂和沉析纤维、来自不同于聚吡啶并双咪唑聚合物的其他物质的纸浆、热塑性絮凝物和热塑性粉末可用作这种纸的粘合剂物质。

[0012] 一种优选的聚吡啶并双咪唑纤维为 PIPD。在一些实施方案中,纸具有 70 至 90% 重量 PIPD 纤维。

[0013] 一些纸在用酚醛树脂浸渍后具有 $110\text{--}150 \text{ (N/cm)} / (\text{g/m}^2)$ 的比抗张挺度。

[0014] 一些纸具有 1-20 秒的 Gurley Hill 透气度。其他纸具有 5-12 秒的 Gurley Hill 透气度。

[0015] 某些纸具有 0.6-1.2 克/立方厘米的密度。一些纸具有 15 至 65 克/平方米的基重。

[0016] 一些纸还包含至少一种导电填料、抗氧化剂、颜料和催化剂。

[0017] 在一些实施方案中,PIPD 纤维为絮凝物的形式。在其他实施方案中,PIPD 纤维为纸浆的形式。在其他实施方案中,PIPD 纤维为 PIPD 絮凝物和 PIPD 纸浆的共混物。

[0018] 本发明还提供包含本文所述纸的结构芯。一些芯结构为蜂窝芯结构。

[0019] 本发明还涉及折叠纸芯、印刷电路板或包含本文所述纸的夹层板。

[0020] 其他实施方案涉及一种制造纸的方法,所述方法包括形成聚吡啶并双咪唑纤维的浆料,并在一个或多个步骤中除去至少一部分水,以形成纸;其中所述纸具有 (i)0.08 至 1.5 克/立方厘米的密度;(ii)10 至 150 克/平方米的基重;和 (iii)在用酚醛树脂浸渍后至少 100 (N/cm)/(g/m²) 的比抗张挺度。

[0021] 在一些实施方案中,通过从浆料除去一部分水以形成湿纸,然后将湿纸干燥来制造纸。

[0022] 在一些实施方案中,制造纸的方法包括在环境温度或升高温度压光形成的纸片。

[0023] 发明详述

[0024] 在一些实施方案中,本发明涉及一种用作结构组件的纸,所述纸包含 20 至 100% 重量聚吡啶并双咪唑纤维和任选的粘合剂物质,其中所述纸具有 (i)0.08 至 1.5 克/立方厘米的密度,和 (ii)10 至 150 克/平方米的基重,并且在用至少 15% 重量酚醛树脂浸渍时,所述纸具有至少 100 (N/cm)/(g/m²) 的比抗张挺度,其中所述%重量基于纸和树脂的总重量。

[0025] 在一些实施方案中,纸包含 30 至 97% 重量聚吡啶并双咪唑纤维。

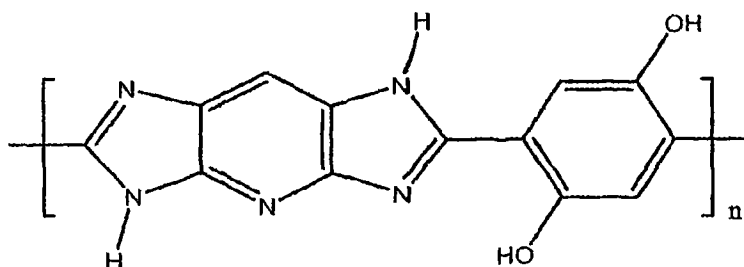
[0026] 按照本发明意图,“纸”为可在造纸机上生产的平纸片,如长网造纸机 (Fourdrenier) 或斜网纸机。在优选的实施方案中,这些纸片一般为包含无规取向短纤维网的薄纤维片,所述短纤维由水悬浮体铺设,并通过其自身的化学作用、摩擦、缠结、粘合剂或其组合结合在一起。

[0027] 本发明的絮凝物是指短段纤维,比切段纤维要短。絮凝物的长度为约 0.5 至约 15mm,直径为 4 至 50 微米,优选长度为 1 至 12mm,直径为 8 至 40 微米。小于约 1mm 的絮凝物不能显著增加其中使用此絮凝物的材料的强度。大于约 15mm 的絮凝物或纤维通常不能充分发挥作用,因为单独的纤维可能缠结,并且不能充分均匀地遍布材料或浆料分布。絮凝物一般通过用常规纤维切割设备将连续初生丝或丝束切割成特定长度的碎毛来制备。这种切割一般没有显著或任何纤维纤维化。

[0028] 沉析纤维为可在纸中用作粘合剂的非粒状、纤维或薄膜状颗粒。它们优选具有高于 320°C 的熔点或分解点。沉析纤维不是纤维,但它们的纤维性在于它们具有由网连接的纤维状区域。沉析纤维具有 0.2-1mm 的平均长度和 5 : 1 至 10 : 1 的最大尺寸与最小尺寸之比。沉析纤维网的厚度尺寸小于 1 或 2 微米,并且一般大约几分之一微米。沉析纤维可在干燥前湿用,并且可沉积为粘合剂物理缠绕在产物的其他成分或组分周围。沉析纤维可由任何方法制备,所述方法包括使用美国专利 3,018,091 所述类型的沉析纤维化设备,其中在一个单一步骤中将聚合物溶液沉淀和剪切。

[0029] 本发明利用聚吡啶并双咪唑纤维。这种纤维由高强度的刚棒聚合物制成。这种纤维的聚吡啶并双咪唑聚合物具有至少 20dl/g 或至少 25dl/g 或至少 28dl/g 的比浓对数粘度。此纤维包括 PIPD 纤维 (也被称为 M5[®]纤维,由聚 [2,6-二咪唑并 [4,5-b :4,5-e] 吡啶亚基 -1,4(2,5-二羟基)亚苯基] 制成)。PIP D 纤维基于以下结构:

[0030]



[0031] 聚吡啶并双咪唑纤维与熟知的市售 PBI 纤维或聚苯并咪唑纤维的区别在于聚苯并咪唑纤维为聚联苯并咪唑 (polybibenzimidazole)。聚联苯并咪唑纤维不是刚棒聚合物，并且与聚吡啶并双咪唑比较，具有低纤维强度和低拉伸模量。

[0032] 已报告 PIPD 纤维能够具有约 310GPa(2100 克 / 旦尼尔) 的平均模量和最多约 5.8GPa(39.6 克 / 旦尼尔) 的平均韧度。这些纤维已由 Brew 等人, Composites Science and Technology 1999, 59, 1109 ; Vander Jagt 和 Beukers, Polymer 1999, 40, 1035 ; Sikkema, Polymer 1998, 39, 5981 ; Klop 和 Lammers, Polymer, 1998, 39, 5987 ; Hageman 等人, Polymer 1999, 40, 1313 描述。

[0033] 制备刚棒聚吡啶并咪唑聚合物的一种方法详细公开于授予 Sikkema 等人的美国专利 5,674,969。聚吡啶并咪唑聚合物可通过干燥成分的混合物与多磷酸 (PPA) 溶液的反应制得。干燥成分可包含生成吡啶并双咪唑的单体和金属粉末。用于制备本发明纤维结构所用刚棒纤维的聚吡啶并双咪唑聚合物应具有至少 25 个且优选至少 100 个重复单元。

[0034] 按照本发明意图, 聚吡啶并咪唑聚合物的相对分子量适合由以下方法表征, 用适合溶剂 (如甲磺酸) 将聚合物产物稀释到 0.05g/dl 聚合物浓度, 并且在 30°C 测定一个或多个稀溶液粘度值。本发明的聚吡啶并咪唑聚合物的分子量发展适合由一个或多个稀溶液粘度测定监测并且与其相关。因此, 相对粘度 (“ V_{rel} ” 或 “ η_{rel} ” 或 “ n_{rel} ”) 和比浓对数粘度 (“ V_{inh} ” 或 “ η_{inh} ” 或 “ n_{inh} ”) 的稀溶液测定一般用于监测聚合物分子量。稀聚合物溶液的相对粘度和比浓对数粘度根据以下表达式关联:

$$[0035] \quad V_{inh} = \ln(V_{rel})/C,$$

[0036] 其中 \ln 为自然对数函数, C 为聚合物溶液的浓度。 V_{rel} 为聚合物溶液粘度与无聚合物的溶剂的粘度的无单位比值, 因此, V_{inh} 用浓度倒数的单位表示, 一般被表示为分升 / 克 (“dl/g”)。因此, 在本发明的某些方面, 所制备聚吡啶并咪唑聚合物的特征为提供一种聚合物溶液, 该溶液在甲磺酸中在 0.05g/dl 的聚合物浓度在 30°C 具有至少约 20dl/g 的比浓对数粘度。由于由本发明得到的较高分子量聚合物得到粘性聚合物溶液, 因此, 在甲磺酸中约 0.05g/dl 聚合物的浓度用于以合理时间量测定比浓对数粘度。

[0037] 本发明所用的生成吡啶并双咪唑的示例单体包括 2,3,5,6-四氨基吡啶和各种酸, 包括对苯二甲酸、双-(4-苯甲酸)、氧基-双-(4-苯甲酸)、2,5-二羟基对苯二甲酸、间苯二甲酸、2,5-吡啶二甲酸、2,6-萘二甲酸、2,6-喹啉二甲酸或其任何组合。生成吡啶并双咪唑的单体优选包括 2,3,5,6-四氨基吡啶和 2,5-二羟基对苯二甲酸。在某些实施方案中, 优选生成吡啶并咪唑的单体经过磷酸化。磷酸化的生成吡啶并咪唑的单体优选在多磷酸和金属催化剂存在下聚合。

[0038] 可用金属粉末帮助建立最终聚合物的分子量。金属粉末一般包括铁粉、锡粉、钒粉、铬粉及其任何组合。

[0039] 可使生成吡啶并咪唑的单体和金属粉末混合,然后使混合物与多磷酸反应,以形成聚吡啶并咪唑聚合物溶液。如果需要,可将另外的多磷酸加入到聚合物溶液。通常将聚合物溶液通过模具或喷丝头挤出或纺丝以制备或纺成长丝。

[0040] PIPD 纸浆对水具有高亲合力,这意味着纸浆具有高水分含量。相信这有助于消除静电作用,静电作用会导致成团和缺陷,这些缺陷通常与不在同等程度吸水且受静电问题困扰的其他高性能纸浆相关。此外,PIPD 纸浆和 PIPD 絮凝物均具有不寻常的自粘合性质,即,只由所述纸浆或只由所述絮凝物形成的纸比现有技术由高性能纤维制成的纸具有意外的更高强度。虽然不想受理论限制,但相信这种较高强度是由于在纸浆和絮凝物的片表面之间存在氢键。

[0041] 制备 PIPD 纸浆可使用本领域技术人员熟悉的常规纸浆制备方法。例如,参见 Handbook for Pulp & Paper Technologists(纸与纸浆技术手册), Smook, Gary A.; Kocurek, M. J.; Technical Association of the Pulp and Paper Industry; Canadian Pulp and Paper Association, 和授予 Haines 等人的美国专利 5,171,402 及 5,084,136。

[0042] 除了 PIPD 纤维外,本发明的纸组合物还包含选自溶液、乳液、悬浮体、粉末、薄片和纤维形式的热固性和热塑性树脂、沉析纤维和来自 PIPD 以外的其他聚合物的纸浆的粘合剂物质。可在造纸过程中或以后将粘合剂物质引入纸组合物。因此,可在造纸过程完成后用树脂溶液、乳液、悬浮体或粉末浸渍已形成的压光纸。

[0043] 在优选的实施方案中,酚醛树脂、环氧树脂或其他树脂容易浸入本发明的纸。受树脂浸渍能力的一种量度由 Gurley Hill 透气度测量的纸透气度表示,这种透气度测量一定体积空气通过纸有多快。

[0044] 相信具有 1-20 秒 Gurley Hill 透气度的本发明的纸很容易由树脂浸渍。在其他实施方案中,具有 5-12 秒 Gurley Hill 透气度的本发明的纸尤其优选。

[0045] 同样,本发明的纸具有 0.08-1.5 克/立方厘米的密度,在一些实施方案中具有 0.6-1.2 克/立方厘米的密度。

[0046] PIPD 纸浆的纸例如由以下方法制造,所述方法包括以下步骤:(a) 制备 PIPD 纸浆的含水分散体;(b) 在造纸模腔中稀释含水分散体;(c) 从含水分散体排水,以便得到湿纸;(d) 使得到的纸脱水并干燥;并且 (e) 对纸进行调理,以用于物理性能测试。

[0047] 本文所述的纸用于结构复合材料。这种纸结构的构造为本领域的技术人员所熟悉。利用本文所述纸的结构包括蜂窝芯结构、折叠纸芯、印刷电路板和夹层板。

[0048] 为了用于结构复合材料,本发明的纸可另外用不同的树脂浸渍。如果在造纸步骤或在造纸步骤之后一些树脂已经作为粘合剂用于纸结构,则另外的树脂可以与第一种树脂相同,或者不同但是相容。

[0049] 试验方法

[0050] 在以下非限制实施例中,用以下试验方法确定不同的报告性质和性能。ASTM 指美国材料试验学会。TAPPI 指纸浆与造纸工业技术协会。

[0051] 纸的厚度和基重相应根据 ASTM D 645 和 ASTM D 646 测量。厚度测量值用于纸表观密度的计算。

[0052] 纸的密度(表观密度)根据 ASTM D 202 测定。

[0053] 本发明的纸和复合材料的抗张强度和模量根据 ASTM D828 在 Instron 类型试验机

上测定,使用试样为 2.54cm 宽,18cm 标距长度。

[0054] 纸浆的加拿大标准游离度 (CSF) 为可排出纸浆的稀释悬浮体的速率的量度,根据 TAPPI Test Method T 227 测定。

[0055] 纤维长度根据 TAPPI Test Method T271 用 OpTestEquipment Inc. 制造的 Fiber Quality Analyzer (纤维质量分析仪) 测量。

[0056] 纸的 Gurley 空气透气度 (阻力) 根据 TAPPI T 460, 利用 1.22kPa 压差, 对约 6.4 平方厘米圆形纸面积测量由秒 /100 毫升汽缸排量表示的空气阻力进行测定。

[0057] 本发明的纸的抗张挺度根据 ASTM D 828 在 Instron 类型试验机上测定, 使用试样为 2.54cm 宽, 18cm 标距长度。比抗张挺度由纸的抗张挺度除以基重计算数学定量。

[0058] 实施例

[0059] 实施例 1-3 说明含纸浆形式 PIPD 纤维的纸的制备和性能。其组成包含 PIPD 纸浆的所有纸的抗张强度满足以下边界公式:

[0060] 抗张强度 $\geq 0.00057X*Y$,

[0061] 其中 X 为纸全部固体中 PIPD 纸浆的体积部分 (%), Y 为纸的基重 (g/m^2)。基于 PIPD 纸浆纸的高强度在造纸和纸进一步处理为最终应用带来显著优点 (可达到较轻基重和 / 或使用更简单和更廉价设备)。在造纸步骤仍然可使用其他粘合剂, 如实施例 3 所示, 其中聚间芳酰胺沉析纤维作为这种粘合剂。然而, 在基于 PIPD 纤维的纸的情况下, 这是任选而不是绝对必要的。

[0062] 实施例 4-6 说明基于实施例 1-3 形成的纸的压光纸的制备。对于很多复合应用, 需要高密度纸, 而压光是达到这种密度的一种方法。

[0063] 实施例 7-9 说明 (具有相对较少树脂含量) 的树脂浸渍纸, 这种纸基于 PIPD 纸浆及其具有聚对芳酰胺絮凝物的组合物。在比较实施例 A 中描述了基于聚对芳酰胺絮凝物和聚间芳酰胺沉析纤维的市售组合物的树脂浸渍纸。可以看到, 在近似相同树脂含量, 基于 PIPD 纸浆的纸提供相同或更高挺度和更高强度。

[0064] 比较实施例 A 显示, 在此情形在纸组合物中甚至比实施例 9 更高的聚对芳酰胺絮凝物含量, 树脂浸渍纸片的挺度和强度仍然比实施例 9 的纸低。

[0065] 实施例 1

[0066] 将 3.2g (干燥重量) 具有约 200ml CSF 的 PIPD 纸浆与 300ml 水放入 Waring 混合器中, 并搅拌 1 分钟。将分散体倒入约 21×21cm 手抄纸模具中, 并与另外 5000g 水混合。形成湿铺纸片。将纸片放在两片吸墨纸之间, 用擀棒以手横压, 并在 190℃ 手抄纸干燥器中干燥。最终纸的组成和性质显示于表 1 中。

[0067] 实施例 2

[0068] 将 1.6g (干燥重量) 具有约 300ml CSF 的 PIPD 纸浆与 800ml 水放入 Waring 混合器中, 并搅拌 1 分钟。将 1.6g 聚对芳酰胺絮凝物与约 2500g 水放入实验室纸浆离解机中, 并搅拌 3 分钟。聚对芳酰胺絮凝物为具有约 0.16 特克斯线密度和约 0.67cm 切段长度的聚 (对苯二甲酰对苯二胺) 絮凝物 (由 E. I. de Pont de Nemours and Company 以商标 KEVLAR[®] 49 售出)。

[0069] 将两种分散体一起倒入约 21×21cm 手抄纸模具中, 并与另外 5000g 水混合。形成湿铺纸片。将纸片放在两片吸墨纸之间, 用擀棒以手横压, 并在 190℃ 手抄纸干燥器中干燥。

最终纸的组成和性质显示于表 1 中。

[0070] 实施例 3

[0071] 将 0.64g(干燥重量)具有约 300ml CSF 的 PIPD 纸浆与 800ml 水放入 Waring 混合器中,并搅拌 1 分钟。将 2.24g 聚对芳酰胺絮凝物和 0.32g(干燥重量)具有约 40ml CSF 的从未干燥过的聚间芳酰胺沉析纤维与约 2500g 水放入实验室纸浆离解机中,并搅拌 3 分钟。聚对芳酰胺絮凝物为具有约 0.16 特克斯线密度和约 0.67cm 切段长度的聚(对苯二甲酰对苯二胺)絮凝物(由 E. I. de Pont de Nemours and Company 以商标 KEVLAR® 49 售出)。聚间芳酰胺沉析纤维由聚(间苯二甲酰间苯二胺)制备,如美国专利 3,756,908 所述。

[0072] 将两种分散体一起倒入约 21×21cm 手抄纸模具中,并与另外 5000g 水混合。形成湿铺纸片。将纸片放在两片吸墨纸之间,用擀棒以手横压,并在 190℃ 手抄纸干燥器中干燥。最终纸的组成和性质显示于表 1 中。

[0073] 实施例 4-6

[0074] 干燥后,在约 300℃ 温度和约 1200N/cm 线压力,在金属-金属压光机的辊隙中分别压光实施例 1-3 制备的纸样品。最终纸的性质显示于表 1 中。

[0075] 实施例 7-9

[0076] 制备树脂浸渍纸,制法是用溶剂基酚醛树脂(PLYOPHEN23900,购自 Durez Corporation)浸渍得自实施例 4-6 的纸,随后用吸墨纸从表面除去过量树脂,并且如下通过温度坡升在烘箱中固化:从室温加热到 82℃,在此温度保持 15 分钟,使温度升高到 121℃,在此温度保持另外 15 分钟,使温度升高到 182℃,并在此温度保持 60 分钟。最终浸渍纸的性质显示于表 2 中。

[0077] 比较实施例 A

[0078] 将 0.64g(干燥重量)具有约 40ml CSF 的聚间芳酰胺沉析纤维和 2.56g 聚对芳酰胺絮凝物与约 2500g 水放入实验室纸浆离解机中,并搅拌 3 分钟。聚间芳酰胺沉析纤维由聚(间苯二甲酰间苯二胺)制备,如美国专利 3,756,908 所述。聚对芳酰胺絮凝物与实施例 2 相同。将分散体倒入约 21×21cm 手抄纸模具中,并与另外 5000g 水混合。形成湿铺纸片。将纸片放在两片吸墨纸之间,用擀棒以手横压,并在 190℃ 手抄纸干燥器中干燥。随后,在约 300℃ 温度和约 1200N/cm 线压力,在金属-金属压光机的辊隙中将纸压光。并如实施例 7-9 所述用酚醛树脂浸渍。最终浸渍纸的组成和性质显示于表 2 中。

[0079] 表 1- 基重 68g/m² 的纸样品的性质

[0080]

实施例	纸组成, %重量			纸密度 g/cm ³	固体中PIPD 纸浆的%体积	边缘强度, N/cm	纸的抗张强 度, N/cm
	PIPD 纸浆	聚对芳酰胺 絮凝物	聚间芳酰胺 沉析纤维				
1	100	--	--	0.36	100	3.85	4.90
2	50	50	--	0.22	45.9	1.77	3.68
4	100	-	-	1.16	100	--	9.22
5	50	50	-	1.02	45.9	-	9.49
3	20	70	10	0.20	17.0	0.66	5.8
6	20	70	10	1.00	17.0	----	21.7

[0081] 表 2- 基于 68g/m² 压光纸的树脂浸渍复合纸片的性质

[0082]

实施例	纸组成, %重量			复合材料中 树脂含量, %重量	比抗张挺度, (N/cm)/(g/m ²)	抗张强度, N/cm
	PIPD纸浆	聚对芳酰胺 絮凝物	聚间芳酰胺 沉析纤维			
7	100	--	---	15	74	114
8	50	50	--	26	98	109
9	20	70	10	23	113	87
比较实 施例A	---	80	20	21	77	58