

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：P6135657

※申請日期：P6.P.26

※IPC 分類：09J 13/00, (2006.01)
08F 7/22, (2006.01)
D04H 1/60 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

用於不織布纖維網的自交聯醋酸乙烯酯-乙烯聚合物黏合劑

SELF-CROSSLINKING VINYL ACETATE-ETHYLENE POLYMERIC
BINDERS FOR NONWOVEN WEBS

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

氣體產品聚合物有限公司 / AIR PRODUCTS POLYMERS, L.P.

代表人：(中文/英文) 約翰·M·塔卡 / John M. Tacca

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國賓州艾倫鎮漢彌爾頓大道 7201 號

7201 Hamilton Boulevard, Allentown, PA 18195-1501, US

國籍：(中文/英文) 美國 / U.S.A.

三、發明人：(共 4 人)

姓名：(中文/英文)

1. 約翰·約瑟·拉巴斯可 / RABASCO, JOHN JOSEPH
2. 約翰·理查·波義蘭 / BOYLAN, JOHN RICHARD
3. 丹尼斯·沙格爾 / SAGL, DENNIS
4. 羅納多·柏納·瓊斯 / JONES, RONALD BERNAL

國籍：(中文/英文) 1.~4.美國 / U.S.A.

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：

美國；2006/09/29；11/540,299

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

本發明涉及一種包含以包含醋酸乙烯酯、乙烯、和一種交聯性單體的乳化聚合單元的聚合物黏合劑黏結在一起的纖維的不織布纖維網的不織布產品的改進。

先前技術

不織布纖維網在許多終端用途上得到應用，包括紙巾、可拋式尿布、濾料製品、可拋式抹布等。不織布產品或織物包含用粘合劑、聚合物或聚合物黏合劑黏結在一起的纖維的、鬆散裝配的纖維網或物料。纖維通常包含纖維素材料或聚合物材料，例如聚酯、聚醯胺、聚丙烯酸酯類等。聚合物黏合劑要施用的不織布纖維的基礎纖維網可以用梳理、扯鬆、氣流成網、造紙程式、或其他已知作業生產。用聚合物黏合劑使到位的纖維黏結比使用慣常的紡織形成機織織物低廉得多，而且黏結的不織布織物可以以大得多的厚度/單位重量範圍、更均勻的結構、無拆散趨勢、更大的吸水性、孔隙度、和回彈性來製造。

導致可接受不織布產品的兩個主要因素是該不織布產品的濕拉伸強度和“手感”。個人護理用品例如薄棉紙、手工擦拭物和衛生巾必須有足夠的濕拉伸強度，以便濕時保持原樣或當與皮膚接觸時保持足夠柔軟或手感。然而，爲了達到所希望的或足夠的濕拉伸強度，慣例是提高聚合物的乾拉伸強度或使用較高加入量水平的聚合物黏合劑。

不織布產品的較高乾拉伸強度傾向於賦予該產品以硬挺性或硬度，並使該不織布產品變得觸摸起來不舒適。較高加入量水平的聚合物黏合劑因而是所不希望的，這是由於該產品的“手感”和使用較大數量的聚合物黏合劑的成本的緣故。

業內一直有一種提高不織布產品的濕拉伸強度與其乾拉伸強度的相對比例的措施，而且不織布產品的乾拉伸強度一般僅次於其濕拉伸強度。濕/乾拉伸強度比高的產品是所希望的，因為它一般使得聚合物在不織布產品中的加入量水平較低，從而改善該產品的“手感”和降低製造成本而不犧牲濕強度。

摻入了自交聯單體、基於醋酸乙烯酯-乙烯主鏈的聚合物黏合劑已經廣泛用於不織布行業。該聚合物中的乙烯給該產品提供柔軟性而且是低成本的。但該產品的柔軟性往往以犧牲濕拉伸強度為代價而達到。提高該聚合物中可自交聯單體的水平往往不是一種提高濕強度的可行方案。針對這一背景，不織布行業希望得到在慣常加入量水平上有提高濕/乾拉伸強度比的自交聯醋酸乙烯酯-乙烯系聚合物。

用於生產不織布產品的各種醋酸乙烯酯系黏合劑組合物的代表包括：

US 3,081,197 (Adelman, 1963) 公開一種不織布織物黏合劑，包含醋酸乙烯酯聚合物、適合用來作為內可塑劑的可聚合化合物例如丙烯酸丁酯和馬來酸二丁酯、和一種可後硬化共聚單體例如 N-羥甲基丙烯醯胺。這些黏合劑可

以通過這些單體在含有非離子型、陰離子型或陽離子型分散劑的水分散液系中的共聚製備。

US 6,562,892 (Eknoian 等, 2003) 公開有 >55 wt% 乙烯的乙烯-醋酸乙烯酯乳化聚合物, 該聚合物是水可分散的, 但不可分散於含有 0.5% 或更多無機鹽的水溶液中, 而且是用一種親水聚合物膠體穩定的。該親水聚合物膠體含有至少一種親水單體。該親水單體可以是一種含有羧酸例如一羧酸或二羧酸、磺酸、或磷酸基的酸性單體。

US 3,137,589 (Mannheim 等, 1964) 公開的黏合劑包含氮上有至少一個羥甲基取代的 α, β -不飽和羧醯胺和另一種不飽和可聚合化合物的共聚物。

US 3,380,851 (Lindemann 等, 1968) 公開的黏合劑包含醋酸乙烯酯-乙烯-N-羥甲基丙烯醯胺的共聚物。乙烯含量是 5~40 wt%。

US 4,449,978 (Iacoviello, 1984) 公開了從用一種黏合劑黏結在一起的纖維的不織布纖維網形成的不織布產品, 該黏合劑包含醋酸乙烯酯、乙烯、N-羥甲基丙烯醯胺、和丙烯醯胺單體的共聚物。所報告的不織布產品有低殘留游離甲醛含量和良好拉伸性能。

US 5,540,987 (Mudge 等, 1996) 公開了不織布產品用無甲醛和少甲醛的醋酸乙烯酯-乙烯黏合劑的生成。這些黏合劑是使用一種基於有機過氧化物和抗壞血酸的引發劑體系通過乳化聚合生成的。交聯劑對於少甲醛的不織布織物而言可以是 N-羥甲基丙烯醯胺, 而對於無甲醛不織布織物

而言可以是 N-異丁氧甲基丙烯醯胺。

US 2003/0232559A1 (Goldstein 等, 2003) 公開的黏合劑型聚合物黏合劑包含一種含有醋酸乙烯酯、乙烯、氯乙炔、和自交聯單體的聚合單元的聚合物。

發明內容

本發明涉及一種改善的不織布產品，該產品包含一種用聚合物黏合劑黏結的纖維的不織布纖維網，該黏合劑是用乳化聚合法生成且包含醋酸乙烯酯、乙烯、和交聯性單體的。導致改善的濕拉伸強度的不織布產品的改善包含：

採用一種臨界微膠粒濃度 (CMC) 為約 0.5~3 wt%、較好約 1~2 wt% 的界面活性劑作為所述乳化聚合法中的穩定劑。在一種較好的實施方案中，以該聚合物的總重量為基準，該界面活性劑在所述乳化聚合法中的採用量一般 < 1 wt%。

用這些摻入了低界面活性劑、醋酸乙烯酯/乙烯系乳化聚合物的不織布產品可以達到顯著優點，這些包括：

當存在時能改善不織布產品用乳化聚合可交聯醋酸乙烯酯-乙烯乳化聚合物技術，其中在合理塗層重量時賦予含纖維素纖維網以高濕拉伸強度和優異吸收速率；和

當存在時能通過提供紙應用的自交聯醋酸乙烯酯-乙烯-氯乙炔黏合劑來改善乳化聚合可交聯醋酸乙烯酯-乙烯乳化聚合物技術。

實施方式

本發明涉及一種不織布產品的改善，該產品包含一種以足以形成自持續纖維網的數量的、通過乳化聚合生成的乳化聚合物黏結在一起的纖維的不織布纖維網。該聚合物黏合劑包含醋酸乙烯酯、乙烯、和交聯性單體的聚合單元。該不織布產品的改善寓於聚合物黏合劑，其中該聚合物的乳化聚合中採用的穩定劑是一種 CMC 為 0.5~3 wt%、較好約 1~2 wt% 的界面活性劑。CMC 是界面活性劑在溶液中的濃度，在該濃度以上微膠粒的形成會發生。

在較好的實施方案中，以聚合物的總重量為基準，乳化聚合中界面活性劑的採用量一般 <1 wt%、較好 <0.8 wt%。可以使用更高水準的界面活性劑，例如以該聚合物的總重量為基準可高達 2~2.5 wt%，但更高水準界面活性劑導致更高成本而不提供顯著的優點。

醋酸乙烯酯系乳化聚合物一般包含 3~30 wt% 範圍內的乙烯聚合單元、1~10 wt%、較好 3~6 wt% 交聯性單體聚合單元、且該聚合物的其餘部分是醋酸乙烯酯。典型地，該聚合物中乙烯的水平是能使該聚合物的玻璃化為約 5~20°C 的水平。

適合於生成該聚合物或聚合物黏合劑的交聯性單體包括 N-羥甲基丙烯醯胺 (NMA)；NMA 與丙烯醯胺典型地以 50/50 摩爾比的混合物—往往簡稱為 MAMD；丙烯醯胺基丁醛；二甲基乙縮醛；二乙基乙縮醛；丙烯醯胺基乙醇酸；甲基丙烯醯胺基乙醇酸甲酯；異丁基羥甲基丙烯醯胺等。

NMA 和 MAMD 是商業選擇的交聯劑。

在本文中所述不織布物品用聚合物的乳化聚合中可以採用其他共聚單體。可以摻入該聚合物中的共聚單體的數量的實例，以該聚合物的總重量為基準，是約 0.5~10 wt% 和 3~8 wt%。共聚單體的實例包括氯乙烯，(甲基)丙烯酸 C₁₋₈ 酯例如丙烯酸丁酯和 2-乙基己酯，乙烯基 C₈₋₁₂ 脂肪族酯例如有支鏈烷烴羧酸乙烯酯，和羧酸例如 (甲基) 丙烯酸。若採用一種或多種單體則氯乙烯是較好的共聚單體，因為它在不織布產品中提供較高的濕拉伸強度而且它也提供某種耐燃性能。

提高不織布物品的濕拉伸強度的關鍵之一就在於該乳化聚合的聚合物黏合劑生成時所採用的穩定體系。雖然在乳化聚合的醋酸乙烯酯系聚合物的傳統生成方式中使用了多種多樣的界面活性劑例如非離子型的、陰離子型的和陽離子型的，但也傳統的是以顯著水平例如以該聚合物的總重量為基準 2~3 wt% 採用這些界面活性劑。已經發現，所得到不織布產品的顯著效益只要進行醋酸乙烯酯系聚合物的浮液聚合的人使用 CMC 為 0.5~3 wt%、較好約 1~2 wt% 的界面活性劑就能實現。也較好的是，人們採用 < 約 1 wt% 界面活性劑。界面活性劑的數量，以該乳化聚合過程中聚合物的總重量為基準，也可以 < 0.8 wt%、或 0.4~0.8 wt%。該乳化聚合物中採用的穩定劑的最小數量應當是一種足以形成穩定乳液的數量。有所述 CMC 的界面活性劑的使用允許乳化聚合中較低的界面活性劑水平而不犧牲穩定性，而

且它允許產生一種能賦予該不織布產品以更高濕強度的聚合物。

CMC 為 0.5~3 wt% 的界面活性劑的實例包括磺基琥珀酸鈉二己酯、硫酸 2-乙基己酯鈉、磺基琥珀酸異丁酯鈉、磺基琥珀酸二戊酯鈉、磺基琥珀酸二環己酯鈉、和磺基琥珀酸二異丙基萘酯鈉。磺基琥珀酸鈉二己酯是較好的界面活性劑。

也較好的是，在該聚合過程中，除使用以上所述界面活性劑外，也將一種可共聚穩定性單體摻入該聚合物中。穩定性單體的實例包括功能單體，例如 2-丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸 (AMPS) 或乙烯磺酸鈉 (SVS)。該可共聚穩定性單體，以該聚合物的重量為基準，可以在 0.5~5 wt%、較好 0.5~2 wt% 範圍內的水平上使用。

在不織布產品的形成中，起始層或物料可以通過任何一種能將纖維沈積或配置成一個纖維網或層的慣常技術形成。這些技術包括梳理、扯鬆、氣流成網等。用這些技術中一種或多種形成的個體纖維網或薄層也可以進行層壓，以提供一種用於轉化成織物的較厚層。典型地，這些纖維在與該織物的主平面總體上對齊的多個不同方向上延伸、互相重疊、交叉、和支撐，形成一種開放式多孔結構。當提到“纖維素”纖維時，指的是那些主要含有 $C_6H_{10}O_5$ 原子團的纖維。因此，該起始層中要使用的纖維的實例是天然纖維素纖維例如木漿、棉花、和大麻以及合成纖維素纖維例如嫻縲、和再生纖維素。通常，該纖維性起始層含有

至少 50%纖維素纖維，無論它們是天然的、還是合成的、或是其組合。通常，該起始層中的纖維可以包含天然纖維例如毛、或黃麻；人造纖維例如乙酸纖維素酯；合成纖維例如聚醯胺、尼龍、聚酯、丙烯酸類樹脂、聚烯烴、即聚乙烯、聚氯乙烯、聚胺基甲酸酯等單獨或彼此組合。該纖維性起始層進行若干種黏結作業類型中至少一種以使個體纖維錨固在一起，從而形成一種自持纖維網。一些更好的已知黏結方法是總體浸漬、或給該纖維網印刷間歇的或連續的直線或波紋線或區域的黏合劑，這些線或區域總體上橫跨或斜跨該纖維網而且當希望時還沿該纖維網延伸。

施用到該纖維性起始纖維網上以乾重計的聚合物黏合劑數量一般是該起始纖維網的約 3 wt%或更多，而且可以在約 10 wt%~約 100 wt%範圍內，更好在該起始纖維網的約 10 wt%~約 30 wt%範圍內，因所希望的性能而異。然後使該浸漬的纖維網乾燥、硬化。例如，讓塗布的纖維網適當地乾燥，即使其通過一台烘箱等、然後通過一台硬化爐。達到最佳交聯的典型條件是足夠的時間和溫度，例如在 65°C~90°C 乾燥 4~6 分鐘、隨後在 150°C~155°C 硬化 3~5 分鐘或以上。然而，如業內眾所周知的，可以採用其他時間-溫度關係，例如使用在較高的溫度下較短的時間或較低的溫度下較長的時間。

以下實施例是為說明本發明的各種實施方案而提供的，且無意限制其範圍。

實施例 1 使用磺基琥珀酸鈉二己酯界面活性劑的醋酸乙烯酯、乙烯、和 NMA 的不織布織物黏合劑

向一台一加侖不銹鋼壓力反應器中加入以下混合物：

材料	加入質量，g
去離子水	900
Aerosol®MA-80-I 界面活性劑	8.8
乙酸鈉	0.5
硫酸亞鐵銨 (1%)	2.0
醋酸乙烯酯	262.5
乙烯	225

Cytec Industries 公司供應的 Aerosol MA-80-I 界面活性劑是磺基琥珀酸鈉二己酯，其 CMC 為 1.2~1.6 wt% 該界面活性劑。

在硫酸亞鐵銨和乙酸乙酯添加之前，添加乙酸將 pH 調整至 4.5。

利用以下延遲混合物：

材料	加入質量，g
含有 1.33 wt% 碳酸氫鈉的 3.75 wt% 過硫酸鈉水溶液	121.99
2.25 wt% 異坑壤血酸鈉水溶液	122.19
醋酸乙烯酯	1440
含有 200 g NMA (48%)、100 g Lubrizol® 2403 (50%) 和 84 g 去離子水的水溶液	348

NMA 系指 N-羥甲基丙烯醯胺。

Lubrizol 公司供應的 Lubrizol 2403 是 2-丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸，俗稱為 AMPS。

在氮氣保護下開始以 300 rpm 攪拌。然後將攪拌提高到 900 rpm 並將反應器加熱至 55°C。該反應器用 225 g 乙烯加壓 (675 psig; 4755 KPa) 緊接著一段平衡期之後，通過以 0.40 g/min 添加過硫酸鈉溶液和以 0.40 g/min 添加異抗壞血酸鈉溶液引發聚合。引發時，醋酸乙烯酯延遲以 8.8 g/min 開始，NMA 延遲以 2.16 g/min 開始，並在隨後 30 分鐘內使反應溫度升高到 85°C。調整過硫酸鈉和異抗壞血酸鈉氧化還原速率，以期維持適當聚合速率。在醋酸乙烯酯和 NMA 延遲完成之後，使氧化還原速率逐步提高，以推動未反應醋酸乙烯酯水平達到 2 wt% 以下。醋酸乙烯酯延遲完成之後 5 分鐘，用 25 分鐘時間使反應器溫度下降至 55°C。然後，將反應器內容物轉移到一個脫氣容器中，並添加 1 g Colloid 675 消泡劑。測定所得到的乳化聚合物的下列性能：

固體 (wt%)	57.1
T _g 開始 (°C)	16.57
黏度 (60/12 rpm)(cps)	558/790
100/325 目凝塊 (ppm)	66/33
加速沉降 (%)	0.5
pH	4.7

以聚合物的總重量為基準的各成分百分率計算值為：
82.7%醋酸乙烯酯，10.9%乙烯，4.2% NMA，2.2% AMPS，
和 0.4% 界面活性劑。

實施例 2 使用磺基琥珀酸鈉二辛酯的醋酸乙烯酯、乙
烯、和 NMA 的不織布織物黏合劑

重複實施例 1 的程式，所不同的是，為了比較目的，在
該聚合物黏合劑的生產中用 Aerosol[®] A-102 界面活性劑和
Rhodacal[®] DS10 界面活性劑代替 Aerosol MA-80-I 界面活
性劑。Aerosol A-102 界面活性劑和 Rhodacal DS10 界面活
性劑常用於製備適合於不織布產品的醋酸乙烯酯系聚合
物，其 CMC 為約 0.08~0.12 wt%。

向一台一加侖不銹鋼壓力反應器中加入以下混合物：

材料	加入質量，g
去離子水	900
Aerosol A-102 界面活性劑	13.5
Rhodacal DS10 界面活性劑	2.7
乙酸鈉	0.5
硫酸亞鐵銨 (1%)	2.0
醋酸乙烯酯	262.5
乙烯	225

Cytec 公司供應的 Aerosol A-102 界面活性劑是磺基琥珀
酸的二鈉乙氧基化醇[C₁₀₋₁₂]半酯。

Rhodia 公司供應的 Rhodacal DS10 是十二烷基苯磺酸
鈉，其 CMC 為約 0.08~0.1 wt%。

在添加硫酸亞鐵銨和醋酸乙烯酯之前，通過添加乙酸將 pH 調整至 4.5。

利用以下延遲混合物：

材料	加入質量，g
含有 4.0 wt% 碳酸氫鈉的 3.75 wt% 過硫酸鈉水溶液	300.0
2.25 wt% 異抗壞血酸鈉水溶液	300.0
醋酸乙烯酯單體	1600.0
含有 200 g NMA (48%)、100 g Lubrizol 2403 (50%)、83 g 去離子水、和 1.0 g 甲氧基苯酚的水溶液	295

在氮氣吹掃下開始以 300 rpm 攪拌。然後使攪拌提高到 900 rpm，並將反應器加熱到 55°C。在用 225 g 乙烯使反應器加壓 (741 psig; 5211 kPa) 緊接著一段平衡期之後，通過添加 0.40 g/min 的過硫酸鈉溶液和 0.40 g/min 的異抗壞血酸鈉引發聚合。引發時，以 10.6 g/min 開始醋酸乙烯酯延遲、以 2.49 g/min 開始 NMA 延遲、並在隨後 30 分鐘內使反應器溫度升高到 85°C。調整過硫酸鈉和異抗壞血酸鈉氧化還原速率，以期維持適當聚合速率。在醋酸乙烯酯和 NMA 延遲完成之後，使氧化還原速率逐步提高，以推動未反應醋酸乙烯酯水平達到 2 wt% 以下。AMPS/NMA 延遲完成之後 5 分鐘，用 25 分鐘時間使反應器溫度降低到 50°C。

然後將反應器內容物轉移到一個脫氣容器中，並添加 1 g Rhodoline 675 消泡劑。測定了所得到乳化聚合物的以下性能：

固體 (wt%)	54.7
T _g 開始 (°C)	15.61
黏度 (60/12 rpm)(cps)	246/398
100/325 目凝塊 (ppm)	67/35
加速沉降 (%)	1.0
pH	4.9

以聚合物總重量為基準的各成分百分率計算值為：82.2% 醋酸乙烯酯，11.8% 乙烯，4.0% NMA，2.0% AMPS，和 0.9% 界面活性劑。

實施例 3 使用磺基琥珀酸鈉二己酯界面活性劑的醋酸乙烯酯、乙烯、氯乙烯、和 NMA 的不織布織物黏合劑。

重複實施例 1 的程式，所不同的是，在該乳化聚合中包括氯乙烯。這裏的目的是要確定氯乙烯在該聚合物中的包括是否可以有效地改善用於不織布產品中時的濕/乾強度比。

向一台一加侖不銹鋼壓力反應器中加入以下混合物：

材料	加入質量，g
去離子水	1000
Aerosol MA-80-I	12
乙酸鈉	0.5
硫酸亞鐵銨 (1%)	2.0
醋酸乙烯酯	262
氯乙烯	25
乙烯	225

在添加硫酸亞鐵銨、醋酸乙烯酯、和氯乙烯之前，通過添加乙酸將 pH 調整到 4.5。

利用以下延遲混合物：

材料	加入質量，g
含有 1.33% 碳酸氫鈉的 3.75 wt% 過硫酸鈉水溶液	191
2.25 wt% 異抗壞血酸鈉水溶液	191
醋酸乙烯酯	1295
氯乙烯	144
水溶液，含有 270 g NMA(48%)， 60 g Lubrizol 2403(50%)， 53 g 去離子水，和 1 g 對甲氧基苯酚	295

在氮氣吹掃下開始以 300 rpm 攪拌。然後使攪拌提高到 900 rpm 並將反應器加熱到 55°C。在用 225 g 乙烯使反應器加壓 (691 psig; 4866 kPa) 隨後一個平衡期之後，添加 0.40 g/min 的過硫酸鈉溶液和 0.40 g/min 的異抗壞血酸鈉溶液使該聚合引發。引發時，以 10.8 g/min 開始醋酸乙烯酯延遲、以 2.46 g/min 開始 NMA 延遲、以 1.2 g/min 開始氯乙烯延遲，並在隨後 30 分鐘內使反應器溫度升高到 85°C。調整過硫酸鈉和異抗壞血酸鈉氧化還原速率，以期維持適當聚合速率。在醋酸乙烯酯、NMA、和氯乙烯延遲完成之後，使氧化還原速率逐步提高，以推動未反應醋酸乙烯酯水平達到 2 wt% 以下。醋酸乙烯酯延遲完成之後 20 分鐘，用 25 分鐘時間使反應器溫度降低到 55°C。然後將反應器內容物轉移到一個脫氣容器中，添加 1 g Rhodoline 675 消泡劑。測定了所得到乳化聚合物的下列性能：

固體 (wt%)	54.8
T _g 開始 (°C)	18.6
黏度 (60/12 rpm)(cps)	296/480
100/325 目凝塊 (ppm)	22/46
加速沉降 (%)	1.0
pH	4.2

以聚合物總重量為基準的各成分百分率的計算值為：
75.1% 醋酸乙烯酯，10.8% 乙烯，8.1% 氯乙烯，4.8% NMA，
1.1% AMPS，和 0.6% 界面活性劑。

實施例 4 使用磺基琥珀酸鈉二己酯界面活性劑的醋酸
 乙烯酯、乙烯、氯乙烯、和 NMA 的不織布織物黏合劑

重複實施例 3 的程式，所不同的是，將所有 VCI 都延
 遲到該反應中。該 VCI 無一是間歇式的，而在實施例 1 中
 該 VCI 的一部分是間歇式的。

向一台一加侖不銹鋼壓力反應器中加入以下混合物：

材料	加入質量，g
去離子水	1000
Aerosol MA-80-I	12
乙酸鈉	0.5
硫酸亞鐵銨 (1%)	2.0
醋酸乙烯酯	262
乙烯	250

在添加硫酸亞鐵銨和醋酸乙烯酯之前，添加乙酸將 pH
 調整到 4.5。

利用下列延遲混合物：

材料	加入質量，g
含有 1.33 wt%碳酸氫鈉的 3.75 wt%過硫酸鈉水溶液	177
2.25 wt%異抗壞血酸鈉水溶液	179
醋酸乙烯酯	1295
氯乙烯	144
水溶液，含有 230 g NMA(48%)， 60 g Lubrizol 2403(50%)， 94 g 去離子水	295

在氮氣吹掃下開始以 300 rpm 攪拌。然後將攪拌提高到 900 rpm、將反應器加熱到 55°C。在用 250 g 乙烯使反應器加壓 (749 psig; 5266 KPa) 隨後一個平衡期之後，添加 0.40 g/min 的過硫酸鈉溶液和 0.40 g/min 的異抗壞血酸鈉使該聚合引發。在引發時，以 10.8 g/min 開始醋酸乙烯酯延遲、以 2.46 g/min 開始 NMA 延遲、以 1.2 g/min 開始氯乙烯延遲，並在隨後 30 分鐘內使反應器溫度升高到 85°C。調整過硫酸鈉和異抗壞血酸鈉氧化還原速率，以期維持適當聚合速率。在醋酸乙烯酯、NMA、和氯乙烯延遲完成之後，使氧化還原速率逐步提高，以推動未反應醋酸乙烯酯水平達到 2 wt% 以下。醋酸乙烯酯延遲完成之後 25 分鐘，用 25 分鐘時間使反應器溫度降低到 50°C。然後將反應器

內容物轉移到一個脫氣容器中，添加 1 g Rhodoline 675 消泡劑。測定所得到乳化聚合物的下列性能：

固體 (wt%)	55.8
T _g 開始 (°C)	15.1
黏度 (60/12 rpm)(cps)	294/455
100/325 目凝塊 (ppm)	38/10
加速沉降 (%)	3.0
pH	4.4

以聚合物總重量為基準的各成分百分率計算值為：75.6%醋酸乙烯酯，12.1%乙烯，7.0%氯乙烯，4.1% NMA，1.1% AMPS，和 0.6 表面活性劑。

實施例 5 不織布纖維網中聚合物黏合劑的評估

實施例 1~4 的黏合劑進行了不織布纖維素基材上的拉伸性能評估，並與商品醋酸乙烯酯系聚合物即商業上用於生產不織布產品的 AIRFLEX® 192 聚合物乳液比較。AIRFLEX 192 是一種自交聯性醋酸乙烯酯-乙烯 (VAE) 聚合物，其 VAE/NMA 組成與實施例 1 的聚合物的類似性在於它有約 10~12°C 的 T_g。AIRFLEX 192 聚合物乳液中採用的穩定劑包含一種界面活性劑，其採用量以該聚合物的重量為基準是約 2~2.5%，CMC 為約 0.08~0.12 wt%。

高性能不織布纖維網的形成方法包含：用要麼噴塗施用方法要麼印刷施用方法將一種水性聚合物乳狀液施用到一種纖

維素系不織布纖維網上，脫除過量的水；用有效量氯化銨催化劑使可交聯聚合物交聯並加熱以確保完全反應。黏結的基材隨後進行調理、切割成均勻條狀物、在一台機械拉伸試驗機例如 Instron 上測試其乾拉伸性能和濕拉伸性能。

在本文中所述的材料評估中使用以下程式。該黏合劑配方的組成爲：本文中所述的一種乳化聚合物組合物，水，作爲該自交聯反應的催化劑的 1%（固體，以固體計）氯化銨（ NH_4Cl ），和少量潤濕界面活性劑。該黏合劑組合物稀釋到 10% 固體，並均勻噴塗到纖維素與低溶點雙組分纖維的 85:15 摻合物的氣流成網纖維網（供應時單位面積重量 75 g/m^2 ）上。黏合劑的目標加入量是 $20 \text{ wt}\% \pm 2 \text{ wt}\%$ 。噴塗的纖維網在一台 Mathis LTE 通過式熱空氣箱中於 160°C 乾燥和硬化 3 分鐘。

測試方法類似於工業標準，例如 ASTM-D1117（紙和紙板的強度的機械拉伸試驗）、TAPPI T-494（乾拉伸）和 TAPPI T-456（使用 Finch 杯裝置的濕拉伸強度測定）用來測定拉伸強度。

濕拉伸強度的具體測定程式如下：成品（黏結的）乾燥和硬化的氣流成網纖維網在該基材的橫跨機器方向上切成 5 cm 寬樣條。該樣條圍繞 Finch 杯裝置繞圈，然後給該裝置充滿濕拉伸流體（添加要麼去離子水要麼有少量潤濕劑的去離子水，例如 0.5%（固體，以固體計）Aerosol-OT，即一種商業上可得的磺基琥珀酸鈉二辛酯界面活性劑）。然後遵照 TAPPI T-456 程式。使用一台 Instron Model 1122 機

械拉伸試驗機測定乾和濕拉伸強度。該拉伸強度是以克/5 cm (g/5 cm) 報告的。

資料列於表 1 中。在該表中，濕拉伸強度和乾拉伸強度的值都是平均值。濕強度表徵為對照組的百分率（特定實施例除以 AIRFLEX 192 VAE 的濕強度值的濕%值）。各實施例和 AIRFLEX 192 VAE 對照組的絕對值由於測試之間的時間差異而不是代表性的。為了在這些試驗之間做比較，人們必須使用濕%/AIRFLEX 192 VAE 值。

表 1

樣品	乾拉伸強度 g/5cm	濕拉伸強度 g/5cm	AIRFLEX 192VAE 的濕 拉伸強度%	濕拉伸強度/乾 拉伸強度比
實施例 1	2976	1702	118.9	0.57
AIRFLEX 192VAE	2887	1431	100.0	0.50
實施例 2	2657	1569	101.4	0.59
AIRFLEX 192VAE	2751	1547	100.0	0.56
實施例 3	3101	2068	130.6	0.67
AIRFLEX 192VAE	2884	1583	100.0	0.55
實施例 4	3502	2295	129.3	0.66
AIRFLEX 192VAE	3227	1774	100	0.55

與 AIRFLEX 192 VAE 比較，實施例 1 的聚合物顯示，當該聚合在與其界面活性劑有低臨界微膠粒濃度的 AIRFLEX 192 VAE 相比高臨界微膠粒濃度界面活性劑的存在下進行時，濕拉伸強度可以提高約 18%。當在該聚合物中摻入氯乙烯時，濕拉伸強度可以提高約 30% (實施例 3 和 4)。

另一方面，實施例 2 的聚合物顯示，通過選擇臨界微膠粒濃度在約 0.08~0.1 wt% 範圍內的乳化劑，不織布產品的濕拉伸強度與對照組 AIRFLEX 192 VAE 相比沒有改善。在乳化聚合中使用 Aerosol A-102 生產的實施例 2 聚合物導致一種實質上相當於 AIRFLEX 192 VAE 對照組的不織布產品。此外，該乳化聚合中使用的界面活性劑水平低於 AIRFLEX 192 VEA 對照組中所使用的水平這一事實顯示，這樣的界面活性劑降低並沒有顯著改善濕拉伸強度。

如所陳述的，其聚合物摻入了少量氯乙烯的實施例 3 和 4 的結果，與對照組 AIRFLEX 192 VAE 相比時，顯示出濕拉伸強度顯著改善。因此，低水平界面活性劑、界面活性劑類型、和該聚合物中的氯乙烯的組合導致改善的不織布織物。

實施例 1、3 和 4 的聚合物也顯示優異的吸收速率，而且可與對照組 AIRFLEX 192 VAE 聚合物黏合劑相比擬。

五、中文發明摘要：

本發明涉及一種包含以包含醋酸乙烯酯、乙烯、和一種交聯性單體的乳化聚合單元的聚合物黏合劑黏結在一起的纖維的不織布纖維網的不織布產品的改進。該聚合物是以一種臨界微膠粒濃度為約 0.5~3 wt% 的表面活劑穩定的。該界面活性劑在該聚合中的採用量，以聚合物的總重量為基準，小於 1 wt%。

六、英文發明摘要：

The invention is directed to an improvement in nonwoven products comprised of a nonwoven web of fibers bonded together with polymeric binder comprised of emulsion polymerized units of vinyl acetate, ethylene, and a crosslinking monomer. The polymer is stabilized with a surfactant having a critical micelle concentration of about 0.5 to 3% by weight. The surfactant is employed in the polymerization in an amount less than 1% by weight, based upon total weight of polymer.

十、申請專利範圍：

1. 一種包含以足以形成自持纖維網的數量的聚合物黏合劑黏結在一起的纖維的不織布纖維網的不織布產品，所述聚合物黏合劑包含一種含有醋酸乙烯酯、乙烯、和一種交聯單體的聚合物，所述聚合物黏合劑經由乳化聚合生成，其改進包含：

在所述乳化聚合中採用一種界面活性劑，其臨界微膠粒濃度為 0.5~3 wt% 所述界面活性劑。

2. 如申請專利範圍第 1 項的不織布產品，其中所述聚合物的乙烯含量，以聚合物的總重量為基準，是約 3~30 wt%。

3. 如申請專利範圍第 2 項的不織布產品，其中該可交聯單體在所述聚合物中的存在量，以聚合物總重量為基準，是 1~10 wt%。

4. 如申請專利範圍第 2 項的不織布產品，其中該界面活性劑在該乳化聚合中的採用量小於該聚合物黏合劑的 1 wt%。

5. 如申請專利範圍第 3 項的不織布產品，其中以所述聚合物的總重量為基準，該聚合物含有 0.5~5% 一種可共聚的穩定性單體。

6. 如申請專利範圍第 5 項的不織布產品，其中該可共聚的穩定性單體選自由乙烯磺酸鈉和 2-丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸組成的群組。

7. 如申請專利範圍第 6 項的不織布產品，其中所述界面活性劑的臨界微膠粒濃度是約 1~2 wt%。

8. 如申請專利範圍第 7 項的不織布產品，其中該乳化聚合中採用的界面活性劑選自下列群組：磺基琥珀酸二己酯鈉，硫酸 2-乙基己酯鈉，磺基琥珀酸異丁酯鈉，磺基琥珀酸二戊酯鈉，磺基琥珀酸二環己酯鈉，和磺基琥珀酸二異丙基萘酯鈉。

9. 如申請專利範圍第 8 項的不織布產品，其中所述聚合物的 Tg 是 5~20°C。

10. 如申請專利範圍第 9 項的不織布產品，其中所述聚合物以該聚合物的總重量為基準含有 0.5~10 wt% 氯乙烯。

11. 如申請專利範圍第 9 項的不織布產品，其中所述聚合物以該聚合物的總重量為基準含有 3~8 wt% 氯乙烯。

12. 如申請專利範圍第 9 項的不織布產品，其中所述聚

合物以該聚合物的總重量為基準含有 0.5~10 wt% 有支鏈烷烴羧酸乙烯酯。

13. 一種包含以足以形成自持纖維網的數量的聚合物黏合劑黏結在一起的纖維的不織布纖維網的不織布產品，所述聚合物黏合劑包含一種玻璃轉化點溫度為 5~20°C 的聚合物，所述聚合物包含醋酸乙烯酯、乙烯、和一種交聯單體的聚合單元，所述聚合物經由乳化聚合生成，其中在所述乳化聚合中採用一種臨界微膠粒濃度為 1~2 wt% 的界面活性劑，且所述界面活性劑在該乳化聚合中的採用量是所述聚合物的 0.4~0.8 wt%。

14. 如申請專利範圍第 13 項的不織布產品，其中該乳化聚合中採用的界面活性劑是磺基琥珀酸鈉二己酯。

15. 如申請專利範圍第 14 項的不織布產品，其中所述聚合物也包含，以該聚合物的重量為基準，0.5~2 wt% 一種選自乙烯磺酸鈉和 2-丙烯醯胺基-2-甲基丙磺酸組成的群組的可聚合穩定性單體。

16. 如申請專利範圍第 14 項的不織布產品，其中所述聚合物也包含，以該聚合物的總重量為基準，3~8 wt% 氯乙烯。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 () 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：