

ÖZET

POLİSAKKARİTLERİN OKSİDASYONU İLE ÜRETİLEN POLİALDEHİDLERİN SULU BİLEŞİMLERİ VE BUNLARIN 5 TERMOSETLERİ

10 Bu buluş, bir diprimer amin veya poli (primer amin) ve 2'den 25'e kadar bir DE değerine sahip olan ve 2'den 10 millieq CHO / g'ye sahip kuru oksitlenmiş dekstrin veya daha büyük bir oksidize dekstrinin oksitlenmesiyle yapılan bir veya daha fazla suda çözünür oksitlenmiş dekstrin veya 2'nin altında DE değeri olan ve 0.25 ila 5 millieq CHO / g kuru oksitlenmiş dekstrin içeren bir dekstrin oksitlenmesiyle yapılan bir oksitlenmiş dekstrin içeren ısıyla sertleştirici sulu bağlayıcı bileşimler sağlar. Sulu biyolojik bazlı bağlayıcılar, ısıyla sertleştirildiğinde sıcak yaş gerilme mukavemeti sağlar.

15

İSTEMLER

1. Sulu ısıyla sertleşen bağlayıcı bileşim olup, i) 1 ila 25 bir dekstroz eşdeğeri (DE) değerine sahip bir dekstrinin oksitlenmesiyle yapılan bir veya daha fazla suda çözünür
5 oksitlenmiş dekstrin içerir, ki oksitlenmiş dekstrin, 2'den 25'e kadar bir DE değerine sahip bir dekstrin oksitlenerek yapılan 2 ila 10 millieq CHO / g kuru oksitlenmiş dekstrin içeren bir oksitlenmiş dekstrinden seçilir, ve bir oksitlenmiş dekstrin, 2'nin altında bir DE değerine sahip bir dekstrinin oksitlenerek yapılan 0.25 ila 5 millieq CHO / g kuru oksitlenmiş dekstrin içerir, ve ii) bir veya daha fazla diprimer diamin veya poli (primer amin) içerir, burada toplam diprimer diamin veya poli (primer amin) katıların toplam oksitlenmiş dekstrin katılara ağırlık oranı 0.1: 1 ila 1.25: 1 arasındadır.
- 10
2. İstem 1'de talep edilen sulu bağlayıcı bileşim olup, bu bileşimde, (i) suda çözünür oksitlenmiş dekstrin, 2'nin altında bir DE değerine sahip olan ve 0.25 ila 5 millieq CHO / g kuru oksitlenmiş dekstrin olan bir dekstrin oksitlenerek yapılan oksitlenmiş bir dekstrin'dir.
- 15
3. İstem 1'de talep edilen sulu bağlayıcı bileşim olup, bu bileşimde, (i) suda çözünür oksitlenmiş dekstrin, oksitlenmiş bir maltodekstrin'dir.
- 20
4. İstem 1'de talep edilen sulu bağlayıcı bileşim olup, bu bileşimde, (i) suda çözünür oksitlenmiş dekstrin, 2'den 25'e kadar bir DE değerine sahip olan ve kuru oksitlenmiş dekstrinin 2'den 10 millieq CHO / g'ye sahip olan bir dekstrin oksitlenerek yapılan oksitlenmiş bir dekstrin'dir.
- 25
5. İstem 1'e göre sulu bağlayıcı bileşim olup, burada toplam (ii) diprimer diamin veya poli (primer amin) katıların toplam (i) oksidize dekstrin katılarındaki ağırlık oranı 0.1: 1 ila 0.5: 1 arasındadır.
- 30
6. İstem 1'e göre sulu bağlayıcı bileşim olup, burada (ii) diprimer diamin veya poli (primer amin) bir diprimer diamindir.

7. İstem 1 ila 6'dan herhangi birine göre sulu bağlayıcı bileşim olup, ayrıca bir veya daha fazla stabilizatör içerir.

5 8. İstem 7'ye göre sulu bağlayıcı bileşim olup, burada stabilizatör bir veya daha fazla stabilizatör asit veya 8.5 veya daha düşük bir pKa'ya sahip olan veya tuzdan seçilir.

10 9. İstemler 1 ila 6'dan herhangi birinde talep edilen sulu bağlayıcı bileşim olup, burada poli (birincil amin), 200 ila 5.000 arasında bir ortalama molekül ağırlığına sahiptir ve poli (birincil amin) toplam ağırlığına göre birincil amin grupları içeren ağırlıkça % 10 veya daha fazla tekrarlanan birim içerir.

15 10. İstem 1 ila 6'dan herhangi birine göre olan bileşimleri yapma yöntemi olup, yöntem bir periodat, bir periodat tuzu, bir peroksidin, tercihen hidrojen peroksidin ve bir metal tuzu katalizörü, tercihen +2 oksidasyon durumunda en az bir demir atomuna sahip bir demir tuzu veya daha çok tercihen demir sülfatin, bir kombinasyonundan seçilen bir oksidanın varlığında bir veya daha fazla dekstrin oksitlenmesini ve oksitlenmiş dekstrin içeren bir aldehit grubunun sağlanması ve sonuçtaki ürünün bir diprimer diamin veya bir poli (primer amin) ile karıştırılmasını içerir.

20

TARİFNAME

5 POLİSAKKARİTLERİN OKSİDASYONU İLE ÜRETİLEN POLİALDEHİDLERİN SULU BİLEŞİMLERİ VE BUNLARIN TERMOSETLERİ

10 Mevcut buluş, en az iki aldehit grubuna, tercihen oksitlenmiş maltodekstrinlere ve en az iki birincil amin grubuna, tercihen de diprimer diaminlere sahip poliaminlere sahip oksitlenmiş dekstrinleri içeren ısıyla sertleştirici sulu birleştirici bileşimlere ve aynı zamanda sulu bağlayıcı bileşimlerin ve cam veya mineral yün elyaf yalıtımı ve hasırları gibi bunların termoset (ısı ile sertleşen) ürünlerinin yapım ve kullanım yöntemleri ile ilgilidir.

15 Halen, üreformaldehit (UF) veya fenol-formaldehit (PF) ile performans bazında bir maliyetle rekabet edebilecek hiçbir ısıyla sertleşen bağlayıcı reçinesi bulunmamaktadır. Fakat formaldehitin dünya çapında bir karsinojen olarak artan sınıflandırması ve bu sınıflandırmayı destekleyen kanıtların artması, fiber izolasyonu için termoset bağlayıcılar dahil, bu UF ve PF ısıyla sertleşen bağlayıcı reçinelerin yerini alacak bağlayıcı uygulayıcıları bırakmıştır. Tercihen, değiştirmenin
20 değiştirilmesi bir düşüş olacaktır, yani, bağlayıcı uygulayıcılara halihazırda kullandıkları aynı uygulama ekipmanını kullanma lüksüne olanak verecektir.

25 Elyaf yalıtım endüstrisindeki performans ihtiyacının giderilmesi için son yıllarda çeşitli (poli) sakkarit ve amin sulu termoset bağlayıcılar geliştirilmiştir. Bu bileşimler, kürlendiklerinde bile, ıslandığında veya ıslandığında zayıflığa karşı zayıflık sağlarlar; ve bunlar büyük ölçüde uzaklaşmaya eğilimlidirler, böylece kullanım için gereken miktarı arttırırlar, böylece bir bağlayıcı olarak kullanım maliyetlerini arttırırlar.

30 Borchert'e ait ABD Patent no 3,278,468, nişasta gibi, periodat oksitlenmiş nişasta ve üre'nin bir termoset içerdiği polisakaritlerin oksidasyonunu açıklar. Bu tür bağlayıcı formülasyonları ile ilgili temel problem, jellenmeden önce bu malzemelerin raf ömrünün saat olmasıdır, buda, bir ticari ürün için uygun değildir, ayrıca, Borchert bileşimi, oksitlenmiş nişastanın suda çözünür olmadığı, aksine bir dispersiyon olmadığı homojen bir çözelti değildir.

Bu buluşu yapanlar, (poli) sakkarid ve amin bağlayıcılara kıyasla kürlendiğinde, makul ölçüde raf stabil olan ve iyileştirilmiş ıslak gerilme mukavemeti sağlayan bir biyosürel malzemedен oluşan bir formaldehit içermeyen bağlayıcı temin etme problemini çözmek için çaba göstermiştir.

BULUŞUN BEYANI

1. Mevcut buluşa uygun olarak, esas olarak formaldehit içermeyen sulu ısıyla sertleşen bağlayıcı bileşimleri, i) 1 ila 25, tercihen 1 ila 20, tercihen oksitlenmiş maltodekstrin bir dekstroz eşdeğeri (DE) değerine sahip bir dekstrin oksitlenerek yapılan bir veya daha fazla suda çözünür oksitlenmiş dekstrin içerir, oksitlenmiş dekstrin, 2 ila 10 millieq CHO / g kuru oksidize dekstrin içeren bir oksidize dekstrinden, 2 ila 25 arasında bir DE değerine sahip olan bir dekstrin oksitlenerek veya tercihen 2 ila 20 oranında bir oksitlenerek seçilir, ve 2'nin altında bir DE değerine sahip bir dekstrinin oksitlenerek yapılan 0.25 ila 5 millieq CHO / g kuru oksitlenmiş dekstrine sahip bir oksitlenmiş dekstrin içerir ve ii) bir veya daha fazla diprimer diamin veya poli (primer amin), tercihen bir diprimer diamin içerir, burada toplam diprimer diamin veya poli (primer amin) katıların toplam oksitlenmiş dekstrin katılarına ağırlık oranı 0.1: 1 ila 1.25: 1, tercihen 0.1: 1 ila 0.5: 1 arasındadır.
2. Mevcut buluşun yukarıdaki 1 'deki bileşimleri ayrıca ağırlıkça % 0.01 ila % 20 veya tercihen ağırlıkça % 10'a kadar bir veya daha fazla stabilizatör, örneğin bir stabilizatör asit veya 8.5 veya daha az, tercihen 7.5 veya daha az bir pKa'ya sahip olan tuz, örneğin, amonyum fosfat, diamonyum fosfat veya amonyum sülfat gibi inorganik asitlerin amonyum tuzları içerebilir.
3. Mevcut buluşun yukarıdaki 1 veya 2'deki bileşimleri, ayrıca, fosfor içeren tuzlar veya bir organik bromin bileşiği, örneğin dekabromodifenil oksit / antimon trioksit gibi, ağırlıkça % 6'ya kadar, veya tercihen ağırlıkça % 4'e kadar, bir veya daha fazla ateşe dayanıklı madde içerebilir.
4. Mevcut buluşun 1, 2 veya 3'teki bileşimlerinde, poli (birincil amin) toplam ağırlığa göre 200 ila 5.000 arasında bir ağırlık ortalamalı moleküler ağırlığa sahiptir ve aminoetil grupları gibi birincil amin grupları içeren tekrarlanan birimlerden ağırlıkça % 10 veya daha fazla veya tercihen ağırlıkça % 20 ila ağırlıkça % 100 tekrar eden birimler içerir.

5. Mevcut buluşun bir başka yönünde, yukarıdaki 1 ila 3 arasındaki sulu ısıyla sertleşen bağlayıcı bileşimlerin herhangi birinin kullanılması için yöntemler, bağlayıcı bileşimlerin bir substrat ile uygulanması veya karıştırılması ve daha sonra bu şekilde muamele edilen substratların veya birleştiricinin sertleştirilmesi için karışımların ısıtılmasını, örneğin, 100 ila 400 ° C arasında, içerir. Uygun substratlar lifleri, şeritleri, yongaları, parçacıkları, filmleri, tabakaları ve bunların kombinasyonlarını içerebilir. Uygun substrat malzemeleri, örneğin cam, cam elyafı, taş, taş fiberleri, kompozit ve kompozit fiberleri veya organik ve inorganik substratlar, ahşap veya odunsu materyalleri içerebilir.

10 6. Bu buluşun bir başka örneğinde, yukarıdaki 1 ila 3 arasındaki herhangi bir bileşimi yapma yöntemleri, bir periodat, bir periodat tuzu, bir peroksidin, tercihen hidrojen peroksidin ve bir metal tuzu katalizörü, tercihen +2 oksidasyon durumunda en az bir demir atomuna sahip bir demir tuzu veya daha çok tercihen demir sülfatin, bir kombinasyonundan seçilen bir oksidanın varlığında bir veya daha fazla dekstrin oksitlenmesini ve oksitlenmiş dekstrin içeren bir aldehit grubunun sağlanması ve sonuçtaki ürünün bir diprimer diamin veya bir poli (primer amin) ile karıştırılmasını içerir.

15 7. Hali hazırda başka bir yönüyle bu buluş, yukarıda 1 ila 3'ten herhangi birine ait bileşimlerin uygulanmasından kaynaklanan sertleştirilmiş bir bağlayıcı içeren bir elyaf mat, örneğin işlenmiş bir substratı içerir. Tercihen, elyaf matının yoğunluğu 5 ila 220 (kg / m³) arasındadır.

Bu tarifnamede kullanıldığı haliyle, "sulu" ifadesi ya da esas olarak su ve suyla karışabilen çözücülerden oluşan su ve karışımları kapsamaktadır.

25 Burada kullanıldığı şekliyle "toplam katılara dayanan" ifadesi, bağlayıcıdaki tüm uçucu olmayan bileşenlerin toplam ağırlık miktarına (örneğin oksitlenmiş dekstrinler, primer amin (ler), stabilizörler, silanlar vb.) karşılık gelen herhangi bir bileşenin ağırlık miktarlarını ifade eder.

30 Burada kullanıldığı şekliyle, aksi belirtilmedikçe, "millieq CHO / g" ifadesi, oksitlenmiş dekstrinin (400 ila 600 mg arasında), bir çözelti elde etmek için yeterli miktarda deiyonize su (20-30 mL) içinde bilinen bir miktarda kuru oksitlenmiş dekstrin PTFE kaplamalı bir karıştırma çubuğu ile ikinci çözelti karıştırılırken ikinci

5 bir hidroksilamin (suda ağırlıkça % 50 solüsyonun 30 ml si) oksidize edilmiş ilk çözeltiye ikinci bir çözelti ilave edilerek daha sonra oda sıcaklığında dört saat boyunca elde edilen kombine çözeltinin karıştırılması ve 3.2 pH'a ulaşmak için 0.6M HCl çözeltisi ile hızla titre edilmesiyle, eritilmesiyle bulunan bir kuru oksitlenmiş dekstrinin aldehit içeriğine atıfta bulunur.

10 PH'ı 3.2'ye getirmek için gereken HCl'nin molar miktarı, solüsyondaki reaksiyona girmemiş hidroksilamine eşdeğerdir. Eklenen hidroksilamin ve titre edilmiş hidroksilamin arasındaki molar fark, oksitlenmiş dekstrin içinde mevcut olan aldehit molar miktarına eşdeğerdir.

Burada kullanıldığı şekliyle, aksi belirtilmedikçe, "millieq COOH / g" ifadesi, suyla seyreltilmiş ve pH seviyesi düzelinceye kadar baz ile titre edilen kuru oksitlenmiş dekstrinin ölçülen karboksilik asit içeriğini belirtir.

15

Burada kullanıldığı şekliyle "DE" veya "dekstroz eşdeğeri" ifadesi "kuru madde üzerinde dekstroz yüzdesi olarak ifade edilen indirgeyici şeker içeriğini" belirtir ve polisakaritlerin molekül ağırlığını karakterize etmek için kullanılır. Bkz. Nişasta Hidroliz Ürünleri El Kitabı ve Türevleri bölümü (Sayfa 86, 1995, M. W. Kearsley, S. Z. Dziedzic). Dekstrinler için, DE'nin teorik değeri, sayı ortalama moleküler ağırlığa (Mn) ters orantılıdır ve $DK = \text{glukozun (180 Da) molekül ağırlığı olan DE} = 180 / Mn \times 100$ olduğu $DE = \text{Mglukoz} / Mn \times 100$ olarak hesaplanır. Bakınız, Rong, Y. ve diğ., "Osometri ile Dekstroz Eşdeğer Değerinin ve Maltodekstrin'in Ortalama Moleküler Ağırlığının Belirlenmesi", J. Food Sci. 2009 Ocak-Şubat; 74 (1), s. C33-C40.

20

25 Örneğin, dekstroz 100 bir DE'ye sahipken, saf nişasta (örneğin mısır) 0'a yakın bir DE değerine sahiptir.

Burada kullanıldığında, aksi belirtilmedikçe, "dekstrin" terimi, bir poliglukozit, nişasta veya glikojenden, örneğin asit hidrolizi, enzimatik hidroliz veya polisakarit bozunmasının diğer araçları gibi kimyasal yollarla herhangi bir yoldan elde edilen bir oligomerik veya polimerik parçalanma ürününü belirtir.

30

Burada kullanıldığı şekliyle, "kuru oksitlenmiş dekstrin" terimi, oksitlenmiş dekstrin, bir dondurarak kurutma aparatına monte edilen ve en az 24 saat boyunca kurutulan bir

vakum şişesine yerleştirilerek dondurularak kurutulan oksitlenmiş bir dekstrin anlamına gelir.

5 Burada kullanıldığı şekliyle, aksi belirtilmedikçe, "tekrar dekstrin ünitesi" terimi, dekstrin içinde bir monosakkarit tekraralama birimine (x'in 6 olduğu CHOH_x , dekstrin birimi başına yaklaşık 180 g / mol) karşılık gelir.

Burada kullanıldığı şekliyle "emülsiyon polimeri" ifadesi, su veya sulu çözücü ile birleştirildiğinde, sulu bir emülsiyonun dağınık bir fazını oluşturan bir polimere değinmektedir.

10

Burada kullanıldığı haliyle, bir stabilizatörün "pKa" değeri, bir asit stabilizatörün en asidik protonunun pKa'sı olarak veya asit veya tuz stabilizatörünün en düşük pKa'sı olarak, yani en güçlü proton veya baz konjüгатının pKa'sı olarak anlaşılacaktır.

15 Burada kullanıldığı şekliyle "poli (birincil amin)" terimi, üç veya daha fazla birincil amin grubuna sahip herhangi bir bileşik anlamına gelir.

20 Burada kullanıldığı şekliyle, aksi belirtilmedikçe, herhangi bir molekülün "birincil amin eşdeğer ağırlığı" terimi, bir diprimer diaminin veya bir poli (primer amin) molekülün toplam moleküler ağırlığının, molekül içindeki birincil amin gruplarının sayısına bölünmesi anlamına gelir.

25 Burada kullanıldığı şekliyle "esas olarak formaldehit içermeyen" ifadesi, ilave edilen formaldehit içermeyen ve kurutma ve / veya sertleştirme sonucunda esaslı formaldehit açığa çıkarmayan bileşimlere değinmektedir.

30 Tercihen, bağlayıcıyı birleştiren bu bağlayıcı veya malzeme, bağlayıcı kurutmanın ve / veya kürlemenin bir sonucu olarak 100 ppm'den daha az formaldehid, daha tercihen 50'den az ve en çok tercihen 25 ppm'den daha az formaldehit açığa çıkarır.

Burada kullanıldığı şekliyle, aksi belirtilmedikçe, bir poliaminin "ağırlıkça ortalama molekül ağırlığı" terimi, ticari olarak temin edilebilen poliaminler için, tedarikçi bilgileri ile belirlendiği gibi veya analiz edilecek moleküler ağırlıkların tamamını kapsayan ağırlık ortalama moleküler ağırlıklarda polietilenimin standartlarına karşı

ticari olarak bulunmayan boyut dışlama jel kromatografisi (SEC) için poliaminlerin belirlediği bir maddenin molekül ağırlığını ifade eder (ortalama 200'den en az 5.000'e kadar olan).

- 5 Burada kullanıldığı şekliyle "ağırlıkça %" veya "ağırlıkça yüzde" katılara dayalı ağırlık yüzdesi anlamına gelir.

- 10 Burada kullanıldığı şekliyle "toplam bağlayıcı katılara dayanan" ifadesi, Bağlayıcının içindeki uçucu olmayan bileşenlerin toplam ağırlık miktarına kıyasla verilen herhangi bir bileşenin ağırlık miktarlarını ifade eder. (örneğin, oksitlenmiş dekstrinler, birincil aminler, stabilizatörler, yangın geciktiriciler, silanlar, emülsiyon kopolimer (ler), reaktif su yalıtım maddeleri ve benzerleri).

- 15 Tekil formlar bağlam açıkça aksini belirtmedikçe çoğul referansları içerir.

Aksi belirtilmedikçe, burada kullanılan teknik ve bilimsel terimler, teknikte uzman bir kişi tarafından yaygın olarak anlaşılanla aynı anlama sahiptir.

- 20 Aksi belirtilmedikçe, parantez içeren herhangi bir terim, parantez bulunmadığı ve parantez içinde bulunmayan terim ve her bir alternatifin kombinasyonları gibi alternatif olarak tüm terime başvurur.

- 25 Böylece "(met) akrilat" terimi, alternatif olarak metakrilat veya akrilat veya bunların karışımlarını kapsar.

- 30 Aynı bileşene veya özelliğe yönlendirilen tüm aralıkların uç noktaları, bitiş noktası ve bağımsız olarak birleştirilebilir. Bu nedenle, örneğin, 0.1: 1 ila 1.25: 1 veya tercihen 0.1: 1 ila 0.5: 1 arasındaki bir oranın açıklanan bir aralığı 0.1: 1 ila 1.25: 1, 0.1: 1 arasındadır. 0.5: 1 ila 0.5: 1 ila 1.25: 1 arasındadır.

- Aksi belirtilmedikçe, sıcaklık ve basınç koşulları oda sıcaklığı ve "ortam koşulları" olarak da adlandırılan standart basınçtır. Sulu bağlayıcı bileşimler, çevre şartları dışındaki koşullar altında kurutulabilir.

Bu buluşta, suda çözünür oksidize dekstrinler kolaylıkla işlenmekte ve geliştirilmiş raf ömrü sağlamaktadır. Mevcut buluş, polialdehitler oluşturmak için dekstrinlerin oksitlenmesi için yöntemler sağlar ki boyutsal bir mekanik analize (DMA) sahip bir termosetin sağlanması için sertleşen iki veya daha fazla primer amin grubuna sahip bir veya daha fazla primer amin içeren esas olarak formaldehid içermeyen sulu bağlayıcı bileşimlerinde ticari üre formaldehit (UF) reçinelerine benzer iyileştirme profilleri gösterilmektedir. Aslında, termosetler, sıcak ve nemli koşullara tabi tutulduktan sonra kuru gerilme özelliklerinin % 60 oranında tutulduğu kadar yüksektir. Şaşırtıcı bir şekilde, oksitlenmiş dekstrin, kuru gram oksitlenmiş dekstrin başına 6 milimetreden az CHO içermesi durumunda gerilme mukavemetinin sıcak ıslak retansiyonu gözlenmiştir.

Okside edilmiş dekstrinler bir oksidanın varlığında, örneğin bir peroksit veya periodat, bir periodat tuzu, ör. KIO₄ ve bir asit, ör. H₂SO₄, bir metal tuzu katalizörü veya oksidanon karışımı ve bir metal tuz katalizörünün varlığında, bir sulu ortam içinde bir veya daha fazla dekstrin ısıtılarak oluşabilir. Uygun metal tuzu katalizörleri örneğin demir (II) sülfat ve kurşun asetatı içerebilir. Oksitleyicilerin ve metal tuzu katalizörlerinin uygun kombinasyonları arasında peroksitler ve herhangi bir demir (II) sülfat, kobalt (II) asetat veya gümüş nitrat ve ayrıca persülfat tuzları ve gümüş nitrat kombinasyonu bulunabilir. Bu gibi yöntemler, örneğin Harrison ve diğ., ait Organik Sentetik Materyaller Derecesi, Wiley-Interscience, 1971, New York, sayfa 142-143'te belirtilmiştir.

Dekstrinlerin oksidasyonu ve işlenmesi için yöntemlerde, kullanılan katalizör miktarı, oksitlenmiş dekstrinlerin toplam katı ağırlığına göre ağırlıkça % 0.001 ila 10, veya tercihen ağırlıkça % 0.01 ila 0.5 arasında olabilir.

Dekstrinlerin oksidasyonu ve işlenmesi için usullerde, kullanılan oksidan miktarı, oksitlenmiş dekstrinlerin toplam katı ağırlığına göre ağırlıkça % 1 ila 125 veya tercihen ağırlıkça % 6 ila 120 arasında olabilir.

Bu buluşun termoset sulu bağlayıcı bileşimlerini yapmak için işlemedeki sıcaklıklar 20 ° C ila 100 ° C arasında veya tercihen 20 ° C ila 50 ° C arasında olabilir ve ilave

işlem yapılmadan çevre işleme veya işlemeyi içerebilir. İşleme, dekstrinini karamelize etmesine neden olacak kadar ısıtmamalıdır.

5 Uygun dekstrinler Clintose™ CR 10, 15 ve 18 DE maltodekstrinler (ADM, Decatur, IL), STAR-DRI™ 1 (DE), 5 (DE), 10 (DE) ve 20 (DE) maltodekstrinler (Tate ve Lyle, Decatur, IL) gibi polisakkaritler ihtiva eder.

10 Sulu bağlayıcı bileşimler, örneğin lizin ve 1,6-heksametilen diamin (HMD) gibi diprimer diaminler ve poli (primer aminler), örneğin poliaminler gibi poliaminler dahil olmak üzere bir veya daha fazla diprimer diamin veya birincil amin grubu içeren bileşikler içerir. 5,000 veya daha az, tercihen 3,800 veya daha az veya daha tercihen 2.500 veya daha az bir ağırlık ortalama moleküler ağırlığı polilinler, aminoalkil (met) akrilatların polimerleri, Polymin™ SK ve HM Polymin™ (BASF, Ludwigshafen, Almanya) gibi polietileniminler

15

Tercih edilen diprimer diaminler veya oligo (birincil amin), 400 veya daha az, tercihen 200 veya daha az bir amin eşdeğer ağırlığına sahip olabilir.

20

Diğer diprimer diaminler, örneğin trietilentetraamin gibi oligomerik diprimer diaminlerden seçilebilir.

25

Poli (birincil amin) ler, polimerin toplam ağırlığına göre, ağırlıkça % 10 veya daha fazla veya tercihen ağırlıkça % 20 veya daha fazla, aminoetil grupları gibi birincil amin gruplarına sahip polimerler içerebilir.

30

Uygun birincil di-aminler ve poli (birincil aminler), örneğin, aminoguanidin ve bunun tuzları gibi alifatik birincil diaminler gibi alkil diprimer veya daha yüksek primer diaminleri içerebilir. aminoguanidin hidroklorür, putresin, n-alkilenaminler, örneğin etilen diamin, heksametilen diaminler ve diğer alkilen diaminler; örneğin diaminoetilpiperazin gibi sikloalifatik birincil diaminler; lizin ve aminoglisin gibi diprimer amin fonksiyonel amino asitler; ve örneğin bis- (aminometil) sikloheksan (bisAMC), m-ksilendiamin (MXD) gibi aromatik di-primer aminler; polietileniminler, polietilenimin içeren kopolimerler ve ağırlıkça % 10 veya daha fazla birincil amin grubuna sahip blok kopolimerler, (amino) metakrilat, poliguanidinler gibi n-

aminoalkil (met) akrilatların polimerleri gibi istenen molekül ağırlığına sahip poliamin polimerleri, ve en az ağırlıkça % 10, tercihen ağırlıkça % 20 oranında birincil amin grubuna sahip herhangi bir başka (ko) polimer içerebilir.

- 5 Sulu bağlayıcı bileşimlerde, diprimer diamin veya poli (birincil amin) içeren birincil amin grubunun miktarı, mol oranı olarak 0.1: 1 ila 1: 1 arasında veya tercihen 0.15: 1 ila 0.75: 1 arasında olabilir. Oksitlenmiş dekstrin içindeki aldehit gruplarına birincil amin grupları.
- 10 Bu buluşun sulu birleştirici bileşimlerine uygun olarak, HMDA gibi güçlü bir diprimer diamin kullanıldığında ya da yüksek aldehit grubu içeriğine sahip oksitlenmiş bir dekstrin kullanıldığı zaman, bir ya da daha çok stabilize edici bileşik raf stabilitesini sağlamak için dahil edilir. , Örneğin 4.5 ya da daha fazla oksitlenmiş dekstrin CHO / g kuru oksitlenmiş dekstrin olarak.
- 15 Mevcut buluşun sulu bağlayıcı bileşimindeki stabilizatör aşağıdakileri içerebilir: (i) bir monokarboksilik asit, bir dikarboksilik asit, bir yağ asidi, bir asit fonksiyonel yağlı asit ester bileşiği, bir asit fonksiyonel yağ asidi eter bileşiğinden seçilen bir organik stabilizatör ve bunların karışımları, (ii) bir mineral asit, bir mineral asit amin tuzu, bir
- 20 mineral asit amonyak tuzu ve bir Lewis asidi arasından seçilen bir inorganik stabilizatör, (iii) bir kaçak asit stabilizörü veya (iv) yukarıdakilerin herhangi birinin karışımları bir yağlı asit, bir yağlı asit ester, bir yağlı asit eter bileşiği.

- 25 Kullanılan stabilizatörün miktarı, stabilizatör bileşiğin pKa'sı ile ters orantılıdır. Tercih edilen stabilizörler pKa'nın 7.5 veya daha azına veya daha tercihen 7.0 veya daha azına sahiptir.

Uygun inorganik stabilizatörler, örneğin, sülfürik asit gibi alüminyum sülfat mineral asitleri gibi Lewis asitlerini; amin asit tuzları ve amonyak asit tuzları.

- 30 Bu buluşta yararlı olan Lewis asitleri, alüminyum tuzları gibi metal tuzlarını içerir, fakat alkali (ne) metal tuzları, demir tuzları veya çinko tuzları içermez.

Tercihen inorganik stabilizatör, amonyum bikarbonat, sülfürik asit, amonyum nitrat veya alüminyum sülfattır.

Uygun organik stabilizatörler, örneğin mono- ve di-karboksilik organik asit stabilizatörleri, ör. asetik asit, bütirik asit ve adipik asit gibi sulu ortam içinde dağıtılabilen bu tür bir bileşik veya materyal; yağ asitleri, asit fonksiyonel yağ asidi esterleri veya eterleri içerebilir. Tercih edilen organik stabilizatörler asetik asit, adipik asit ve hindistancevizi asitleri ve oleik asitler gibi yağ asitleridir.

Düşük sıcaklıklarda sertleşebilen, daha az sürede sertleşen veya azaltılmış sertleşme enerjisine sahip bileşimler sağlamak için, stabilizatör olarak uygulama koşullarında parıldayan bir veya daha fazla kaçak stabilizatör kullanılabilir. Sitrik asit, asetik asit ve amonyum bikarbonat geçici stabilizatörlerin örnekleridir. Geçici stabilizatörler, cam elyafı, taş yünü substratları ve plastik lifler veya partiküller içeren ısıya duyarlı substratlar dahil olmak üzere bu buluşun bağlayıcılarının kullanılabileceği herhangi bir substrat için bağlayıcı uygulamalarında yararlıdır. Geçici stabilizatörler, bağlayıcının ısıyla sertleştirilmesinin yol açtığı yayılmayı azaltır ve böylece yüksek yoğunluklu substratlar ve ahşap kompozitlerdeki uygulamalar için yararlı olabilir.

Bağlayıcının su direncini arttırmak için, uygun organik stabilizatörler herhangi bir C12 ila C36, tercihen C12 ila C24, yağlı asit veya bir C12 ila C36, tercihen C12 ila C24 yağ asidi eter veya ester fonksiyonel herhangi bir asit olabilir. Bu tür moleküller, bir sebze, bitki veya hayvan yağı gibi herhangi bir doğal kaynaktan hidrolize edilebilir. Uygun bileşikler veya moleküller, oleik ve linoleik asitler veya stearik asitler gibi doymuş asitler gibi doymamış yağ asitleri olabilir. Örnekler arasında, bunlarla sınırlı olmamakla birlikte, hindistancevizi yağından hindistancevizi asitleri, hurma çekirdeği yağından gelen miristik asitler, hindistancevizi tereyağı asitleri ve keten yağı, pamuk tohumu ve mısır yağı asitleri yer alır.

Tercihen esnek bağlayıcılar için, sulu bileşim ayrıca bir emülsiyon polimeri içerir. Uygun emülsiyon polimerleri, kopolimerleştirilmiş toplam ağırlığa göre ağırlıkça % 30 polimerize asit komonomerlerine, tercihen ağırlıkça % 1 ila 20 veya tercihen ağırlıkça % 10 ila % 18 polimerleştirilmiş birimlere sahip akrilik emülsiyonları, emülsiyon polimer katılarının ağırlığına göre ağırlıkça % 30'dan fazla monomerler, hidrofobik emülsiyon polimerler, bir C2 veya büyük alkil grubu içeren etilenik olarak doymamış akrilik monomer ve akrilik veya stiren akrilik emülsiyon polimerleri

5 içerebilir. Emülsiyon polimerlerini yapmak için kullanılan uygun asitle birleştiriciler, örneğin metakrilik asit, akrilik asit, fumarik asit, maleik asit, itakonik asit, 2-metil itakonik asit, a, b-metilen glutarik asit, monoalkil maleatlar ve monoalkil fumaratları; etilenik olarak doymamış anhidritler; ve bunların tuzlarını içerebilir. (Meth) akrilik asit tercih edilen karboksi asit ko-monomeridir.

10 Emülsiyon polimerleri, bileşim içinde toplam katılara göre % 1 veya daha fazla veya % 5 veya daha fazla veya % 50'ye kadar veya % 30'a kadar bir miktarda mevcut olabilir.

15 Bu buluşun sulu birleştirici bileşimleri ayrıca, bunlarla sınırlı olmamak üzere, poliakrilik asit gibi polimerik poliakrilik sulu çözelti polimerleri dahil olmak üzere teknikte bilinen diğer katkı maddelerini; akışa yardımcı olacak yüzey aktif maddeler (silikonlar, yağ asitleri); biyositler; örneğin triazol ve fosfat bileşikleri, kalay oksalatlar, tiyöreler, oksalatlar, kromatlar ve pH ayarlayıcıları gibi metal yüzeyler için korozyon inhibitörleri veya pasifleştiriciler; yağlama maddeleri; örneğin mineral yağlar gibi toz giderme yağları; dimetikonlar, silikon-polimer (polisiloksan) yağlar ve etoksilatlı noniyonikler gibi köpük önleyici maddeler; ve alev geciktiriciler bir bromür 20 alev geciktirici (dekabromodifenil oksit / antimon trioksit) gibi, de içerebilir. Tercihen, bu tür herhangi bir katkı maddesi, formaldehit içermez veya bağlayıcı oluşumu, uygulama veya sertleştirme sırasında formaldehit içermez veya üretmez.

25 Sulu bağlayıcı bileşimler ayrıca organosilanlar, özellikle de Silquest™ A-187 silanlar (Wilton CT'de bulunan GE Silicones-OSi Specialties tarafından imal edilen) gibi 3-aminopropilsilanlar; 3-aminopropil dialkoksisisilanlar ve 3- (2-aminoetil) aminopropilsilanlar gibi diğer amino silanlar; glisidoksipropilsilanlar, vinil silanlar ve hidrofobik silanlar gibi epoksi silanlar içerebilir. Bu gibi organosilanların uygun miktarları, toplam bağlayıcı bileşimi katılarına göre ağırlıkça % 0.25 ila % 5 veya 30 tercihen ağırlıkça % 1 oranında olabilir.

Mevcut buluş sulu bağlayıcıların toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 30 ila 95, tercihen ağırlıkça % 50 veya daha fazla veya tercihen ağırlıkça % 90 veya daha az olan toplam katıları içeren stabil sulu ısıyla sertleşen bağlayıcı bileşimlerdir. Bu yüksek katı

madde sulu bağlayıcı bileşimleri, genellikle, bu buluşun sulu bağlayıcı bileşimlerinin stabilitesi olmaksızın mümkün olmazdı.

5 Mevcut buluş, bir bağlayıcıya sulu birleştirici bileşimlerin uygulanmasını ve kurutulmasını ve / veya kürlenmesini içeren bağlayıcıyı kullanma yöntemleri sağlar. Kurutmada (sulu formda uygulandığında) ve sertleşebilir bileşimlerin sertleşmesi, ısıtma süresi ve sıcaklığı, kurutma oranını, işlem kolaylığı veya işleme kolaylığı ve işleminden geçirilmiş substratın özellik gelişimini etkileyecektir. Uygun ısı işlem sıcaklıkları 100 ° C veya daha fazla ve 400 ° C'ye kadar olabilir. Tercih edilen işlem 10 substrat bağımlıdır. Selüloz elyaflar gibi termal olarak hassas substratlar 130 ila 175 ° C'de işlenebilirken, termal olarak daha az hassas olan kompozitler 150 ila 200 ° C'de işlenebilir; ve mineral lifler gibi termal olarak dirençli substratlar, sertleşmeyi gerçekleştirmek için gerekli olan süreler için 190 ila 300 ° C'de işlenebilir. Tercihen, ısı işlem sıcaklıkları 150 ° C veya daha yüksek seviyelerdedir; bu tercih edilen ısı 15 işlem sıcaklıkları 225 ° C'ye kadar veya daha tercihen 200 ° C'ye veya 150 ° C'ye kadar değişebilir. Kullanım yöntemlerinde, bileşim bileşenlerinin, bağlayıcı maddenin substrata uygulanmasından önce hepsinin önceden karıştırılmasına gerek yoktur. Örneğin, dokunmamış bir alt tabakaya bir veya daha fazla bileşen uygulanabilir, ardından bu buluşun diğer bağlayıcı bileşenlerinin sulu veya 20 kurutulmuş halde uygulanması uygulanabilir. Uygulamadan sonra, bağlayıcı, kaplanmış dokunmamış malzemeyi, alt tabaka üzerinde sertleştiği yerde yeterli bir sıcaklığa kadar ısıtmak suretiyle iyileştirilebilir.

30 Bu buluşun sulu birleştirici bileşimleri, örneğin, bir lif ağı gibi, alt tabakaya, örneğin, hava veya havasız püskürtme, dolgu, doyurma, rulo kaplama, perde kaplama, çarpıcı biriktirme, pıhtılaşma ya da daldırma ve sıkma uygulaması ve bir destekleme teli ya da elek üzerine serilen sonuçta doymuş ıslak ağ-yapı, ürün ya da işleminden geçirilmiş alt-tabaka içinde arzulanan bağlayıcı içeriğinin elde edilmesi için yeterli bağlayıcının çıkarılması için bir ya da daha fazla vakum kutusu üzerinde gerçekleştirilir.

Bağlayıcı uygulanmasında, substrattaki bağlayıcı madde ilavesi,meden önce, işlenmiş kuru substratın toplam ağırlığına göre, ağırlıkça % 3 veya daha fazla veya ağırlıkça % 5 veya daha fazla veya ağırlıkça % 35 aralığında, tercihen ağırlıkça % 10 veya daha fazla veya en çok tercihen ağırlıkça % 12 ila 25 oranında olabilir.

Bağlayıcı uygulaması için uygun substratlar, örneğin, pamuk, keten, yün ve polyester, suni ipek veya naylon ve süper emici fiberlerden sentetik tekstilleri içeren tekstil ürünleri; jüt, sisal, keten, pamuk ve hayvan lifleri gibi bitkisel veya selülozik lifler; 5 metal gibi ısıya dayanıklı substratların yanı sıra; plastik; sentetik elyaflar, ör. polyester, rayon, poli (akrilonitril) (PAN), poli (laktik asit) (PLA), poli (kaprolakton) (PCL), aramid elyafları, poliimid elyafları, poliolefinler ve iki veya daha fazla fiber oluşturan polimer içeren bi-bileşenli fiber polipropilen ve polietilen tereftalat olarak; cam ve mineral lifler, cüruf veya taşıyün, seramik fiberler, metal fiberler, karbon 10 fiberler ve bunlardan yapılan dokunmuş ve dokunmamış kumaşlar gibi mineral lifler; ve masif ahşap, ahşap parçacıkları, lifler, cips, un, kağıt hamuru ve pulları içeren ahşap gibi ısıya duyarlı alt tabakalar; kağıt ve karton içerebilir.

Bu buluşun bağlayıcıları tercihen dokunmamış ağları işlemek için 15 kullanılabilir. "Dokunmamış ağ (lar)", doğal ve / veya sentetik elyaflardan yapılmış herhangi bir eşyaya veya tabaka benzeri forma karşılık gelir, burada lifler, örneğin iğne delme, bükme-bağlama, spunlace ağ-yapıları, eritilerek şişirilmiş ağ-yapılar, havalı serme (kuru serme) işlemi ve ıslak-serme işlemi gibi mekanik araçlarla; ve / veya örneğin bir polimerik bağlayıcı ile muamele gibi kimyasal yollarla; veya 20 bunların bir kombinasyonunun neden olduğu dolaşma rastgele ya da yarı-rastgele (kasten değil) bir sıraya göre hizalanmaktadır.

Mevcut buluşun bağlayıcı için bazı uygun kullanımlar arasında, örneğin, iç mekan mobilyaları, trim ve kalıplama için yapısal olmayan kompozit malzemeler ve 25 laminatlar; ve filtre uçları gibi kağıt, karton ve mukavvaların ıslak uç oluşumu ve kuru ucu ile muamele edilmesi veya kaplanması; ve örneğin fiberglas ve taşıyün yalıtım tabakası, polyester ve spunbonded çatı kiremitleri, altlık ve bez ve alçı levha kaplamaları ve hava ve yağ filtreleri gibi filtre ortamları gibi dokunmuş ve dokunmamış kumaşların yapılması ve işlenmesi bulunur.

30

ÖRNEKLER

Aşağıdaki örnekler, örneklerle sınırlandırılması amaçlanmayan buluşu daha iyi açıklamaya yarar.

Oksitlenmiş Dekstrin "A" Sentezi: Oksitlenmiş bir maltodekstrin, 2 litrelik 4 boyunlu bir şişeyi 800,00 g deiyonize (DI) H₂O ile doldurmak suretiyle oluşturuldu. Daha sonra, 41.03 g maltodekstrin (Spectrum Chemicals, New Brunswick, NJ, DE10.5,% 97.5 katı madde partisi # 2AK0418) eklenmiş ve karıştırma 500 RPM'ye ayarlanmıştır. Maltodekstrin çözüldükten sonra, şişeye 56.40 g sodyum periodat (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) ilave edildi. Şişeye bir N₂ blanket uygulandı ve tüm damar, ışık geçişini önlemek için alüminyum folyo ile kaplandı. Şişedeki bileşimin 24 saat karışmasına izin verilmiş ve daha sonra karışımdan iodat oluşturmak için 700 gram Amberlite™ IRN150 iyon değiştirici reçine (Dow Chemical, Midland, MI) içeren bir kolondan geçirilmiştir. Daha sonra 3 hacim su boşluğu daha sonra oksitlenmiş maltodekstrin sütunu temizlemek için kullanıldı. Malzemenin tamamı kuru oksitlenmiş maltodekstrin yapmak için en az 24 saat boyunca dondurularak kurutulmuştur.

15

Okside Dekstrin B Sentezi: Sentez, üç ayrı kapta yeniden üretildi; burada her bir kap içinde, oda sıcaklığında bir alüminyum blok içinde 40 mL'lik bir cam şişe içinde bir reaksiyon oluşturuldu. Her cam flakon içine demir (II) sülfat (yaklaşık 15-18 mg) (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) tartıldı. Her bir şişeye bir M1083 maltodekstrin (5.0 g) (Spectrum Chemicals, New Brunswick, NJ, DE 10.5,% 97.5 katı madde, lot # 2AK0418) tartılmıştır. Her bir şişeye bir PTFE kaplı karıştırma çubuğu eklenmiş ve karışım su (10 mL) içinde çözülmüştür. Her bir şişeye, 2 saat zarfında, 0.01 mL / dakikalık bir oranda ilave edilen bir şırınga pompası kullanılarak, ağırlıkça % 30'luk bir hidrojen peroksit çözeltisi (1.4 mL) ilave edildi. Her bir reaksiyon karışımı, oda sıcaklığında gece boyunca bir havalandırma ile gece boyunca karıştırıldı. Üç şişe, peroksit test şeritleri ile analiz edildi ve her biri, peroksidin tam dönüşümü gösterdi. Daha sonra, üç şişenin içeriği birleştirildi ve 5 gün boyunca bir dondurucuda kurutuldu. Çıkarmadan sonra, katı tartıldı ve 14.3 g kuru oksitlenmiş maltodekstrin verdi.

30

Oksitlenmiş Dekstrin C Sentezi: Sentez, oda sıcaklığında bir alüminyum blok içine yerleştirilmiş iki adet 40 mL'lik cam şişelerde yeniden üretilmiştir. Her cam flakon

içine demir (II) sülfat (yaklaşık 15-18 mg) (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) tartıldı. Her bir şişeye bir M1083 maltodekstrin (7.0 g) (Spectrum Chemicals, New Brunswick, NJ, DE10.5, % 97.5 katı madde, lot # 2AK0418) tartılmıştır. Her bir şişeye bir PTFE kaplı karıştırma çubuğu eklenmiş ve her karışım su (15 mL) içinde
5 çözülmüştür. Her bir şişeye ağırlıkça % 30'luk bir hidrojen peroksit çözeltisi (1.4 mL) (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) 2 saat boyunca 0.01 mL / dk'lık bir hızda pompalanan bir şırınga pompası kullanılarak ilave edildi. Her bir reaksiyon karışımı, oda sıcaklığında gece boyunca bir havalandırma ile gece boyunca karıştırıldı. Daha sonra, iki şişenin içeriği birleştirildi ve 5 gün boyunca bir dondurucuda kurutuldu.
10 Çıkarmadan sonra, katı tartıldı ve 12.9 g kuru oksitlenmiş maltodekstrin verdi.

Oksitlenmiş Dekstrin D Sentezi: Sentez, oda sıcaklığında bir alüminyum blok içine yerleştirilen üç adet 40 mL'lik cam şişelerde yeniden üretilmiştir. Her cam flakon içine demir (II) sülfat (yaklaşık 15-18 mg) tartıldı. 5.0 Her bir şişeye maltodekstrin
15 (STAR-DRI® 1, DE = 1, Tate & Lyle, Londra, İngiltere) gramları tartılmıştır. Her bir şişeye bir PTFE kaplı karıştırma çubuğu ilave edildi ve her bir karışım, viskoz bir çözelti oluşturmak için 15 mL su içinde çözüldürüldü. Daha sonra, her viskoz çözeltiye, 2 saat boyunca, 0.01 mL / dak. Bir hızla pompalanan bir şırınga pompası kullanılarak, 1.4 mL ağırlıkça % 30'luk bir hidrojen peroksit çözeltisi ilave edildi.
20 Reaksiyon karışımları, oda sıcaklığında gece boyunca bir havalandırma ile gece boyunca karıştırıldı. Üç örneğin birleştirildi ve 3 gün boyunca bir dondurucuda kurutuldu. İzole edilen kuru oksitlenmiş dekstrin materyalinin toplam miktarı 12 gramdı.

25 Oksitlenmiş Dekstrin'in Aldehit (CHO) İçeriği 0.403 g hidroksilamin hidroklorür (% 98, Sigma-Aldrich), 0.503 gram oksitlenmiş maltodekstrin ve 100 g DIH₂O'ya eklenmiştir. PH,% 50 sulu NaOH (Fisher Scientific) ile 12'ye yükseltildi ve karışım, 40 ° C'ye kadar ısıtıldı ve 4 saat karıştırıldı. Numunede asit (0.5N HCl) titrasyonu yapıldı ve çekiş noktaları arasındaki numuneyi titre etmek için 4.534 mL 0.5N
30 HCL'ye gerek duyuldu. 0.434Hidroksilamin hidroklorür g bir kontrol olarak çalıştırıldı ve benzer bir aralıkta gereken asit 12.584 mL 0.5N HCL idi. Okside dekstrin içindeki aldehit gruplarının miktarı, oksitlenmiş dekstrin tarafından tüketilen hidroksil amin miktarına eşittir, yani kontrol ile hidroksil amin ile reaksiyona sokulmuş oksitlenmiş dekstrin arasındaki fark.

Oksitlenmiş Dekstrin'in Karboksilik Asit İçeriği A: 0.5 g (0.001 g'a kadar rekor ağırlığı) polimer numunesi bir plastik numune kabına konuldu ve yaklaşık 10 ml deiyonize (DI) su ilave edildi. Numune kabı daha sonra bir Radyometre Analitik TitraLabTM865 ototitratörü (Radiometer Analytical SAS Cedex, FR) üzerine yerleştirildi ve pH'ı 12 olana kadar 0.5N KOH ile titre edildi. Sonuçlar, bu örnek için karboksilik aside kayda değer bir dönüşüm olmadığını gösteren oksitlenmemiş maltodekstrininkine benzer olmuştur.

10 Oksitlenmiş Dekstrinlerin B, C ve D'deki Karboksilik Asit ve Aldehit (CHO) İçeriği:
B, C ve D oksitlenmiş maltodekstrinlerin her birinin karboksil ve karbonil içerikleri, Starch 1995, 47, 19-23'de tarif edilene benzer prosedürle belirlenmiştir. Karbonil muhtevası, okside edilmiş dekstrin, en az 24 saat boyunca dondurarak kurutma ile kurutulmuş, ardından, bilinen bir miktarda kuru oksitlenmiş dekstrin (400 ila 600 mg), yeterli miktarda deiyonize su (20-30 mL) içinde çözülerek belirlenmiştir. Bir 15 birinci çözelti yapmak için oksitlenmiş dekstrin tamamen çözülür. İlk çözeltinin pH değeri, 0.1 M NaOH çözeltisi ilave edilerek 3.2'ye ayarlandı. İkinci solüsyon PTFE kaplı bir çubuk ile karıştırılırken ikinci bir hidroksilamin çözeltisi (su içinde ağırlıkça% 50'lik bir çözeltinin 0.30 mL'si) oksitlenmiş dekstrin (birinci) solüsyonuna 20 eklenmiştir. Elde edilen birleşik çözelti, oda sıcaklığında dört saat karıştırıldı ve hızlı bir şekilde 3.2 M HCl çözeltisi ile titre edildi ve 3.2'lik bir pH elde edildi. PH'ı 3.2'ye getirmek için gereken HCl'nin molar miktarı, solüsyondaki reaksiyona girmemiş hidroksilamine eşdeğerdir. Eklenen hidroksilamin ve titre edilmiş hidroksilamin arasındaki molar fark, oksitlenmiş dekstrin içinde mevcut olan aldehit molar 25 miktarına eşdeğerdir. Karboksilik asit muhtevası, oksitlenmiş dekstrinin tamamen çözümlenmesi için yeterli miktarda deiyonize su (20-30 mL) içinde bilinen bir miktarda kuru oksitlenmiş dekstrin (400-500 mg arasında) çözülerek belirlenmiştir. Karboksilik asit miktarı, çözelti pH'ı denkleştirme noktasına ulaşana kadar çözeltiye 0.1 M NaOH çözeltisi ilave edilerek belirlendi. Eklenen NaOH molar miktarının, test 30 edilen oksitlenmiş dekstrin içinde mevcut olan karboksilik asidin molar miktarına eşdeğer olduğu tahmin edilmektedir.

Aldehit ve karboksil içeriği, aşağıdaki Tablo I'de bildirilmiştir.

Tablo 1: Oksitlenmiş Dekstrinlerin COOH ve C = O içeriği

Oksitlenmiş Dekstrin	millieq CHO / gram kuru oksitlenmiş dekstrin	millieq COOH / gram kuru oksitlenmiş dekstrin
A	8.00	0.04
B	2.09	0.76
C	1.16	0.60
D	0.53	1.24

Bağlayıcı Hazırlama: Her bir bağlayıcı, aşağıda belirtilen Tablo 2'de belirtilen malzemelerin, belirtilen amaca göre, birincil amin bileşiğinin karıştırılarak suya eklenmesi ve daha sonra elde edilen çözeltiye oksitlenmiş dekstrin eklenmesi ile hazırlanmıştır. Örneğin, Örnek 1'de 3.45 g L-lisin 107.53 g DI su ile karıştırıldı; daha sonra çözeltiye 8.5 g oksitlenmiş dekstrin A ilave edildi ve karışım karıştırıldı. Bir dağıtma maddesi olmadan, karışım ertesi gün homojen olmuştur. Karşılaştırma Örneği 7'de, 8.5 g maltodekstrin 3.45 g L-lisin ve 107.53 g DI su ile karıştırılmıştır.

15

Tablo 2: Sulu Bağlayıcı Bileşimleri

Aşağıdaki tablo, bağlayıcı formülasyonları için kullanılan gram cinsinden reaktifleri ve ağırlıkları göstermektedir.

Malzeme	Örnek						
	1	2	3 *	4	5 *	6 *	7 *
Maltodextrin I					10.00	10.00	8.5
Oksitlenmiş Dextrin A	8.50						
Okside Dextrin B		10.00					
Oksitlenmiş Dekstrin C			10.00				
Okside Dextrin D				10.00			
DI Su	107.53	102.52	94.75	107.70	94.72	96.61	107.53
Lisin (% 97) 2	3,45					0,71	3,45
HMDA (% 60) 3		2,50	0,95	3,540	0,94		

1. Spectrum Chemicals M1083, DE-10.5; 2. (>% 97 saf, Aldrich Chemicals, St. Louis, MO); 3. CAS # 124-09-4, ACROS Organik, Geel, Belçika); * - Karşılaştırmalı Örnek.

30

Çekme Testi: Her bir bağlayıcı için, 20.3 cm x 25.4 cm'lik tabakalar halinde, bir emdirilmiş mikrofiber filter (Whatman International Inc., Maidstone, İngiltere, GF / A, katalog No. 1820 866), filtre tabakasının, çalkalama ile daha da karıştırılmış olan, ağırlıkça % 10'luk (katı) önceden karıştırılmış sulu bir bağlayıcı ile doldurulmuş bir oluk içinden bir oluk aracılığıyla mekanik olarak çekilmesiyle hazırlanır, daha sonra, aşırı bağlayıcının emilmesi için iki mukavva yaprak arasına batırılmış numune sıkıştırılır ve bir Birch Bros Padder (Waxham, NC) içinde iki mukavva levha arasında preslenir, 68.9476 kPa'lık bir basınçta ve 5 m / dk'lık bir hızda ayarlanır. Elde edilen

35

bağlayıcı muamele edilmiş yapraklar 90 ° C sıcaklıkta 90 ° C sıcaklıkta kurutuldu ve bir buharlaştırıcı ile donatılan bir Mathis Oven (Niederhasli / Zürich, CH) içinde kurutuldu. Kurutulan işlenmiş yapraklar daha sonra numuneleri kurutmak için kullanılan aynı tipteki Mathis fırında 30, 60 saniye ve 180 saniye süreyle 190 ° C'de sertleştirildi. Binder ilavesinin hesaplanması için post sertleştirme ağırlığı belirlendi. "Ekleme", sertleştikten sonra filtre tabakasında tutulan bağlayıcı katıların filtre tabaka ağırlığına dayanan ağırlıkça % 'dir. Bütün tabakalar ağırlıkça yaklaşık % 20 bağlayıcı eklenmiştir. Sertleşen tabakalar, 10.24 cm (4 inç) (makine yönü) test şeritleri ile 2.56 cm (1 inç) (çapraz makine yönü) kesildi ve bir Thwing-Albert Intelect 500 çekme test cihazında (Thwing-Albert Instrument Co., Phila., PA) makine yönünde gerilme mukavemeti için test edildi. Fikstür boşluğu 5.12 cm (2 inç) ve çekme oranı 2.56 cm (1 inç) / dakika idi. Şeritler ya "olduğu gibi" (kuru çekme) ya da 30 dakika sonra su içinde 85 ° C'de ıslatıldı. Çekme mukavemeti, ayrılma sırasında ölçülen tepe kuvveti olarak kaydedildi. Aşağıdaki Tablo 3'te raporlanan veriler, her bir bağlayıcı için test edilen yedi test şeridinin ortalamasıdır.

20

25

30

Tablo 3: Binder Formülasyonları için Çekme Verileri

Örnek	Sertleşme Zamanı	Kuru Çekme (lbs)	Sıcak Yaş Çekme (Lbs)	Eklenti
1	30	11.40	4.72	19%
	60	12.79	5.67	18%
	180	11.24	6.82	17%
2	30	10.16	2.15	21%
	60	11.31	2.09	21%
	180	12.49	3.23	19%
3*	30	7.54	0.20	25%
	60	8.14	0.26	23%
	180	8.34	0.31	24%
4	30	12.00	2.69	23%
	60	11.54	3.10	24%
	180	12.19	3.65	22%
5*	30	10.30	0.21	23%
	60	10.83	0.10	24%
	180	9.50	0.22	23%
6*	30	10.44	0.16	23%
	60	9.69	0.18	23%
	180	8.20	0.28	23%
7*	30	11.97	<0.3	20%
	60	12.02	<0.3	20%
	180	11.74	<0.3	18%

Yukarıda Tablo 3'te görüldüğü gibi, oksitlenmiş dekstrin içermeyen Karşılaştırma Örnekleri 3, 5, 6 ve 7'deki bağlayıcılar, ıslak mukavemete sahip olmayan bağlayıcılar sağlamıştır. Bu, karşılaştırmalı bağlayıcıların ısıyla sertleşen bir ağ oluşturmadığını ve tüm mukavemetin, sadece iyileştirilmiş, kurutulmuş muamele edilmiş filtre kağıdı tabakasının sıcak suya daldırılmasıyla yıkanan maltodekstrinin kurutulmasından ibaret olduğunu göstermektedir. Aksine, Örnek 1, 2 ve 4'ün buluşa ait bağlayıcıları, önemli ölçüde ıslak gerilme mukavemeti tutulması sağladı. Karşılaştırmalı Örnek 3, yeterli ıslak gerilme mukavemeti tutuculuğundan yoksun olduğu için yeterli aldehit grupları içermediğinden veya ıslatılmış bir termoset içinde mekanik mukavemeti garantilemek için yeterince yüksek bir moleküler ağırlıktan (veya yeterince düşük bir DE'den yapılmış) olmadığından bulunmuştur.