

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 94192311.8

[45]授权公告日 1999年7月21日

[11]授权公告号 CN 1044269C

[22]申请日 94.2.25 [24]颁证日 99.4.8

[21]申请号 94192311.8

[30]优先权

[32]93.6.2 [33]US[31]08/070,270

[86]国际申请 PCT/US94/02178 94.2.25

[87]国际公布 WO94/28223 英 94.12.8

[85]进入国家阶段日期 95.11.30

[73]专利权人 美国 3M 公司

地址 美国明尼苏达州

[72]发明人 J·G·特鲁翁 W·M·斯特迪纳

B·B·赖特 M·M·Jr·罗克

[56]参考文献

4,341,213 1982. 7.27 A41B13/02

4,605,589 1986. 8.12 C08 类 3/08

4,605,589 1986. 8.12 C08 类 3/08

审查员 茅 红

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

代理人 林蕴和

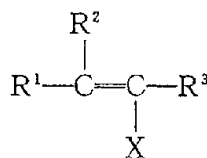
权利要求书 7 页 说明书 50 页 附图页数 2 页

[54]发明名称 非织造制品及其制造方法

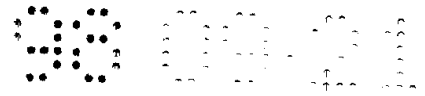
[57]摘要

本发明揭示了具有高耐久性和吸收性性能的非织造制品,及其制造方法。一种较好的制品的特征是(a)非织造织物包含由聚合物组成的有机纤维,所述聚合物具有许多侧链羟基;和(b)粘合剂包含至少部分交联和至少部分水解的具有许多侧链树脂羟基的聚合物树脂,树脂由交联剂交联,交联剂选自有机钛酸盐和非晶金属氧化物,聚合物树脂由选自下述通式(I)的单体制得,

其中各基团的定义如说明书和权利要求中所述。



ISSN 1008-4274

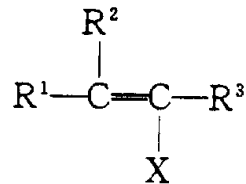


权 利 要 求 书

1.一种吸收性非织造制品，其特征在于，

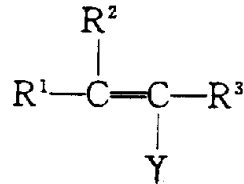
(a)由有机纤维组成的非织造织物，所述有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物；和

(b)粘合剂，它包含交联和至少部分水解的具有许多侧链树脂羟基的聚合物树脂和交联剂，树脂由交联剂交联，交联剂选自有机钛酸盐，非晶形金属氧化物和二醛，聚合物树脂来自下述第一和第二单体的共聚合，所述第一单体选自下述通式的单体，



其中：

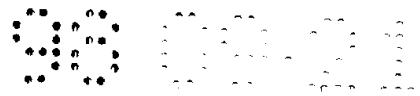
X为 $\text{Si}(\text{OR}^4\text{OR}^5\text{OR}^6)$ ；所述第二单体选自下列通式的单体，



其中Y为 $\text{O}(\text{CO})\text{R}^7$ ；以及 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 和 R^7 各自选自氢和含1—约10个碳原子的有机基团。

2.如权利要求1所述的吸收性制品，其特征在于，通过在侧链纤维羟基，粘合剂和所述侧链树脂羟基之间的键将所述粘合剂粘到至少部分有机纤维上，其中所述的交联剂和所述粘合剂各选自有机钛酸盐和非晶形金属氧化物。

3.如权利要求1所述的吸收性制品，其特征在于，所述有机钛



酸盐选自螯合有机酸的钛盐，钛与 β -二酮的络合物，钛与三(羟烷基)胺的络合物，二羟基双(铵乳酸)钛，和钛与 α -羟基有机酸和醛醇的络合物。

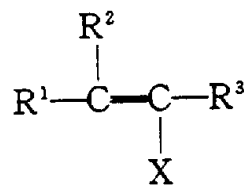
4.如权利要求1所述的吸收性制品，其特征在于，所述有机纤维选自粘胶人造丝，铜铵人造丝，聚酯，聚丙烯，聚乙烯醇及其混合物。

5.如权利要求1所述的吸收性制品，其特征在于，X为选自 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 和 $\text{O}(\text{CO})\text{CH}_3$ 基团。

6.如权利要求1所述的吸收性制品，其特征还在于，所述非晶金属氧化物为非晶形水合氧化铝。

7.一种吸收性非织造制品，其特征在于，

(a)非织造织物包含许多含聚合物的有机纤维，所述聚合物具有许多纤维侧链羟基，大部分所述聚合物为至少部分水解的选自下述通式单体的聚合单体，

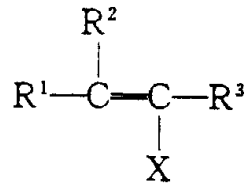
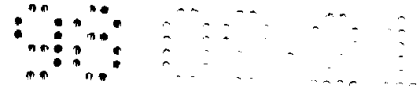


其中：

X为 $\text{O}(\text{CO})\text{R}^7$ ，所包括的 $\text{R}^1 - \text{R}^3$ 和 R^7 各选自氢和含1—约10个碳原子的有机基团，及其组合；和

(b)涂覆至少部分所述纤维的粘合剂，所述粘合剂主要包含对有效量的聚多羧酸不溶的聚乙烯醇。

8.如权利要求7所述的吸收性制品，其特征还在于，所有所述的聚合物为至少部分水解的选自下述通式单体的聚合单体，



其中 X 为 $\text{O}(\text{CO})\text{R}^7$ ，所包括的 $\text{R}^1 - \text{R}^3$ 和 R^7 各选自氢和含 1—约 10 个碳原子的有机基团，及包括它们的组合。

9.如权利要求 8 所述的吸收性制品，其特征还在于，所述的聚乙烯醇至少部分被交联剂交联，所述的交联剂选自有机钛酸盐和二醛。

10.如权利要求 9 所述的吸收性制品，其特征还在于，通过在所述纤维上的所述侧链羟基和粘合剂之间的键将所述聚乙烯醇粘合到至少部分所述纤维上，所述粘合剂各选自有机钛酸盐和二醛。

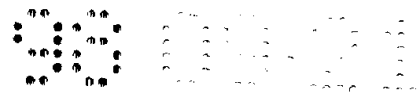
11.如权利要求 9 所述的吸收性制品，其特征还在于，所述有机钛酸盐选自螯合有机酸的钛盐，钛与 β -二酮的络合物，钛与三(羟烷基)胺的络合物，二羟基双(铵乳酸)钛，和钛与 α -羟基有机酸和醛醇的络合物。

12.如权利要求 7 所述的吸收性制品，其特征还在于，所述聚多羧酸选自聚丙烯酸；聚甲基丙烯酸；丙烯酸，甲基丙烯酸和马来酸的共聚物；和乙烯基甲基醚/马来酸酐共聚物。

13.如权利要求 7 所述的吸收性制品，其特征还在于，所述的非织造织物包含大部分选自棉花，粘胶人造丝，铜铵人造丝，聚酯，聚丙烯，聚乙烯醇，及其混合物的纤维。

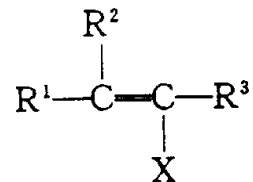
14.一种吸收性非织造制品，其特征在于，

(a)非织造织物包含有机纤维，所述有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物；和



(b)涂覆在至少一部分所述纤维上的粘合剂,所述粘合剂包含具有许多羟基的间同立构聚乙烯醇,所述间同立构聚乙烯醇的所述羟基的间同规正度为至少 30%。

15.如权利要求 14 所述的吸收性制品,其特征还在于,所述粘合剂为来自选自下述通式的单体制得的水解聚合物,



其中:

X 为选自 $Si(OR^4OR^5OR^6)$ 和 $OCOR^7$ 基团;所包括的 $R^1 - R^7$ 各选自氢和含 1—约 10 个碳原子的有机基团,及其组合。

16.如权利要求 14 所述的吸收性制品,其特征还在于,通过在所述纤维上的所述侧链羟基,粘合剂和所述间同立构聚乙烯醇上的所述侧链羟基之间的键将所述间同立构聚乙烯醇粘合到至少部分所述有机纤维上,所述粘合剂选自有机钛酸盐和二醛。

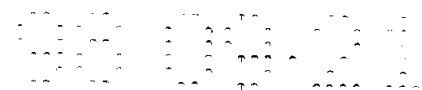
17.如权利要求 14 所述的吸收性制品,其特征还在于,所述间同立构聚乙烯醇至少部分为有机钛酸盐和二醛的交联剂所交联。

18.如权利要求 15 所述的吸收性制品,其特征还在于,所述间同立构聚乙烯醇至少部分为有机钛酸盐和二醛的交联剂所交联。

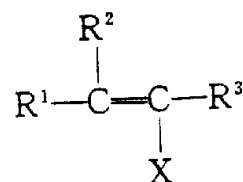
19.如权利要求 14 所述的吸收性制品,其特征还在于,所述织物包含来自选自下述材料的纤维,棉花,粘胶人造丝,铜铵人造丝,聚酯,聚丙烯及其混合物。

20.一种吸收性非织造制品,其特征在于:

(a)非织造织物,它包含有机纤维和粘合剂,所述有机纤维包含人造丝;和

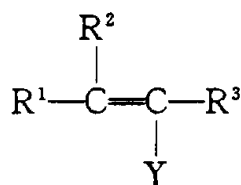


(b) 粘合剂, 它包含交联和至少部分水解的具有许多侧链树脂羟基的聚合树脂和交联剂, 树脂由交联剂交联, 交联剂选自有机钛酸盐和非晶形金属氧化物, 聚合树脂来自第一和第二单体的共聚合, 所述第一单体选自下述通式的单体,



其中:

X 为 $\text{Si}(\text{OR}^4\text{OR}^5\text{OR}^6)$; 所述第二单体选自下述通式的单体,



其中 Y 为 $\text{O}(\text{CO})\text{R}^7$; 以及 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 和 R^7 各自选自氢和含 1—约 10 个碳原子的有机基团。

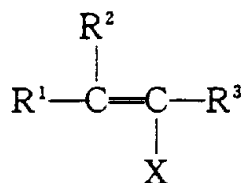
21. 一种制造吸收性非织造制品的方法, 该制品包含纤维非织造织物且至少部分纤维上涂覆有粘合剂, 其特征在于该方法包括下述步骤:

(a) 形成由有机纤维组成的开松、膨松三维非织造织物, 所述有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物;

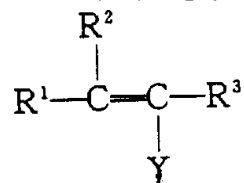
(b) 使用缠结装置对织物的纤维进行缠结, 形成缠结的纤维织物;

(c) 用粘合剂前体组合物涂覆缠结纤维织物的大部分纤维, 形成

具有第一和第二主表面的第一涂层织物，所述粘合剂前体组合物包含至少部分交联和至少部分水解的聚乙烯醇树脂和交联剂，所述交联剂选自有机钛酸盐，二醛和非晶形金属氧化物；所述树脂来自第一和第二单体的共聚合，所述第一单体选自下述通式的单体，



其中 X 为 Si(OR⁴OR⁵OR⁶)；所述第二单体选自下述通式的单体，



其中 Y 为 O(CO)R⁷；以及 R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶ 和 R⁷ 各自选自氢和含 1-约 10 个碳原子的有机基团；和

(d) 将第一涂层织物暴露在足以使粘合剂前体组合物至少部分固化的能量下，形成纤维的非织造粘合织物。

22. 如权利要求 21 所述的方法，其特征还在于，在步骤(c)之前有一个将缠结的纤维织物进行轧光的步骤。

23. 如权利要求 21 所述的方法，其特征还在于，在步骤(c)之后用第二粘合剂前体组合物涂覆在第一涂层织物的至少一个所述第一和第二主表面上的步骤。

24. 如权利要求 23 所述的方法，其特征还在于，所述暴露步骤包括均匀地干燥所述第二粘合剂前体组合物以形成含表面涂层的干燥和固化的非织造织物。

25. 如权利要求 23 所述的方法，其特征还在于，对所述干燥、固化的非织造织物进行轧光，并平稳、熔合所述表面涂层。

26. 一种制造吸收性非织造制品的方法，该制品为纤维非织造

网且至少部分纤维上涂覆有粘合剂，其特征在于该方法包括下述步骤：

(a)形成由许多含聚合物的有机纤维组成的非织造织物，所述聚合物具有许多侧链纤维羟基，大部分聚合物包含聚乙烯醇；

(b)使用缠结装置对织物的纤维进行缠结，形成缠结的纤维织物；

(c)用粘合剂前体组合物涂覆缠结纤维织物的大部分纤维，形成具有第一和第二主表面的第一涂层织物，所述粘合剂前体组合物主要包含聚乙烯醇和有效量的聚多羧酸；和

(d)将第一涂层织物暴露在足以不溶解聚乙烯醇树脂的能量中，形成纤维的非织造粘合织物。

27.一种制造吸收性非织造制品的方法，该制品为纤维非织造网且至少部分纤维上涂覆有粘合剂，其特征在于该方法包括下述步骤：

(a)形成由有机纤维组成的非织造织物，所述有机纤维由具有许多侧链羟基的聚合物组成；

(b)使用缠结装置对织物纤维进行缠结，形成缠结的纤维织物；

(c)用粘合剂前体组合物涂覆缠结纤维织物的大部分纤维，形成具有第一和第二主表面的第一涂层织物，所述粘合剂前体组合物包含间同规正度为至少 30%的间同立构聚乙烯醇；和

(d)将第一涂层织物暴露在能量下，足以使粘合剂前体组合物至少部分固化，形成纤维的非织造粘合织物。

说明书

非织造制品及其制造方法

我们长久以来都知道包含由聚乙烯醇(PVA)纤维制成的非织造网和随后涂覆共价交联 PVA 粘合剂树脂的合成擦拭制品且已以商品销售。化学交联的 PVA 在其合成擦布(synthetic wipe)应用中具有显著的优点。它们提高并改进了干擦布的基础,擦布表面的非棉绒成分(non-linting),机械强度,亲水性能,并也可在颜料存在下固化形成着色擦拭产品。尽管它们的使用取得了相当令人满意的成功,但目前已知的用于合成擦布的 PVA 粘合剂是在含潜在毒性材料的浸渍浴中进行化学交联的,潜在毒性材料如甲醛,各种二醛,羟甲基胺,和二异氰酸酯。

玻璃和其它纤维有时用与聚丙烯酸不溶的 PVA 涂料进行上浆(即,涂覆),或与金属络合物,例如铝,钛,硅或锆螯合物等进行交联。

U. S. Pat. No. 3,253,715 描述了抗沸非织造过滤器介质包含非织造纤维基材和含聚乙烯醇和聚丙烯酸的粘合剂。尽管描述了适用于过滤器的纤维素纤维,但却没有提及聚乙烯醇纤维的使用。用于本发明的聚乙烯醇纤维在'715 专利所述的 PH 和/或温度条件下趋于发生严重的收缩。另外,该专利的发明人发现在'715 专利中所述的粘合剂中聚丙烯酸与聚乙烯醇的比率导致牢的,但又极端橡胶状的,“手感”和干擦拭性很差的吸收性制品。

天然羚羊皮是来自山羊状羚羊的高质量的吸收性制品,且它通常用于汽车洗涤后干燥汽车。已在某些“合成羚羊皮”中模仿出天然羚羊皮的吸收性能。市场可购得的合成羚羊皮可由与甲醛交联的 PVA 纤维和 PVA 粘合剂获得,虽然从生态学角度看是不希望用甲



醛的。其它还有从非织造纤维和具有粘合的官能基团的原始疏水的丙烯酸胶乳制成的合成羚羊皮。这样的制品是亲水的。这些合成羚羊皮虽然价格不贵，但具有很高的拉伸性能(drag property)。

希望开发一种适用于吸收亲水材料的非织造制品，它使用的是亲水粘合剂和纤维，而不使用甲醛。与已知制品相比在保持吸收和“湿润”性能的情况下，这种制品使制品显示出高的耐用性，好的手感性能，低的张力和好的干燥-擦拭性能(均匀无条纹地吸收水)。生产这种制品的组分和方法可和目前的使用的不同，它对生产人员，使用者或环境没有危害。再者，其优点还在于这种粘合剂可在颜料存在下固化形成着色的擦拭产品。

本发明的目的是提供具有高耐久性和吸收性能的非织造制品及其制造方法。

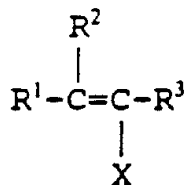
按本发明，所提供的吸收性非织造制品是由使用时麻烦较少的粘合剂交联剂制得，且与已知制品相比，本发明的制品具有好的或更好的吸收和物理性能。另外，本发明制品的某些较佳实施例可在不使用任何化学交联剂的情况下制得。

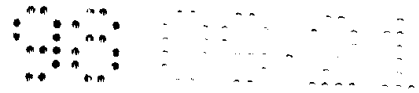
在此所用的术语“吸收剂”是指本发明的制品是亲水的(因而是水的吸收剂)。

这样，本发明的第一个方面是具有下述特征的吸收性非织造制品：

(a)非织造织物包含有机纤维，该有机纤维包含具有许多侧链纤维羟基的聚合物；和

(b)粘合剂包含具有许多侧链树脂羟基的至少部分交联和至少部分水解的聚合物树脂，交联剂交联的树脂，选自有机钛酸盐和非晶金属氧化物的交联剂，选自具有下述通式单体的聚合物树脂：





其中

X 为选自 $\text{Si}(\text{OR}^4\text{OR}^5\text{OR}^6)$ 和 $\text{O}(\text{CO})\text{R}^7$ 的基团；和所包括的 $\text{R}^1\text{-R}^7$ 各为氢和含 1—约 10 个碳原子的有机基团及其各种组合。

较好地，X 为选自 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 和 $\text{O}(\text{CO})\text{CH}_3$ 基团。通过在侧链纤维羟基，键合剂和侧链树脂羟基之间的键将粘合剂粘合到至少一部分有机纤维上，其中交联剂和键合剂各选自有机钛酸盐和非晶金属氧化物。按本发明的这一个方面同样较好的制品是那些其中交联剂和键合剂为相同的化合物，且其中的 $\text{R}^4 \sim \text{R}^7$ 包括甲基($-\text{CH}_3$)。

本发明这一个方面中两种特别好的制品是那些其中有机钛酸盐交联和 / 或键合剂为二羟基双(铵乳酸)钛或钛与 α -羟基酸(例如乳酸)和醛醇(例如，D-葡萄糖醇)的络合物。

此处所用的术语“键”和“键合”是指包括氢键，疏水作用，亲水作用，离子键和 / 或共价键。术语“交联”是指化学(共价或离子)交联。

用于本发明这一个和其它方面的尤其好的粘合剂为包含乙烯基三烷氧基硅烷和乙烯基单体如乙烯基 / 乙酸酯的共聚物的含水组合物，至少部分用碱水解，且至少部分用无机离子和螯合有机钛酸盐交联。当钛酸盐与树脂上的仲羟基反应时，无机离子(例如铝，锆)与硅烷醇基发生反应或与其配位。这种可能具有不同交联链长度的独特的二重固化方法使在粘合剂 PVA 聚合物之间，且理论上在纤维羟基和粘合剂 PVA 聚合物之间发生分子键合。

本发明的第二个方面是关于与本发明第一个方面相类似的非织造吸收性制品，其中交联剂选自二醛，钛酸盐和非晶金属氧化物。

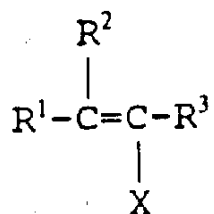
本发明的第三个方面是具有下述特征的吸收性非织造制品：

(a) 非织造织物包含许多含具有许多侧链羟基聚合物的有机纤维；和

(b) 涂覆至少一部分纤维的粘合剂，该粘合剂包含对有效量聚

多羧酸(较好的为聚丙烯酸)不溶的聚乙烯醇。

本发明这一个方面中较好的是那些还具有以下特征的制品,即所有构成纤维的聚合物至少部分是选自下述通式单体的水解聚合单体:



其附带条件如前所述,非织造织物可进一步包括少量的选自棉花,粘胶人造丝,铜铵人造丝,聚酯,聚乙烯醇及其混合物的纤维。

与上述 U. S. Pat. No. 3,253,715 中所述的制品相比较,我们发现当有效地避免粘合剂清洗时,只有很少量的聚羧酸(其量为粘合剂总重量的 1~5wt% 范围内)提供最佳的擦拭性能。而且,我们发现'715 专利指出的 pH(含水组合中氢离子浓度的负对数)3~3.3 的范围适用于本发明。但 pH 值为 4.6 也可,pH 为 4.6 更可用于降低棉网的收缩性。本发明这一个方面的制品使用聚多羧酸以不溶解含水的聚乙烯醇,由此提供的吸收性制品与已知制品相比具有优异的吸水性,干擦拭性能和改进的强度。

本发明的第四个方面是具有下述特征的吸收性非织造制品。

(a)非织造织物包含有机纤维,有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物;和

(b)涂覆在至少一部分纤维上的粘合剂包含间同聚乙烯醇,间同聚乙烯醇的间同规正度至少为 30%。

本发明这一个方面在(b)中所述粘合剂体系的制品使用的是间同聚乙烯醇(s-PVA)作为粘合剂的主要(或唯一)组份。这种粘合剂

的优点是可在不使用化学交联剂下使用 s-PVA,这是因为 s-PVA 趋于形成微晶区。可通过使用钛酸盐,无机离子和二醛进行化学交联,但它们的使用是任选的。

本发明第五个方面是制品吸收性非织造制品的方法,该方法的特征是包括下述步骤:

(a)形成包含有机纤维的开松,膨松,三维非织造成网,所述有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物;

(b)使用缠结装置对棉网纤维进行缠结,形成缠结的纤维织物;

(c)用粘合剂前体组合物涂覆大部分缠结纤维棉网的纤维上。形成具有第一和第二主表面的第一涂层棉网,粘合剂前体组合物要选用能形成本发明第二个方面的粘合剂,和

(d)将第一涂层棉网暴露在足以使粘合剂前体组合物至少部分固化的能量中,形成纤维的非织造粘合网。

较好的是那些进一步具有以下特征的方法,在步骤(c)之前对缠结的纤维网进行轧光,且这些方法的特征是并在步骤(c)之后有一用第二粘合剂前体组合物对第一涂层网的第一和第二主表面的至少一个表面进行涂覆的步骤。同样较好的是那些还具有以下特征的方法,暴露步骤包括均匀地干燥第二粘合剂前体组合物以形成具有表面涂层的干燥和固化的非织造网,且在这些方法中对干燥和固化的非织造网进行轧光,由此平整并熔合表面涂层。

本发明第六个方面是另一种制造吸收性非织造制品的方法,所述的吸收性非织造制品包含纤维非织造网,至少部分纤维上涂覆有粘合剂,所述方法的特征在于包括下述步骤:

(a)形成包含许多有机纤维的非织造网,所述有机纤维包含具有许多侧链纤维羟基的聚合物,大部分聚合物包含聚乙烯醇;

(b)使用缠结装置对棉网纤维进行缠结,形成缠结的纤维棉网;

(c)用粘合剂前体组合物涂覆大部分缠结纤维网的纤维,形成具

有第一和第二主表面的第一涂层网,所述粘合剂前体组合物主要包含聚乙烯醇和有效量的聚多羧酸;和

(d)将第一涂层网暴露在足以不溶解聚乙烯醇树脂的能量中,形成纤维的非织造粘合网。

可任选地将键合和交联剂加入粘合剂前体组合物中。

最终,本发明第七个方面是另一种制造吸收性非织造制品的方法,所述的吸收性非织造制品包含纤维非织造网,至少部分纤维含涂覆于其上的粘合剂,所述方法的特征在于包括下述步骤:

(a)形成包含有机纤维的非织造网,所述有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物;

(b)使用缠结装置对成网纤维进行缠结,形成缠结的纤维网;

(c)用粘合剂前体组合物涂覆大部分缠结纤维网的纤维,形成具有第一和第二主表面的第一涂层网,所述的粘合剂前体组合物主要包含间同规正度至少为30%的间同聚乙烯醇;和

(d)将第一涂层网暴露在足以使粘合剂前体组合物至少部分固化的能量中,形成纤维的非织造粘合网。

本发明的一个重要方面是本发明的制品可使用本发明的粘合剂,使制品在与现有擦布保持相似吸水性和“润湿”性能的情况下显示出高的耐用性,好的手感,低的张力,和好的干擦拭性能。另外,本发明的擦拭制品也可在颜料存在下固化,形成着色的擦拭产品。

本发明中较好的制品也包括在粘合剂中有效量的功能添加剂,例如填料,增强剂,增塑剂,磨料,和/或常规的润滑剂(典型的用于擦拭制品的类型),以进一步调整吸收性,耐用性,和/或手感性能。

用于本发明制品的粘合剂改进了使成网纤维趋于发脆,降低成网强度,柔软性和吸收性及会发生化学危害的常规甲醛交联剂。

关于本发明的方法,在较好的方法中“暴露”步骤较好的的是以使网的整个厚度上都均匀干燥的方式进行。典型较好的暴露步骤分两

阶段,先在低温下干燥涂层网,随后将之暴露在较高温度下固化粘合剂前体。在一些实施例中,第三阶段采用更高温度的固化。如下所讨论,为了均匀地干燥和固化制品,较好的是将未固化网的两个主表面同时暴露在热源下,或依次将两个主表面暴露在热源下。本发明的方法也包括将干燥和固化粘合的非织造网进行穿孔和切截成各种成品。

图 1 为按本发明制造的擦布的透视图;

图 2 为图 1 制品沿 2-2 线的剖面;和

图 3 为制品本发明制品的较好方法的简图。

本发明第一个方面中的实施例包括用粘合剂涂覆的纤维非织造网的制品,所述粘合剂包含用无机离子,螯合有机钛酸盐或其混合物进行交联的聚乙烯醇(较好地经硅烷醇改性)。

纤维非织造网可由各种亲水纤维(可包括少量疏水纤维)制成,所述纤维包括下述种类:纤维素类纤维,例如 PVA(包括水解的乙烯基酯共聚物,尤其是水解的乙酸乙烯酯共聚物),棉花,粘胶人造丝,铜铵人造丝等和热塑性材料如聚酯,聚丙烯,聚乙烯等。较好的纤维素类纤维为人造丝和聚乙烯醇。由于涂层产品显示出高的亲水性,强度和手感,含 100%PVA 纤维,100%人造丝纤维和 PVA 纤维与人造丝纤维以 wt%计,在 1:100~100:1 范围内的共混物的网都在本发明的范围内,而那些具有 PVA:人造丝的重量比为 30:70~约 70:30 的网是本发明这一个方面中特佳的。

非织造纤维网的某些方面对本发明所有制品实施例来说都是共同的。尽管也可使用更高旦尼尔的纤维,但以使用约 0.5~约 10 旦尼尔(约 0.06~约 11 特)的纤维为宜。约 0.5~3 旦尼尔(0.06~约 3.33 特)的纤维为特佳。“旦尼尔”是指 9000 米长的纤维的克重,而“特”是指每 1000 米长的纤维的克重)。长度为约 0.5~约 10cm 的纤维原料用作起始材料是较好的,最好是长度为约 3~约 8cm 的纤维。

用于本发明制品的纤维的非织造网可用非织造文献(例如 Turbak, A. "Nonwovens: An Advanced Tutorial", Tappi Press, Atlanta, Georgia, (1989))中详尽提供的方法制造。未涂层(即在任何粘合剂施用之前)网应具有厚度为约 10~100 密尔(0.254~2.54mm),较好的为 30~70 密耳(0.762~1.778mm),更好的为 40~60 密耳(1.02~1.524mm)。这些较佳的厚度可通过梳理/交叉铺网操作或经纤维缠结(例如水缠结,针刺等)获得,未涂层网的基重以约 50g/m² 达约 250g/m² 为宜。

本发明第一个方面的粘合剂较好地通过 PVA 主链上的仲羟基与螯合有机钛酸盐,或者与二醛如乙二醛交联。从理论上说所得的粘合剂体系在高温下固化时可进一步与纤维上的羟基反应制得具有优异擦拭性能的涂层网。

特别好的是“二重”交联粘合剂,其中非晶金属氧化物与 PVA 主链上的硅烷醇基和钛酸盐配位,和/或乙二醛与 PVA 主链上的仲羟基配位。

用于本发明的硅烷醇改性的 PVA 可通过任何一种含可水解基团的烯化不饱和单体与烷氧基硅烷-取代的烯化不饱和单体进行共聚合制得。前者的例子为乙酸乙烯酯,丙烯酸乙酰氧基乙酯,甲基丙烯酸乙酰氧基乙酯,和各种丙烯酸丙酯和甲基丙烯酸酯。烷氧基硅烷-取代的烯化不饱和单体的例子包括乙烯基三烷氧基硅烷如乙烯基三甲氧基硅烷等。

一种特别好的硅烷醇改性的 PVA 可通过将乙酸乙烯酯与乙烯基三烷氧基硅烷共聚,随后将共聚物在碱溶液(见下)中直接水解制得。一种可商品购得的产品,其商品名为“R1130”(Kuraray Chemical KK, Japan)。这种较好的碱性共聚物包含约 0.5~约 1.0mol% 的甲硅烷基作为乙烯基硅烷单元,聚合度为约 1700,以及乙酸乙烯酯单元的水解度较好地为 99+%。

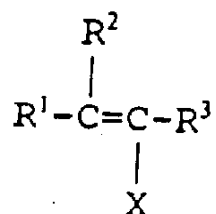
理论交联密度在 1~约 40mol% 的范围内(以 1mol 烯化不饱和单体为基准)。这可通过在聚乙烯醇粘合剂树脂中加入一种或多种钛酸盐水溶液和,或二醛/ NH_4Cl 溶液达到。尽管二醛如乙二醛和几种类型的钛络合物已被证实是聚乙烯醇的交联含水组合物,但我们已发现正如本发明所述螯合钛酸盐如二羟基双(铵乳酸)钛(杜邦公司产品名为“Tyzor LA”产品)和钛原酸酯例如 Tyzor 131 为擦拭制品提供优异交联性能。可避免在固化条件前(即高温)就交联。这样,有机酸例如柠檬酸能使含水组合物中的钛酸盐如二羟基双(铵乳酸)钛在粘合剂前体暴露在交联和固化条件前仍是稳定的。

为了改进本发明制品的拉伸和撕裂强度,并减少制品表面的棉绒,最好对未涂层网进行缠结(例如通过针刺,水缠结等),或对本发明未涂层和/或涂层和固化非织造制品进行轧光,在纤维是水不溶的情况下可使用水缠结。在纤维熔点以下约 5~约 40°C 温度下对粘合剂涂层网的轧光可降低棉绒粘附在本发明制品表面上的可能性并保证平滑表面。将花式图案压至擦布上可与轧光同时进行,或在随后的步骤中进行。

除了上述本发明制品的组份外,也希望加入着色剂(特别是颜料),柔软剂(例如醚和醇),香料,填料(例如二氧化硅,氧化铝和二氧化钛颗粒),和杀菌剂(例如碘,季铵盐等),以增加擦拭制品的功能和作用。

粘合剂树脂的涂覆可由文献中已知的方法完成,包括辊涂,喷涂,浸涂,凹版涂覆,或转移涂覆。粘合剂占整个擦拭制品的重量百分数可为约 1%~约 95%,约 10%~约 60% 较好,20~40% 更好。

按本发明第二个方面的吸收性非织造制品包含许多有机纤维的非织造网,所述有机纤维包含具有许多侧链羟基的聚合物,大部分聚合物为选自下述通式单体的至少部分水解的聚合单体:



附带条件如上所述。粘合剂涂覆至少部分纤维，该粘合剂主要包含对有效量聚丙烯酸不溶的聚乙烯醇。任选地也可使用化学交联剂和/或键合剂。

纤维的非织造网基本上与上述第一个实施例相同。可单独或结合使用任何种纤维，例如聚酯类，聚烯烃类，纤维素类，丙烯酸类等。纤维的非织造物较好地包含一种或多种下述纤维：棉花，粘胶人造丝，铜铵人造丝，聚乙烯醇类，包括乙烯酯的水解共聚物，特别是乙酸乙烯酯的水解共聚物等。较好的纤维素类纤维是人造丝和聚乙烯醇。较好的是重量范围如上述第一个实施例中所给定的人造丝和聚乙烯醇纤维的共混物。

纤维的旦尼尔和长度同样如上述第一个实施例中所述，及较好的未涂层网的厚度和重量范围也如上所述。

粘合剂树脂的涂覆可由上述方法完成，包括辊涂，喷涂，浸涂，转移涂覆，凹版涂覆等。本发明这一个方面的粘合剂占整个非织造制品的重量百分数为约5%~约95%，约10%~约60%较好，20~40%更好。

用于本发明的聚多羧酸包括聚丙烯酸，聚甲基丙烯酸，含大于10%酸性单体的丙烯酸，甲基丙烯酸或马来酸的共聚物，假定这种共聚物或其盐在特定的pH值下是水可溶的；和乙烯基甲基醚/马来酸酐共聚物。

聚丙烯酸是用于本发明最好的聚多羧酸,其较好地具有的重均分子量为约 60,000~约 3,000,000。所用的聚丙烯酸的重均分子量为 300,000~约 1,000,000 则更好。

任选地可在 PVA 粘合剂聚合物中加入少量(即小于粘合剂总重量的约 5wt%)的附加单体(例如,羟乙基甲基丙烯酸酯,乙烯基吡内酯单体等官能团化的丙烯酸酯单体),以减少重复使用过程中粘合剂的洗去。

如上述实施例所述,可使用化学交联剂,较好的交联剂是钛酸盐,二醛,硼酸盐等。

本发明第二个实施例的非织造制品可如第一个实施例中所述进行轧光,以减少制品表面的棉绒,为印刷保证光滑的表面。将花式图案压至擦布上可与轧光同时进行,或在随后的步骤中进行。

上述任选的组份(着色剂,柔软剂,香料,填料)也可用于本发明这一个方面的非织造制品。

此处所用的三元全同规整度是指三个侧链羟基全都在聚合物链的同一侧。这与无规立构相反,无规立构是指羟基是无规排列的,而间同立构是指羟基在聚合物链上以交替的形式左右排列。

本发明第三个实施例中的非织造吸收性制品包含由具有许多侧链羟基的聚合物组成的纤维的非织造网。本发明这一个方面的制品的粘合剂所包含的聚乙烯醇的间同规正度至少为 30%。任选地也可存在化学交联剂。

纤维的非织造网包含基本上如上述用于本发明其它制品相同的纤维。纤维的长度和旦尼尔,及未涂层织物的厚度和重量也如上述第一个实施例中的相同。粘合剂树脂的涂覆可由上述文献中已知的方法完成,包括辊涂,喷涂,浸涂,转移涂覆,凹版涂覆等。本发明这一个方面中粘合剂占整个制品重量的重量百分数为约 5%~约 95%,约 10%~约 60%较好,20~40%更好。

为了制备间同立构的 PVA, 通常使用乙烯基三卤乙酰氧基单体, 例如三氟乙酸乙烯酯, 丙烯酸三氟乙酰氧基乙酯, 甲基丙烯酸三氟乙酰氧基乙酯等等。

在本发明实践中聚三氟乙酸乙烯酯是制备间同立构聚乙烯醇的比较好的前体酯, 这是由于其高的转变成较易得的聚乙烯醇的化学反应性。它可用醇碱进行水解, 但较好的是用甲醇化的氨(见下述实施例 64)进行水解。聚三氟乙酸乙烯酯容易地通过三氟乙酸乙烯酯的聚合来制得。

可任选地在母体聚合物中加入少量(即小于约 5wt%)的附加单体。以改进由之而得的聚乙烯醇的多种性能。特别好的间同立构 PVA(用于下述实施例 65~91)为聚(三氟乙酸乙烯酯-与-[3-烯丙基-2,2'-二羟基-4,4'-二甲氧基二苯酮])(重量比为 99.95:0.05, 简称为 PVTFA)。由¹H NMR 测定的三元间同规正度为 51%, 全同规整度为 7%, 无规立构度为 42%。

用于本发明这一个方面的聚乙烯醇粘合剂的间同规正度典型和较好的范围为约 45%~100%间同规正度, 已知在恒定的聚合度下提高间同规正度会提高凝胶的熔点(见 Matsuzawa, S. et al., Colloid Poly. Sci. 1981", 259(12), PP. 1147~1150)。为此, 提高间同规正度是较好的, 可提高机械强度和热稳定性, 但聚乙烯醇的含水组合物变得较粘稠和/或当间同规正度增加时由于形成凝胶而发生触变。由于这些原因, 并由于制备的方法的原因, 当由含水组合物涂覆时, 间同规正度较好的范围为约 25~约 65%间同规正度。

尽管加入少量(即达约 10mol%)的如上述那些化学交联剂对本发明非织造制品的柔性是不利的, 但避免在使用过程中粘合剂洗去是有利的。较好的交联剂是上述钛酸盐, 以及二醛等。从生态学来说是不太好的。

现在参考附图, 图 1 所示按本发明制造的吸收性非织造制品 10

21
的透视图,制品 10 具有许多至少部分用粘合剂涂覆的纤维 12。

图 2 为通过图 1 剖面 2-2 的图 1 制品的剖面图,图 2 显示了一种较好的制品,其中主表面 14 和 16(图示了放大的厚度)包含轧光并熔合的有机纤维和粘合剂的混合物。表面 14 和 16 与非织造材料 18 形成夹层。

图 3 显示了制造图 1 和 2 所示非织造制品的较好的方法。短纤维通过加料斗 20 或其它装置进入梳理装置 22,这种装置已众所周知不需要作进一步的解释。运输带将梳理过的棉网 26 从梳理装置 22 转移至交叉铺网机(未图示),形成与机器方向成各种角度的纤维的铺网。梳理过的棉网 26 然后最好通过针刺装置 28 形成针刺网 30,并通过轧光装置 32。在该点处,轧光过的棉网 34 的厚度不大于约 60 密耳(1.524mm),轧光过的棉网 34 然后通过浸浴 36,在此施用含水粘合剂前体组合物 37,棉网 34 在辊筒 38 下通过,并以涂层网 40 出现,该涂层网 40 通过干燥装置 42,形成干燥的网 44。干燥装置 42 最好将网暴露在某一温度下并停留一段时间,使基本上所有的水份从粘合剂前体中除去以形成干燥的棉网 44。

按粘合剂前体的组成,所用交联剂和/或粘合剂的种类,存在的水量等的不同,网 44 在不需进一步固化就可使用。在一些实施例中,希望将干燥过的网 44 通过最终的固化装置 46,在比干燥装置 42 更高的温度下形成干燥固化网 48。

棉网 48 然后通过另一组轧光辊 50,该轧光辊 50 可用于压制图案,熔合表面,并将其他性能赋予制品。通常网 52 的厚度不大于 60 密耳(1.524mm),重量约 $50\text{g}/\text{m}^2$ -约 $250\text{g}/\text{m}^2$ 的范围。

棉网 52 然后通过第二针刺装置 54,对棉网打眼用于装饰或其它目的,随后切割棉网并绕入缠绕辊 56。

本发明各种方面的特征将参考下述实验方法和实施例得到更好的理解,其中所有的份数和百分数都以重量表示,引号内组份的名称

是指商品名。

测试方法

抗张强度

在 1×3 英寸(2.54×7.62cm)的绞拧机湿冲切样品上,使用 Instron Model "TM",基本上按 ASTM 实验方法 D-5035 进行抗张强度测量。使用恒定的伸长速率(CRE),夹具是夹子型的。夹具分离速率为 9.3 英寸/分钟(23.6cm/min)。

埃尔门多夫撕破

埃尔门多夫撕破测试是在 2.5×11 英寸(6.35×27.94cm)湿,冲切,切口(20mm)样品上,基本上按 ASTM D-1424,使用来自 Thwing-Albest Co. 的埃尔门多夫撕破实验机型号 60-32,使用 3200g 摆锤进行的。采用四次测量平均值。希望高数值。

吸收

吸收测量是在 6×8 英寸(15.24×20.32cm)在潮湿条件下进行冲切的样品上进行的。使用下述术语记录吸收测量:

(a)干重=样品的干燥重量,以克计。

(b)未滴干重量(No Drip Weight)=样品和吸收的水的最大总重量,以克计

(c)滴干重量=滴干 60 秒后,样品的总重量,以克计

(d)湿重=通过轧辊后样品的重量。

(e)染前预湿(wet-out)=擦布表面上的水滴完全被样品所吸收的时间

(f)%重量(H₂O)损失=(未滴干重量-滴干重量)/未滴干重量

(g)每平方英尺吸收水的克数(g/929cm²)=3×(未滴干重量-干重)

(h)每克干重吸收水的克数=(未滴干重量-干重)/干重

(i)MD=机器方向;

CD=交叉方向；

“abs”=吸收的，和

“eff”=有效的

(j)有效的吸水量=3×(未滴干重量—湿重)

材料的描述

下面为实施例中所使用的材料：

“R1130”为乙烯基硅烷和乙酸乙烯酯的共聚物的商品名，该共聚物含约 0.5~约 1.0mol% 的甲硅烷基作为乙烯基硅烷单元，聚合度约 1700，乙酸乙烯酯单元的水解度较好的为 99+% (Kuraray Chemical KK. Japan)

“Tyzor LA”为将二羟基双(铵乳酸)钛(50wt%水溶液，购自 Du Pont Company)，乙二醛(40wt.%水溶液，Aldrich Chemicals)以如下面实施例所述的各种比率和组合加入硅烷醇改性的 PVA 溶液中的商品名。

“Tyzor 131”为钛原酸酯络合物(20wt.%水溶液，同样购自 Du Pont)的混合物的商品名。

“Nalco 8676”为毫微级的非晶水合氧化铝胶体(10wt%水溶液)的商品名，购自 Nalco Chemical Company。

乙二醛为结构式 HCOCOH 的二醛，以 40wt%水溶液购自 Aldrich Chemicals, Co.

“Airvol 165”为来自 Air Products and Chemicals, Inc. 的 99.5+% 水解的聚乙烯醇的商品名

实施例

制备本发明制品的一般过程 I

使用商品名为“Rando-Webber”的织物制造机制造含聚乙烯醇和人造丝纤维共混物的非织造网(45% 1.5 旦尼尔长度为 1.5 英寸 (3.81cm)，购自 Kuraray, Japan 的聚乙烯醇纤维和 55% 1.5 旦尼

尔长度为 $1\frac{9}{16}$ 英寸 (3.97cm), 购自 BASF 的人造丝纤维), 所得棉网的公称基重为 $11.5\text{g}/\text{ft}^2$ ($123.8\text{g}/\text{m}^2$), 平均厚度为 0.052 英寸 (0.132cm)。

在搅拌烧瓶中将硅烷醇改性的聚乙烯醇颗粒 (“R1130”) 以 10wt% 含固量加入去离子水中。然后加热烧瓶到 95°C 直至回流条件。在合适混合下将聚合溶液保持回流状态最少 45 分钟。随后将溶液冷至室温 (约 25°C)。将硅烷醇改性的 PVA 溶液稀释至 2.5wt% 含固量。然后以如下面实施例所述的各种比率和组合将反应剂如 Nalco 8676, Tyzor LA, Tyzor 131 和乙二醛加入硅烷醇改性的 PVA 溶液中。

将 12×15 英寸 ($30.48\times 38.1\text{cm}$) 这种非织造织物件置于盘中, 用约 200g 含 5.00g 总聚合物的涂层水溶液饱和。

然后干燥饱和过的样品, 并在如下面实施例所述的各种条件下在流通炉内固化。当固化完成后样品在 $60\sim 80^\circ\text{F}$ ($140\sim 176^\circ\text{C}$) 的自来水中调湿 60 分钟后再干燥。然后分析样品的亲水性, 保水性和吸水性, 抗张强度, 撕破强度和干擦拭性能。

实施例 1~10 和对比实施例 A

对对比实施例 A, 起始厚度为 59 密耳 (0.149cm) 商品名为 “Brittex- I” 的非织造擦布 (购自 Vileda, Freudenberg Co., 的分公司, 德国, 且它为用与甲醛交联的 PVA 粘合剂涂覆的 PVA 织物) 的实验结果如下:

染前预湿 = 3 秒;

水损失 % = 12.8;

总吸水量 = $137.5\text{g}/\text{ft}^2$ ($1479\text{g}/\text{m}^2$);

吸水量的克数/擦布的克数 = 7.9;

抗张强度 (机器方向) = $273\text{ lbs}/\text{in}^2$ (188KPa);

抗张强度(交叉方向)=203 lbs/in²(1399KPa);

埃尔门多夫撕破强度(机器方向且是湿的)=86;

埃尔门多夫撕破强度(交叉方向且是湿的)=100+。

本发明实施例 1—10 的非织造织物的实验结果列于表 1 和表 2 中。实施例 1~10 的非织造织物用一般过程 I 所述的方法制备。对于每一个样品,加入 200g 聚合溶液(2.5wt% R1130)与下述反应剂连同 0.1g Orcabrite Green BN 4009 颜料。下面所示的 wt. % 是活性反应剂(固体)对 R1130 聚合物的重量百分比 wt. %。涂层样品在 150°F(65.5°C)下干燥 2 小时,再在 250°F(121.1°C)下干燥 2 小时,最后在 300°F(148.8°C)下固化 10 分钟。所有的样品都具有优异的干擦拭性能,低张力和良好的手感。

表 1

实施例号	样品种类	染前预湿(秒)	吸水克数/干擦布克数	吸收水的克数/(ft ²)	H ₂ O 损失%
1	未涂层非织造 基材对比	0	11.37	148.7	24.78
2	R1130	0	8.90	158.6	18.55
3	R1130/0.5 wt.% Nalco 8676/5 wt.% Tyzor 131	0	8.37	159.7	17.2
4	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 15 wt.% Tyzor 131	0	7.46	145.7	21.2
5	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/5 wt.% Tyzor LA	0	8.42	150.3	15.95
6	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/15 wt.% Tyzor LA	0	7.79	155.9	16.73
7	R1130/5 wt.% Tyzor 131	0	8.26	145.5	15.71
8	R1130/15 wt.% Tyzor 131	0	7.83	150.4	17.11
9	R1130/5 wt.% Tyzor LA	0	8.52	151.1	16.47
10	R1130/15 wt.% Tyzor LA	0	8.06	136.6	12.93

表 2

实施例号	样品种类	抗张强度(Kpa)		埃尔门多夫撕破	
		MD	CD	MD	CD
1	未涂层非织造 基材对比	1289	641	74.7	56.3
2	R1120	2126	2011	85.5	93.0
3	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/5 wt. % Tyzor 131	2555	2012	95.0	88.0
4	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 15 wt. % Tyzor 131	2770	2032	86.3	100
5	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/5 wt. % Tyzor LA	2543	2001	76.7	85.0
6	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 15 wt. % Tyzor LA	2802	1921	90.3	100
7	R1130/5 wt. % Tyzor 131	2481	2155	77.0	84.5
8	R1130/15 wt. % Tyzor 131	2327	2201	90.8	84.0
9	R1130/5 wt. % Tyzor LA	2356	1787	80.3	82.5
10	R1130/5 wt. % Tyzor LA	2769	2090	78.0	87.5

实施例 11~20

除了取消最终的在 300°F (121.1°C) 下固化 10 分钟外,如一般过程 I 中所述的方法制备实施例 11~20 的擦布,并如实施例 1~10 进行干燥和固化。吸水性,抗张强度和撕破实验结果列于表 3 和 4 中。

将表 3 和 4 的数据与表 1 和 2 的数据相比较,可以看出,加入 Tyzor LA 或 Tyzor 131 和最终 121.1°C 的固化可获得直接的染前预湿和更高的抗张强度和埃尔门多夫撕破值。

表 3

实施例号	样品种类	染前预湿 (秒)	吸水克数/ 干擦布克数	吸收水的克数/(ft ²)	H ₂ O 损失%
11	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676	28	8.87	152.8	17.7
12	R1130/1 wt. % Nalco 8676	60+	7.80	141.5	14.09
13	R1130/1.5 wt. % Nalco 8676	60+	7.65	141.7	13.99
14	R1130/2.0 wt. % Nalco 8676	60+	7.48	138.7	14.92
15	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/1 wt. % Tyzor LA	0	8.35	160.7	19.60
16	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 5 wt. % Tyzor LA	0	8.49	161.5	19.70
17	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 10 wt. % Tyzor LA	0	8.31	155.6	16.57
18	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 1 wt. % Tyzor 131	0	8.49	164.2	18.63
19	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 5 wt. % Tyzor 131	0	8.12	165.0	19.69
20	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 10 wt. % Tyzor 131	0	8.61	164.8	21.33

表 4

实施例号	样品种类	抗张强度(Kpa)		埃尔门多夫撕破	
		MD	CD	MD	CD
11	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676	2218	2022	91.7	85.0
12	R1130/1 wt. % Nalco 8676	2212	1856	88.8	100.0
13	R1130/1.5 wt. % Nalco 8676	2678	1948	83.3	90.0
14	R1130/2.0 wt. % Nalco 8676	2961	2164	86.3	100.0
15	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/1 wt. % Tyzor LA	2425	1783	78.3	100.0
16	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 5 wt. % Tyzor LA	2182	2086	74.5	100.0
17	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 10 wt. % Tyzor LA	2379	2130	100.0	95.0
18	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 1 wt. % Tyzor 131	2390	1959	90.3	92.0
19	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 5 wt. % Tyzor 131	2295	1904	85.0	100.0
20	R1130/0.5 wt. % Nalco 8676/ 10 wt. % Tyzor 131	2419	1837	78.0	100.0

实施例 21~27

本发明实施例 21~27 的非织造织物如一般过程 I 中所述的方法制备。对于每一个样品,将 200g 聚合溶液(2.5wt% R1130)与 1.54g 乙二醛(40wt%水溶液)和 0.25gNH₄Cl 混合,然后与下述反应剂反应。下述 wt. %是指活性反应剂(固体)对 R1130 聚合物的重量百分比 wt. %,涂层样品在 110°F(92.2°C)下干燥 4 小时。所有的样品都具有优异的干擦拭性能,低张力和良好的手感。吸水性,抗张强度和撕破强度列于表 5 和表 6 中。

表 5

实施例号	样品种类	染前预湿(秒)	吸水克数/干擦布克数	吸收水的克数/(ft ²)	H ₂ O 损失%
21	无:比较	0	7.40	127.9	15.27
22	1 wt.% Nalco 8676	60+	8.86	157.1	24.28
23	3 wt.% Nalco 8676	60+	9.39	162.9	26.12
24	5 wt.% Nalco 8676	60+	8.03	139.3	23.10
25	1 wt.% Al ₂ (SO ₄) ₃ (100% 固体)	31	8.25	148.7	19.70
26	3 wt.% Al ₂ (SO ₄) ₃ (100% 固体)	16	8.53	153.8	21.82
27	5 wt.% Al ₂ (SO ₄) ₃ (100% 固体)	60+	8.54	147.1	21.32

表 6

实施例号	样品种类	抗张强度(Kpa)		埃尔门多夫撕破	
		MD	CD	MD	CD
21	无:比较	1717	2616	100.0	86.3
22	1 wt.% Nalco 8676	1693	2639	94.0	94.3
23	3 wt.% Nalco 8676	2509	1915	---	91.0
24	5 wt.% Nalco 8676	2248	3230	100.0	90.3
25	1 wt.% Al ₂ (SO ₄) ₃ (100% 固体)	1880	2202	100.0	82.7
26	3 wt.% Al ₂ (SO ₄) ₃ (100% 固体)	1813	2273	100.0	85.0
27	5 wt.% Al ₂ (SO ₄) ₃ (100% 固体)	2449	2030	100.0	96.0

实施例 28~29

实施例 28~29 说明了含 100%PVA 纤维的非织造织物的使用。该非织造织物由 100%1.5 旦尼尔,1.5 英寸(3.81cm)长,购自 Kuraray, Japan,基重为 7.0g/ft²(75.3g/m²)的 PVA 纤维,使用商品名为“Rando-Webber”梳理机制成。12×15 英寸(30.48×38.1cm)的该样品用含:130g R1130 溶液(2.5wt.%含固),0.16g Nalco 8676(10%含固),1.63g Tyzor 131(20wt.%溶于水),和 0.16g Orcobrite Royal 蓝色颜料# R 2008 的溶液涂覆。涂层样品在 150°F(65.5°C)下干燥 2 小时,然后在 300°F(148.9°C)下再固化 15 分钟。涂层样品具有橡胶状的感觉。吸水性和抗张强度数据列于表 7 和表 8 中:

表 7

实施例号	样品种类	染前预湿(秒)	吸水克数/干擦布克数	吸收的水的克数/(ft ²)	H ₂ O 损失%
28	未涂层的 100% PVA 纤维对比网	0	12.74	159.3	30.71
29	涂层的 100% PVA 纤维网	7	4.74	81.3	13.32

表 8

实施例号	样品种类	抗张强度(Kpa)	
		MD	CD
28	未涂层的 100%PVA 纤维对比网	1751	2042
29	涂层的 100%PVA 纤维网	2752	2352

实施例 30~31

实施例 30~31 说明了含 PVA 和棉纤维共混物的非织造网的使用。由 50wt. %1.5 旦尼尔, 长度为 1.5 英寸(3.81cm), 购自 Kuraray, Japan 的 PVA 纤维和 50wt. %棉纤维制成最终基重为 5.5g/ft²(59.2g/m²)的该非织造网, 使用商品名为“Rando-Webber”织物制造机。12×15 英寸(30.48×38.1cm)的该样品用含: 110g R1130 溶液(2.5wt%含固溶于水), 0.13g Nalco 8676(10%含固溶于水), 1.38g Tyzor 131 (20%含固溶于水)和 0.14g Orcobrite Royal 蓝色颜料# R 2008 的溶液涂覆。涂层样品在 150°F(65.5°C)下干燥 2 小时, 再在 300°F(148.9°C)下固化 15 分钟。该涂层样品**具有优异的干**

擦拭性能,低张力和良好的手感,吸水性和抗张强度数据列于表 9 和表 10 中。

表 9

实施例号	样品种类	染前预湿(秒)	吸水克数/干擦布数	吸收的水的克数/(ft ²)	H ₂ O 损失%
30	未涂层的 50/50PVA/ 棉纤维:对比共混网	0	22.27	170.4	50.16
31	涂层的 50/50PVA/ 棉纤维共混网	4	5.82	57.7	17.41

表 10

实施例号	样品种类	抗张强度(Kpa)	
		MD	CD
30	未涂层的 50/50PVA/ 棉纤维:对比共混网	384	411
31	涂层的 50/50PVA/ 棉纤维共混网	3689	2919

实施例 32

实施例 32 中使用的非织造网由 100%3.0 旦尼尔,2.5 英寸(6.35cm)长,购自 Courtauld's Chemical Company, England 的人造丝纤维,使用梳理/交叉铺网/针刺制得。其基重为 16.2g/ft²(174.3g/m²)。15×15 英寸(38.1×38.1cm)该样品用含:250g R1130 溶液(2.5%溶于水的含固),0.31g Nalco 8676(10%溶于水的含固),3.13g Tyzor 131 (20wt. %溶于水),和 0.4g Orcobrite Royal 蓝色颜料# R200g 的溶液涂覆。涂层样品在 150°F(65.5°C)下干燥 2 小时,然后在 250°F(121.1°C)下干燥 2 小时,最后在 300°F(148.8°C)下再干燥

10 分钟。涂层样品具有优异的干擦拭性能,低张力和良好的手感。

实施例 33

实施例 33 说明了用碘和聚乙烯醇/聚碘化物络合物处理的杀菌擦布的制备。用含 1.2g 碘化钾,0.64g 碘晶体和 50g 水配成溶液。用这种溶液饱和用实施例 5 制备的擦布。起初在被处理的样品上可看到棕色,棕色逐渐变成聚乙烯醇/聚碘化物络合物的特征蓝色。用水冲洗,碘色和气味明显地显现出来。

制备本发明制品的一般过程 I

含聚乙烯醇和人造丝纤维共混物的非织造网(45%1.5 旦尼尔,长度为 1.5 英寸(3.81cm)购自 Kuraray KK 的聚乙烯醇纤维和 55% 1.5 旦尼尔长度为 $1\frac{9}{16}$ 英寸(3.97cm)购自 BASF 的人造丝纤维)由使用商品名为“Rando-Webber”铺网机制得。所得网的平均干重为 $12\text{g}/\text{ft}^2$ ($129\text{g}/\text{m}^2$),公称厚度为 0.056 英寸(0.142cm)。

用于各实施例的含各种量 Airvol 165(99.8%水解的聚乙烯醇,分子量为 110,000,聚合度为 2500,来自 Air Products)的含水粘合剂前体溶液与 Tyzor LA 和/或 Tyzor 131 和任选的如实施例 34~47 中所述的乙二醛和 NH_4Cl (酸催化剂)进行反应。粘合剂前体溶液也可含任选的交联剂和如实施例中详细描述 pH 改性剂。将 12×15 英寸($30.48\times 38.1\text{cm}$)该网置于盘中,用约 200g 含 5.00g 总聚合物的涂层水溶液饱和。

将饱和过的样品在流通炉中,在 150°F (65.5°C)下干燥 30 分钟至 4 小时,并在流通炉内,在高于 220°F (104°C)的温度下较好地固化 10 分钟以上。每隔 10~30 分钟翻转样品,使均匀干燥,当固化完成后,样品在 $60\sim 80^\circ\text{F}$ ($15.6\sim 26.7^\circ\text{C}$)的自来水中调湿 60 分钟,再干燥。然后分析样品的亲水性,保水性和吸水性,抗张强度,撕破强度和干擦拭性能。

实施例 34~38

实施例 34—38 说明了使用钛酸盐交联的 PVA 粘合剂对本发明擦试制品的好处。实施例 34—38 的擦布按一般过程 I 中所述的方法制备,其组成如下述,最初涂层量为每 200g 溶液含 5 克聚合物材料,在 150F (65.5°C)下缓慢干燥,随后在 300F (148.9°C)下固化。吸水性,抗张强度和撕破数据分别列于表 11 和表 12 中。

表 11

实施例号	种类	染前预湿(秒)	H ₂ O 损失%	吸水的克数/ft ²	吸收的水重/干重(g/g)	有效的水的克数/ft ²
34	不含钛酸盐的 Airvol 165	0	20.49	157.62	8.20	116.22
35	含 5%Tyzor LA 的 Airvol 165	0	17.52	149.55	7.95	109.86
36	含 15%Tyzor LA 的 Airvol 165	0	13.10	142.83	7.51	101.49
37	含 5%Tyzor 131 的 Airvol 165	0	18.89	144.96	7.77	106.56
38	含 15%Tyzor 131 的 Airvol 165	0	15.79	133.47	7.21	96.06

表 12

实施例号	种类	平均抗张强力(Kpa)		埃尔门多夫撕破(湿)	
		机器	交叉	机器	交叉
34	不含钛酸盐的 Airvol 165	2489	1999	100+	88
35	含 5%Tyzor LA 的 Airvol 165	2916	2330	100+	89
36	含 15%Tyzor LA 的 Airvol 165	2985	2489	83	96
37	含 5%Tyzor 131 的 Airvol 165	2930	2296	86	93
38	含 15%Tyzor 131 的 Airvol 165	3103	2530	75	88

实施例 39—45

实施例 39—45 说明了使用钛酸盐和任选的乙二醛交联的 PVA 粘合剂对本发明擦试制品的好处。实施例 39—45 的擦布是这样制备的,最初涂层重量为每 200 克溶液含 5 克总 PVA,1.59 克乙二醛和 0.25 克 NH_4Cl ,在 150F (65.5°C) 下缓慢干燥,吸水性,抗张强度和撕破数据分别列于表 13 和表 14 中。

表 13

实施例号	样品种类	染前预湿(秒)	H ₂ O 损失%	吸水的克数/ft ²	吸收的水重/干重(g/g)	有效的水的克数/ft ²
39	含乙二醛, NH ₄ Cl, 不含钛酸盐的 Airvol 165	1	14.47	125.37	7.42	88.11
40	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 1% Tyzor LA 的 Airvol 165	1	14.91	124.62	7.39	87.81
41	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 5% Tyzor LA 的 Airvol 165	1	14.65	128.88	7.34	92.64
42	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 10% Tyzor LA 的 Airvol 165	1	14.75	130.53	7.35	93.33
43	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 1% Tyzor 131 的 Airvol 165	1 to 25	13.83	121.05	7.34	84.36
44	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 5% Tyzor 131 的 Airvol 165	1 to 20	15.27	128.61	7.48	91.23
45	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 10% Tyzor 131 的 Airvol 165	1	14.58	121.92	7.27	83.97

表 14

实施例号	种类	保留的 PVA	平均抗张强力 (KPa)		埃尔门多夫撕破 (湿)	
			机器	交叉	机器	交叉
39	含乙二醛, NH ₄ Cl, 不含钛酸盐的 Airvol 165	80.5	2482	2255	98	100+
40	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 1% Tyzor LA 的 Airvol 165	83	2709	2193	86	100
41	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 5% Tyzor LA 的 Airvol 165	91.2	2592	2055	86	96
42	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 10% Tyzor LA 的 Airvol 165	91.9	2758	2034	88	95
43	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 1% Tyzor 131 的 Airvol 165	78.2	2696	2455	97	100+
44	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 5% Tyzor 131 的 Airvol 165	86.1	2772	2392	94	100+
45	含乙二醛, NH ₄ Cl, 和 10% Tyzor 131 的 Airvol 165	75.1	2558	2310	100+	100+

实施例 46

实施例 46 说明了对按一般过程 II 制得的本发明擦拭制品以各种颜色和色调着色的能力。制备含 100 克 5 wt% Airvol 165, 1.68 克 Tyzor LA, 0.03 克, 0.06 克, 0.13 克, 0.25 克或 0.5 克分散颜料和去离子水的粘合剂前述溶液, 以使每一次操作的溶液总重量都达 200 克, 将粘合剂前体溶液涂覆在 12×15 英寸(30.48×38.1 厘米)如一般过程 II 中所述方法制得的 PVA/人造丝非织造网上, 在 120 F(48.9°C)下干燥 2 小时, 最后在 140F(57.0°C)下固化 1 小时。操作完全后, 将样品在 140—176 F(60—80°C)的水中调湿 60 分钟, 干燥, 结果列于下表中。

颜料, 量	结果
"Orcobrite Red BN", 0.03 to 0.5 g	好的颜色并牢固
"Orcobrite Yellow 2GN", 0.03 to 0.5 g	好的颜色并牢固
"Orcobrite Green BN", 0.03 to 0.5 g	好的颜色并牢固
"Aqualor Green"	好的颜色, 粘合剂洗去
"Aqualor Blue"	好的颜色, 粘合剂洗去

含水颜料分散体 KUTTD "Aqualor" 是从 Penn Color (Doylestown, PA) 获得的, 那些 KUTTD Orcobrite 含水颜料分散体是从 Organic Dyestuffs (Concord, NC) 获得的。好的结果是由各种 "Orcobrite" 系列的颜料获得的。"Aqualor" 和 "Orcobrite" 分散颜料之间主要的区别是 "Aqualor" 分散颜料实质上呈较高的碱性, 而可能导致钛酸盐交联剂固化不充分。一般来说最好的着色结果是在 240—250 F(115.6—121°C) 的固化温度下获得, 尽管更高的温度也

是有用的。

实施例 47

实施例 47 说明了按一般过程 II 制造的本发明合成擦布在用于卫生,商业和/或食品服务业用许多杀菌,杀真菌和消毒溶液浸渍的能力。按一般过程 II 制造的非织造织物用含 1.2g 碘化钾,0.64g 固体碘晶体和 50g 去离子水的水溶液饱和。

起初,被过理过的样品显示棕色。棕色逐渐地变成蓝色,即聚乙烯醇/聚碘化物络合物的特征色。当用水冲洗制品时,碘色和气味明显地显现出来。

制备本发明制品的一般过程 III

将 12×15 英寸(30.48×38.1 厘米)的聚乙烯醇/人造丝件(45%1.5 旦尼尔,长为 1.5 英寸(3.81 厘米)购自 Kuraray KK 的聚乙烯醇纤维和 55%1.5 旦尼尔长为 $1\frac{9}{16}$ 英寸购自 BASF 的人造丝纤维)共混的非织造纤维件(厚度=56 密耳(0.142 厘米),基重=11.5 克/ft²(123.8g/m²),使用“Rando-Webber”铺网机制造)置于盘中,用 200 克含 5.00 克总聚乙烯醇和聚丙烯酸的粘合剂前体水溶液(由 5%“Airvol 165”水溶液与 2.5%聚丙烯酸水溶液混合制得)饱和。将“Airvol 165”(99.8%水解聚乙烯醇,MW=110,000,DP=2500,来自 Air Products)与聚丙烯酸(750,000MW,Aldrich Chemical Co.)结合起来使用。用 85%磷酸调节粘合剂前体溶液的 PH。将样品和盘置于 120—150F(48.9—65.5℃)流通干燥炉中 2 小时,随后在 300F(148.9℃)下固化,如表 15 中所述,在约 30 分钟和 60 分钟之后,翻转样口以保证均匀干燥。当固化完成时,将样品在 60—80F 的水中调湿 60 分钟,然后干燥。

实施例 48—62

实施例 48—62 的擦布按一般过程 III 在如表 15 中所述的条件下

7

制造,随后分析染前预湿,吸水性,抗张强度,撕破强度和干燥拭性能。实验结果列于表 16—17 中。实施例 48—62 各含 0.1 克“Or-cobrite Yellow 2GN 900”(一种黄色颜料,购自 Organic Dyestuffss, Corp.)。

表 15

实施例号	种类	固化条件	在调湿过程中 涂层损失%	调湿的涂层 重量(g/m ²)
48	聚丙烯酸 pH=3.0 对比	2 HR 120°F (48.9°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	4	40.5
49	Airvol 165 (聚乙烯醇) pH=3.0, 对比	2 HR 120°F (48.9°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	1	48.4
50	1 份聚丙烯酸/ 2 份 Airvol 165 pH=3.0	2 HR 120°F (48.9°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	49.5
51	1 份聚丙烯酸/ 3 份 Airvol 165 pH=3.0	2 HR 120°F (48.9°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	48.2
52	1 份聚丙烯酸/ 5 份 Airvol 165 pH=3.0	2 HR 120°F (48.9°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	56.9
53	1 份聚丙烯酸/ 10 份 Airvol 165 pH=3.0	2 HR 120°F (48.9°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	58.5
54	1 份聚丙烯酸/ 99 份 Airvol 165 pH=3.5	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	52.4
55	1 份聚丙烯酸/ 99 份 Airvol 165 pH=3.5	2 HR 150°F (65.6°C)/ 15 MIN 300°F (148.9°C)	0	51.6
56	1 份聚丙烯酸/ 99 份 Airvol 165 pH=3.5	2 HR 150°F (65.6°C)/ 25 MIN 300°F (148.9°C)	0	55.4
57	0.1 份聚丙烯酸/ 99 份 Airvol 165 pH=3.5	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	1	49.5
58	0.5 份聚丙烯酸/ 99 份 Airvol 165 pH=3.5	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	1	53.5

实施例号	种类	固化条件	在调湿过程中 涂层损失%	调湿的涂层 重量(g/m ²)
59	1份聚丙烯酸/ 99份 Airvol 165 pH=3.5	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	55.4
60	1份聚丙烯酸/ 99份 Airvol 165 pH=4.0	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	49.7
61	1份聚丙烯酸/ 99份 Airvol 165 pH=4.6	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	0	52.3
62	1份聚丙烯酸/ 99份 Airvol 165 pH=3.3	2 HR 150°F (65.6°C)/ 5 MIN 300°F (148.9°C)	1	48.3

表 16

实施例号	抗张强度 机器方向 (KPa)	抗张强度 交叉方向 (KPa)	埃尔门多夫 撕破实验 (机器方向)	埃尔门多夫 撕破实验 (交叉织物方向)	% H ₂ O 损失
48	1910	1014	65	73	11
49	3054	2240	53	90	11
50	2937	2420	54	100+	10
51	3296	2117	74	86	11
52	2379	1751	87	100+	11
53	2779	1813	81	82	13
54	2772	2737	96	100+	18
55	2958	2565	77	100+	20
56	2854	2399	79	90	21
57	2758	2365	91	100+	16
58	2523	2324	88	100+	18
59	2723	2461	85	100+	20
60	2737	2392	89	100+	22
61	2785	2358	87	100+	22
62	2909	2275	90	100+	19

表 17

实施例号	总吸水量 (g/ft ²)	吸水量/干重 Wt. (g/g)	有效吸水量 (g/ft ²)
48	175.7	9.70	105.2
49	137.7	7.70	98.9
50	142.7	7.63	101.1
51	139.4	7.27	94.5
52	126.2	6.13	84.9
53	136.3	6.67	96.3
54	158.7	7.78	114.0
55	157.0	8.03	111.4
56	156.0	7.46	111.1
57	148.6	7.41	105.0
58	159.7	7.86	115.3
59	160.9	8.31	116.7
60	158.7	8.55	116.1
61	162.1	8.21	118.3
62	150.8	7.76	108.7

实施例 63

本实施例说明了用碘和聚乙烯醇/聚碘化物络合物制备的杀菌擦布,且它按一般过程Ⅲ制造,制备含 1.2 克碘化钾,0.64g 碘晶体和 50 克水的溶液。将该溶液涂覆在按上述一般过程Ⅲ制备的聚丙烯酸/聚乙烯醇比为 1:2 的擦布的样品上。起初,被处理的样品呈棕色。棕色逐渐地变成聚乙烯醇/聚碘化物络合物的特征蓝色。当用水冲洗时,碘色和气味就明显地显现出来了。

制备本发明制品的一般过程Ⅳ。

将 12×15 英寸(30.48×38.1 厘米)的聚乙烯醇/人造丝件(45% 1.5 旦尼尔,长为 1.5 英寸(3.81 厘米)购自 Kuraray KK 的聚乙烯醇纤维和 55%1.5 旦尼尔长为 1.56 英寸(3.96 厘米)购自 BASF 的人造丝纤维)共混的非织造纤维基材(厚度=56 密耳(0.142 厘米),基重为 11.5g/ft²(123.8 克/厘米²),用商品名为“Rando—Webber”的铺网机制造)置于盘中,用 200 克含 5.00 克总聚乙烯醇的粘合剂前体水溶液饱和。将“Airvol 165”(99.8%水解的聚乙烯醇,MW=110,000,DP=2500,来自 Air Products)与在实施例 64 中制备的含有实施例 65—91 的聚乙烯醇含量的间同立构聚乙烯醇结合起来使用。按实施例,粘合剂前体溶液也可含任选的交联剂和 PH 改性剂。将样品和盘置于所述的 120—150 F(48.9—65.6℃)的流通干燥炉内 3—4 小时,在约 30 分钟和 60 分钟之后,翻转样品,以保证均匀干燥。当固化完成时,将样品在 60—80 F(15.6—26.7℃)的水中调湿 60 分钟,然后干燥。然后分析样品的染前预湿,吸水性,抗张强度,撕破强度和干擦拭性能,结果列于表 18—27 中。

实施例 64: 间同立构 PVA 的制备

本实施例说明了用于实施例 65—91 的间同立构聚乙烯醇的制备。

将聚三氟乙酸乙烯酯(PVTFA)共聚物(300 克)溶于 700 克丙酮中。将该溶液缓慢地加到 1700 克 10% 已用冰冷至 15℃ 的甲醇氨中。尽管有剧烈的机械搅拌,但在搅拌器叶片上生成大球状固体材料使搅拌无法有效。添加完毕后,用手弄碎球并剧烈地摇动混合物。重复该过程两次以上(消逝时间为约 3 小时)。对分离的物块进行剧烈的机械搅拌 20 分钟,使之在室温下静置过夜。

滗析除去上层液体,获得白色粉末和黄色原纤混合物。用过滤法收集固体,并分散在盘中,在 156 F 下蒸发剩余溶剂。2 小时后达到恒重时,收集固体。将固体在共混机中弄碎,获得 87.3 克米色粉末,

92%产率,下简称为“Syn”。使用 IR 和¹H NMR 光谱和凝胶渗透色谱法分析该材料。结果表明可能存在微量的三氟乙酸酯和盐。由¹H NMR 在 DMSO-d₆ 中测量的三元间同规正度为 33%,无规立构度=50%,全同规整度=17%。水解的聚合物和三氟乙酸酯前体聚合物之间的区别可能是由于在干燥或沸水中的溶液酸催化引起羟基的差间异构化。

实施例 65—70

实施例 65—70 说明了在本发明擦拭制品中单独使用间同立构聚乙烯醇或与无规立构聚乙烯醇共混的好处。所制备的制品的最初涂层重量为 5 克总 PVA/200 克溶液。固化条件为在 48.9°C 下 4 小时。

表 18

实施 例号	种类	抗张强度 机器方向 (KPa)	抗张强度 交叉方向 (KPa)	在调节过程 中%涂层 重量损失	埃尔门多夫 撕破机器方向	埃尔门多夫 撕破交叉方向
65	100% AIRVOL 165	2061	1131	10.1	63(5)	95(7)
66	99% AIRVOL 165:1% Syn	2186	1496	8.9	79(2)	100+
67	95% AIRVOL 165:5% Syn	2027	1427	8.4	74(7)	89(0)
68	90% AIRVOL 165:10% Syn	2475	1799	7.8	75(4)	86(7)
69	80% AIRVOL 165:20% Syn	2109	1510	6.2	100+	95(4)
70	100% Syn	2661	1979	5.5	100+	91(0)

表 19

实施 例号	种类	染前预湿 (秒)	%水损失	总的吸水量 (g/ft ²)	吸水量/ 样品干重 (g/g)	有效吸水量 (g/ft ²)
65	100% AIRVOL 165	0	17.4	134.52	7.92	99.60
66	99% AIRVOL 165:1% Syn	0	20.0	150.09	8.38	112.50
67	95% AIRVOL 165:5% Syn	0	15.0	136.17	7.81	99.90
68	90% AIRVOL 165:10% Syn	0	14.8	130.50	7.63	95.40
69	80% AIRVOL 165:20% Syn	0	15.8	131.58	7.14	94.80
70	100% Syn	2	16.8	143.25	7.33	106.71

实施例 71—83

这些实施例说明了在本发明擦拭制品中间同立构的聚乙烯醇和化学交联剂(Tyzor LA 和/或乙二醛)的使用情况。固化条件为在 150F (65.5°C)下 3.5 小时, Tyzor LA 的 mol%交联量基于钛和聚乙烯醇之间的四根键。乙二醛的 mol%交联量基于乙二醛和聚乙烯醇之间的四根键。

表 20

实施例号	种类	染前预湿 (秒)	水损失	总的 吸水量 (g/ft ²)	吸水量/ 样品干重 (g/g)	有效吸水量 (g/ft ²)
71	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 1% 共混物	0	25.1	129.2	8.65	119.49
72	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 1% 共混物	0	20.1	137.4	8.12	117.36
73	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 5% 共混物	0	16.9	134.7	7.71	106.92
74	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 5% 共混物	0	17.8	135.2	7.62	108.00
75	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 10% 共混物	0	21.7	128.4	7.96	110.28

表 21

实施 例号	种类	染前预湿 (秒)	% 水损失	总的吸水量 (g/ft ²)	吸水量/ 样品干重 (g/g)	有效吸水量 (g/ft ²)
76	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 10% 共混物	0	18.2	133.8	7.70	108.2
77	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 1% 共混物	0	15.6	137.8	8.42	107.7
78	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 1% 共混物	0	17	139.4	8.58	111.4
79	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 5% 共混物	0	15.8	145.4	8.35	114.7
80	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 5% 共混物	0	17.3	139.7	8.80	113.3
81	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 10% 共混物	0	11.2	144.5	8.40	107.1
82	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 10% 共混物	0	16.9	154.8	8.30	122.3
83	10% 间同立构 Airvol 165 共混物	0	13.1	141.9	7.46	105.2

表 22

实施例号	种类	抗张强度 机器方向 (KPa)	抗张强度 交叉方向 (KPa)	在调湿过程中%涂层 重量损失
71	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 1% 共混物	2158	2082	4.3
72	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 1% 共混物	2971	1724	4.2
73	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 5% 共混物	2572	2199	4.4
74	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 5% 共混物	2737	1979	4.5

表 23

实施例号	种类	抗张强度 机器方向 (KPa)	抗张强度 交叉方向 (KPa)	在调湿过程 中%涂层 重量损失
75	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 10%共混物	2475	1944	5.1
76	间同立构 Airvol 165 与 20mol% Tyzor LA 交联 的 10%共混物	2910	2240	4.8
77	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 1%共混物	2820	1889	3.3
78	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 1%共混物	2351	---	3.5
79	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 5%共混物	2482	2006	3.2
80	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 5%共混物	2199	1841	3.5
81	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 10%共混物	2227	1696	3.5
82	间同立构 Airvol 165 与 40mol% 乙二醛交联 的 10%共混物	2379	1786	3.0
83	10%间同立构 Airvol 165 共混物	2365	1696	1.8

实施例 84—86

实施例 84—86 说明了涂层重量对按一般过程 IV 制造的制品的参数影响。将只含 30% 间同立构 PVA 的粘合剂前体溶液以如表 24 和 25 中所述的各种涂层重量(即,在涂层溶液中含 1 克, 2 克, 5 克总 PVA)涂覆在非织造基材上,表 24 和 25 同样也表示了吸水性和强度测定结果。

表 24

实施例号	种类	抗张强度 机器方向 (KPa)	抗张强度 交叉方向 (KPa)	在调节过程中%涂层 重量损失	埃尔门多夫 撕破机器方向	埃尔门多夫 撕破交叉 方向
84	5g: 100% 间同立构	2661 ± 117	1979 ± 69	5.5	100+	91 ± 0
85	2g: 100% 间同立构	2006 ± 131	1351 ± 34	3.3	75 ± 6	96 ± 2
86	1g: 100% 间同立构	1441 ± 138	1186 ± 89	2.9	84 ± 9	100+

表 25

实施例号	种类	染前预湿 (秒)	水损失	总的吸水量 (g/ft ²)	吸水量/ 样品干重 (g/g)	有效吸水量 (g/ft ²)
84	5g: 100% 间同立构	2	16.8	143.25	7.33	106.71
85	2g: 100% 间同立构	0	18.2	146.31	8.31	116.40
86	1g: 100% 间同立构	0	20.5	157.68	10.43	127.62

实施例 87—89

实施例 87—89 说明了在粘合剂前体溶液涂覆于非织造基材后, 直接氨解聚三氟乙酸乙烯酯的结果, 这些制品(表 26 和 27)的吸水性和强度优于那些在前述实施例中所述的 30% 间同立构聚乙烯醇水涂液的吸水性和强度, 对所观察到的优点的一个解释是间同规正度的酸催化损失可藉使用这一方法而降低到最小, 这一方法可能产生较大的氨解表面积。

表 26

实施例号	种类	抗张强度 机器方向 (KPa)	抗张强度 交叉方向 (KPa)	在调湿过程中 %重量损失
87	16g PVTFA/氨解的 (5g PVA)	3744	3041	0
88	6.5g PVTFA/氨解的 (2g PVA)	2544	2082	0
89	3.2g PVTFA/氨解的 (1g PVA)	1551	1165	0

表 27

实施例号	种类	染前预湿 (秒)	水损失	总的吸水量 (g/ft ²)	吸水量/ 样品干重 (g/g)	有效吸水量 (g/ft ²)
87	16g PVTFA/ 氨解的 (5 g PVA)	0	22.5	114.4	5.86	81.5
88	6.5 g PVTFA/ 氨解的 (2 g PVA)	0	23.0	143.2	7.90	107.6
89	3.2 g PVTFA/ 氨解的 (1 g PVA)	0	30.1	166.2	9.82	134.1

实施例 90

本实施例说明了采用一般过程 IV, 用碘和聚乙烯醇/聚碘化物络合物制备的杀菌擦布。制备含 1.2 克碘化钾, 0.64 克碘晶体和 50 克水的溶液, 将该溶液涂覆在如实施例 84—86 制备的擦布样品上。起

初,被处理的样品呈棕色。棕色逐渐地变成聚乙烯醇/聚碘化物络合物的特征蓝色。当用水冲洗时,碘色和气味明显地显现出来。

实施例 91

制备在 200 克总溶液中含 5 克 30% 间同立构 PVA 作为唯一组分的粘合剂,并如实施例 84—86 含 0.1 克“Orcobrite Blue 2GN 颜料 (Organic Dyestuffs Corp. Concord, NC) 涂覆。样品在 250 F (121°C) 下固化 2 小时。样品稍微有点脱色并有强烈的气味,但在微热水中调湿 2 小时后使染色牢固。

在不偏离权利要求书的范围下,本发明的各种改进和变换对本领域的专家来说是显而易见的,并且应该理解的是权利要求书不会被说明书中所述的实施例过度地限制。

说明书附图

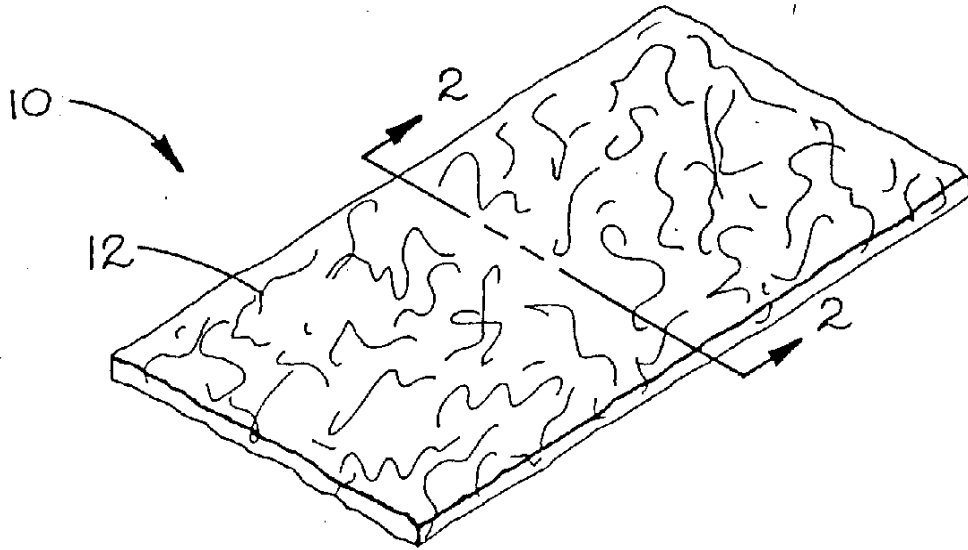


图 1

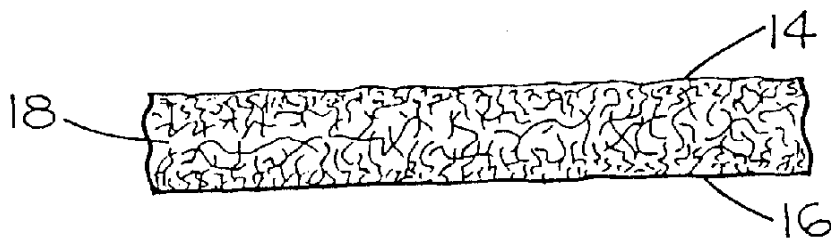


图 2

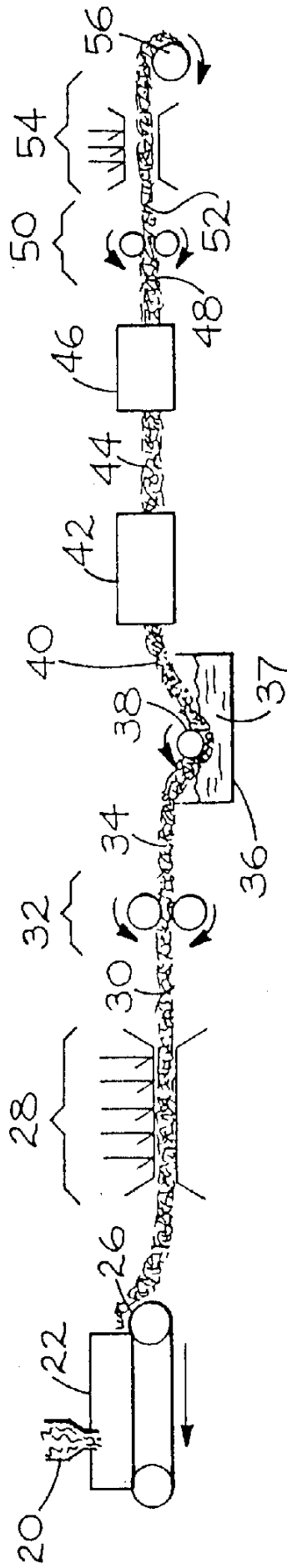


图 3