

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

D21H 21/22

//D21H19: 12,17: 07

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98811732.0

[43] 公开日 2001 年 1 月 17 日

[11] 公开号 CN 1280641A

[22] 申请日 1998.10.1 [21] 申请号 98811732.0

[30] 优先权

[32] 1997.10.1 [33] US [31] 08/942,053

[32] 1998.4.1 [33] US [31] 09/053,319

[86] 国际申请 PCT/US98/20738 1998.10.1

[87] 国际公布 WO99/16974 英 1999.4.8

[85] 进入国家阶段日期 2000.6.1

[71] 申请人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州辛辛那提

[72] 发明人 肯尼思·D·文森 肖恩·P·费金

埃罗尔·H·沃尔

理查德·M·沃德

[74] 专利代理机构 柳沈知识产权律师事务所

代理人 巫肖南

权利要求书 2 页 说明书 36 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 带有沉积至其上的包含电解质的柔软组合物的柔软薄页纸

[57] 摘要

本发明披露了一种用于使吸收性薄页纸柔软的组合物;以及利用该组合物柔软的薄页纸结构。所述组合物包括:有效量的柔软活性配料;其中分散柔软活性配料的载体;和溶解于载体中的电解质。所述电解质将使得所述组合物的粘度低于只分散于载体中的柔软活性配料分散体的粘度。优选的是;柔软活性配料为季铵化合物,其结构式如下: $(R_1)_{4-m} - N^+ - [(CH_2)_n - Y - R_3]_m X^-$,所述载体为水,所述电解质为氯化钙。

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1.一种柔软薄页纸产品, 所述的柔软薄页纸产品包含:

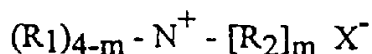
一层或多层薄页纸; 和

5 沉积在所述薄页纸的至少一个外表面上的化学柔软组合物, 所述化学柔软组合物包含:

柔软活性配料, 其中所述柔软活性配料包含: 季铵化合物; 并且其特征在于所述化学柔软组合物还包含电解质。

2.权利要求 1 的薄页纸, 其中所述季铵化合物具有如下结构式:

10



式中

m 为 1-3;

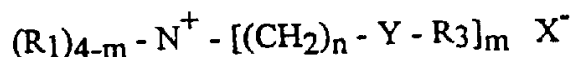
15 每个 R_1 均为 C_{1-6} 烷基或烯基, 羟烷基, 烃基或取代的烃基, 烷氧基化基团, 苄基, 或其混合物;

每个 R_2 均为 C_{14-22} 烷基或烯基, 羟烷基, 烃基或取代的烃基, 烷氧基化基团, 苄基, 或其混合物;

X^- 为柔软剂相容的任何阴离子。

3.权利要求 1 的薄页纸, 其中所述的季铵化合物具有如下结构式:

20



式中

Y 为 $-O-(O)C-$, 或 $-C(O)-O-$, 或 $-NH-C(O)-$, 或 $-C(O)-NH-$;

m 为 1-3;

25

n 为 0-4;

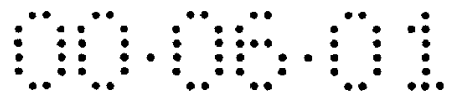
每个 R_1 均为 C_{1-6} 烷基或烯基, 羟烷基, 烃基或取代的烃基, 烷氧基化基团, 苄基, 或其混合物;

每个 R_3 均为 C_{13-21} 烷基或烯基, 羟烷基, 烃基或取代的烃基, 烷氧基化基团, 苄基, 或其混合物;

30

X^- 为柔软剂相容的任何阴离子。

4.权利要求 1 的薄页纸, 所述的柔软活性配料选自: 二牛脂二甲基氯化



铵和二酯二牛脂二甲基硫酸铵。

5.上述任一项权利要求的薄页纸，其中所述的化学柔软组合物还包含：多羟基化合物；所述多羟基化合物优选选自：聚乙二醇，聚丙二醇及其混合物。

5 6. 上述任一项权利要求的薄页纸，其中所述的电解质包含：碱金属或碱土金属的卤化物，硝酸盐，亚硝酸盐，和硫酸盐，以及铵的卤化物，硝酸盐，亚硝酸盐，和硫酸盐，甲酸和乙酸的碱金属或碱土金属盐，以及甲酸和乙酸的铵盐。

10 7.一种用于使吸收性薄页纸柔软的组合物，所述组合物包含：柔软活性配料；用于分散所述柔软活性配料的载体；和溶解于所述载体中的电解质，其中所述电解质将使得所述组合物的粘度低于在所述载体中的所述柔软活性配料双组分分散体的粘度，其特征在于，当将组合物施加至所述薄页纸的至少一个表面上时，所述组合物有效地使所述薄页纸柔软。

15 8.权利要求7的组合物，其中所述的柔软活性配料占所述组合物的至少约10%。

9.权利要求7或8的组合物，其中所述柔软活性配料包含季铵化合物。

20 10.权利要求7，8或9的组合物，其中所述的载体是水，所述的电解质是一种盐，所述盐选自：碱金属或碱土金属的卤化物，硝酸盐，亚硝酸盐，和硫酸盐，以及铵的卤化物，硝酸盐，亚硝酸盐，和硫酸盐，甲酸和乙酸的碱金属或碱土金属盐，以及甲酸和乙酸的铵盐，所述的盐含量优选为所述组合物重量的约0.1%至约20%。

说明书

带有沉积至其上的包含电解质的
柔软组合物的柔软薄页纸

5

技术领域

一般来说，本发明涉及柔软薄页纸；更具体地说，本发明涉及可以施加至薄页纸表面上以增强其柔软度的组合物。

发明背景

10 目前广泛使用卫生薄页纸产品。所述产品由市场提供，其形式为单纯的各种用途如擦面纸，卫生纸和吸收性毛巾纸。

所有这些卫生产品共有一种通常的需求，特别是接触柔软这种需求。柔软度是：当将产品碰在皮肤上时，由该产品所引起的复杂的触感。使产品柔软的目的：在于：这些产品能在没有刺激的情况下用来清洁皮肤。有效
15 地清洁皮肤是许多人经常的个人卫生问题。来自会阴区的尿，月经和粪便这样的有害排出物或耳鼻喉的粘液排出物不会总是在方便进行彻底清洁的时候，如利用肥皂和大量水的时候排出的。作为彻底清洁的代用品，提供了许多薄页纸和毛巾纸产品，以有助于从皮肤上清除并以卫生的方式留住
20 所述的排出物以便进行处理。并不奇怪的是，使用这些产品将不能实现通过更为彻底清洁的方法所能实现的清洁程度，因此，薄页纸和毛巾纸产品的生产商一直在努力使其产品与彻底清洁方法相比更具竞争力。

在完全清洁皮肤之前，例如薄页纸产品的缺陷将使许多人停止进行清洁。由于利用粗糙的器具进行连续磨擦会使敏感的皮肤擦伤并引起严重的疼痛，因此，所述行为将被薄页纸的粗糙性所助长。尽管这种清洁方法常
25 常造成恶臭散发和污染内衣，以及久而久之造成皮肤发炎，但这也是使皮肤部分清洁的可供选择的方法。

肛门疾病如痔使得会阴区极为敏感，并且使得遭受所述疾病的人，在通过没有助长发炎的情况下需要清洁其肛门而造成特别的挫伤。

另一造成挫伤值得注意的情况是：当某人感冒时重复地擤鼻涕。甚至
30 当使用目前市售最为柔软的薄页纸时，擤鼻涕和擦鼻涕的重复循环最终将造成鼻炎。

因此，制备在没有有害擦伤的情况下促进舒适清洁的柔软薄页纸和毛巾纸产品一直是致力于研究改善的薄页纸的工程师和科学家们的目标。为减少磨擦作用，即改善薄页纸产品的柔软度，业已作出了许多尝试。

在这点上，业已开发的一个领域是选择和改善纤维素纤维的形态，并设计纸张结构，以便最佳地利用各种可行的形态。在该领域合适的技术包括：Vinson 等人的 US5,228,954(1993 年 7 月 20 日出版)，Vinson 的 US5,405,499(1995 年 4 月 11 日出版)，Cochrane 等人的 US4,874,465(1989 年 10 月 17 日出版)，和 Hermans 等人的美国法定发明登记(US Statutory Invention Registration H1672(1997 年 8 月 5 日出版))，所有这些均披露了选择或改良优异性能薄页纸和毛巾纸纤维源的方法。合适的技术还在 Carstens 的 US4,300,981(1981 年 11 月 17 日出版)中作了说明，该专利讨论了如何使掺入的纤维顺从纸结构，以致使它们具有最大的柔软度潜力。尽管这些现有技术例子描述的那些工艺广泛地进行了考虑，但为使薄页纸成为真正有效、舒适的清洁器具，它们只能提供某些有限的潜力。

人们倾注很大精力的另一领域是将化学柔软剂(在此也称为“化学软化剂”)添加至薄页纸和毛巾纸产品中。

在此所使用的术语“化学柔软剂”指的是：改善触觉的任何化学配料，所述触觉是由持有特定的纸产品并在皮肤上擦试的消费者所感受到的。尽管柔软度对于毛巾纸产品来说多少是合乎需要的，但对于擦面纸和卫生纸来说，柔软度也是特别重要的性能。所述触觉柔软度具有但并不局限于如下的特征：摩擦性，柔韧性，和平滑度，以及主观描述符，如象光滑的天鹅绒，丝绸或法兰绒这样的手感，这将赋予薄页纸以光滑的手感。所述的这种柔软剂仅就举例的用途而言包括：基蜡(basic wax)，如石蜡和蜂蜡，以及油类，如矿物油和硅油，以及石油和更为复杂的润滑剂和软化剂，如带长烷基链的季铵化合物，功能聚硅氧烷，脂肪酸，脂肪醇和脂肪酯。

关于化学柔软剂的现有技术的工作领域有两个途径。第一途径的特征在于：通过将具有吸引力的配料添加至最终将形成薄页纸幅的浆槽中，当纸浆接近造纸机时添加至其中而在薄页纸幅形成期间将柔软剂添加至其中，或者当湿纸幅留在造纸机上的长网网布上或烘缸毛布上时将具有吸引力的配料添加至其上而在薄页纸幅形成期间将柔软剂添加至其中。

第二途径是：在纸幅干燥之后，通过将化学柔软剂添加至薄页纸幅中

而进行区别。合适的方法可以加入到造纸操作中，例如在纸幅卷成纸卷之前将化学柔软剂喷至干燥纸幅上。

在形成纸幅之前，通过将化学柔软剂添加至薄页纸中进行区别的前述途径的举例性技术包括： US5,264,082(1993 年 11 月 23 日授权于 Phan 和 Trokhan，在此引入作为参考)。业已发现，所述方法在工业中有着广泛的用途，尤其当希望降低另外存在于纸张中的强度时和当造纸方法，特别是起皱操作足以允许掺入结合抑制剂时。然而，这些方法存在着与其有关的一些问题，这些问题是本领域普通技术人员所熟知的。首先，化学柔软剂的位置不能控制；化学柔软剂将和施加至纸张结构中的纤维配料一样广泛地分散在纸张结构中。此外，使用这些添加剂将造成纸张强度的损失。尽管不被理论所束服，但普遍认为添加剂往往会抑制纤维之间氢键的形成。另外，当纸幅从扬克式烘缸上起皱时，可能会对纸页失控。再者，普遍相信的理论是，添加剂干扰扬克烘缸上的涂层，以致使湿纸幅和烘缸之间的结合减弱。在此以参考文献引入的现有技术如 US5,487,813(1996 年 1 月 30 日授权于 Vinson 等人)披露了：减轻对强度的前述作用并粘结至起皱烘缸上的化学混合物；然而，仍需要以预定的方式将化学柔软剂掺入纸幅中，所述方式对湿强度的影响最小并且对生产方法的影响最小。

另一在成形期间将化学柔软剂添加至薄页纸幅中的举例性现有技术包括： US5,059,282(1991 年 10 月 22 日授权于 Ampulski 等人)，在此引入作为参考。 Ampulski 的专利披露了一种将聚硅氧烷化合物添加至湿薄页纸幅(优选的是纤维稠度在约 20%和约 35%之间)中的方法。所述方法在某些方面优于将化学剂添加至供应至造纸机的浆槽中的方法。例如，与将添加剂分布至配料的所有纤维上相反的是，所述方法只将添加剂施加至湿纸幅表面的一个面上。然而，所述方法不能克服将化学柔软剂添加至造纸机湿部这个主要缺点，即不能克服对强度的影响和对扬克式烘缸涂层的影响，因此必须使用所述的烘缸。

由于对强度的前述影响和对造纸方法的干扰，大量的现有技术已设计成：在造纸机的所谓干部或在造纸步骤之后的独立的转换操作中，将化学柔软剂添加至已干燥的纸幅中。该领域举例性的技术包括： US5,215,626(1993 年 6 月 1 日授权于 Ampulski 等人)； US5,246,545(1993 年 9 月 21 日授权于 Ampulski 等人)；和 US5,525,345(1996 年 6 月 11 日授权于

Warner 等人), 在此将其引入作为参考。 US5,215,626 披露了: 通过将聚硅
 氧烷添加至干纸幅中而制备柔软薄页纸的方法。 US5,246,545 披露了利用
 加热转移表面的类似方法。 最后, Warner 的专利披露了涂布方法, 包括将
 特定组合物施加至干薄页纸幅表面上的辊涂和挤出。 尽管这些参考文献的
 5 每一篇均优于先前所谓的湿部法, 特别是有关消除对造纸方法的不利影
 响, 但是没有一种方法能完全消除(address)伴随施加至干纸幅上的添加剂所
 造成的抗张强度的损失。

关于柔软度的最重要的物理性能之一, 本领域熟练技术人员通常认为
 是纸幅的强度。 强度是产品及其构成的纸幅保持物理完整性、和在使用条
 10 件下抗撕裂、耐破、以及撕碎的能力。 长期以来, 在不降低强度下取得高
 柔软的潜力一直是本发明领域中工作者的目的。

因此, 本发明的目的是提供一种适合于吸收性薄页纸产品的柔软组
 合物, 即在没有任何性能损失如纸张的强度或吸收性损失的情况下提供特别有
 效的柔软性的柔软组合物。

15 正如在下面公开中将教导的那样, 利用本发明实现了该目的和其它目
 的。

发明概要

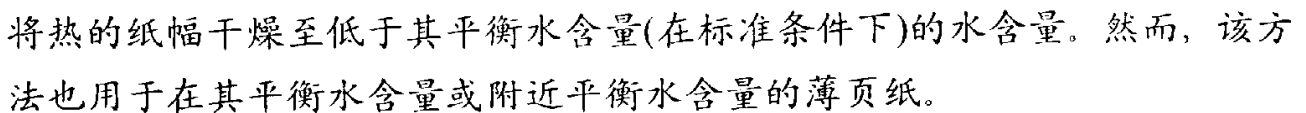
本发明描述柔软组合物, 当施加至薄页纸幅, 优选施加至干燥的薄页
 纸幅中时, 所述组合物将提供柔软、强韧、吸收性、且美学上令人愉快的
 20 薄页纸。 该组合物是包含如下组分的分散体:

有效量的柔软活性配料;

其中分散柔软活性配料的载体; 和

溶解于载体中的电解质, 所述电解质将使得所述组合物的粘度低于只
 分散于载体中的柔软组合物分散体的粘度。

25 在此使用的术语“载体”指的是: 完全溶解造纸化学添加剂的流体,
 或用于乳化造纸化学添加剂的流体, 或用来悬浮造纸化学添加剂的流体。
 所述载体还可以起包含化学添加剂的载体的作用, 或有助于提供造纸化学
 添加剂的载体的作用。 所有参考文献都表示可以互换并且没有任何限制。
 所述分散体是含有造纸化学添加剂的流体。 在此使用的术语“分散体”包
 30 括: 真溶液, 悬浮液, 和乳液。 就本发明而言, 这些术语可以互换并且没有
 任何限制。 如果载体为水或水溶液, 那么, 优选的是, 在接触组合物之前,



与最终薄页纸总重量相比，施加至薄页纸中的造纸添加剂量以柔软组合
物总重量计优选在约 0.1%和约 10%之间。最终薄页纸的定量优选从约
5 10-80g/m²，纤维密度低于约 0.6g/cc。

除非另有说明，在此所有百分比，比率和比例均以重量计。

附图概述

图 1 是说明将造纸化学添加剂化合物添加至薄页纸幅中的本发明方法优选实施方案的简略示意图。

10 下面将对本发明进行更详细的描述。

发明详述

15 简单地说, 本发明提供可以施加至干薄页纸幅中或施加至半干薄页纸幅中的组合物。所得到的薄页纸具有增强的触觉柔软度。在此使用的术语“干薄页纸幅”包括: 干燥至低于其平衡水含量(过度干燥, 参见下面)的水含量的纸幅, 和与环境水分平衡的水含量的纸幅。半干纸幅包括: 其水含量超过其平衡水含量的薄页纸幅。最优选的是, 本发明的组合物用于干薄页纸幅。

本发明还描述了柔软组合物，所述组合物的生产方法，以及将其施加至薄页纸上的方法。

20 令人惊奇的是，业已发现，当根据本发明将柔软添加剂施加至薄页纸幅表面上时，很低量的柔软添加剂，例如阳离子柔软剂将提供明显的薄页纸柔软效果。重要的是，业已发现，用来使薄页纸柔软的柔软添加剂的量足够低以至薄页纸保持高湿润性。此外，当施加柔软组合物时，由于柔软组合物具有高活性量，因此，该组合物能在不需要进一步对薄页纸幅进行干燥下施加至薄页纸幅上。

在此使用的术语“热的薄页纸幅”指的是：相对于室温处于高温下的薄页纸幅。优选的是，纸幅的高温至少约 43 °C，更优选至少约 65 °C。

薄页纸幅的湿含量与纸幅的温度以及纸幅所处环境的相对湿度有关。在此使用的术语“过度干燥的薄页纸幅”指的是：在 23℃ 和 50% 相对湿度的标准试验条件下，干燥至低于其平衡湿含量的湿含量的薄页纸幅。置于 23℃ 和 50% 相对湿度的标准试验条件下的薄页纸幅的平衡湿含量约为

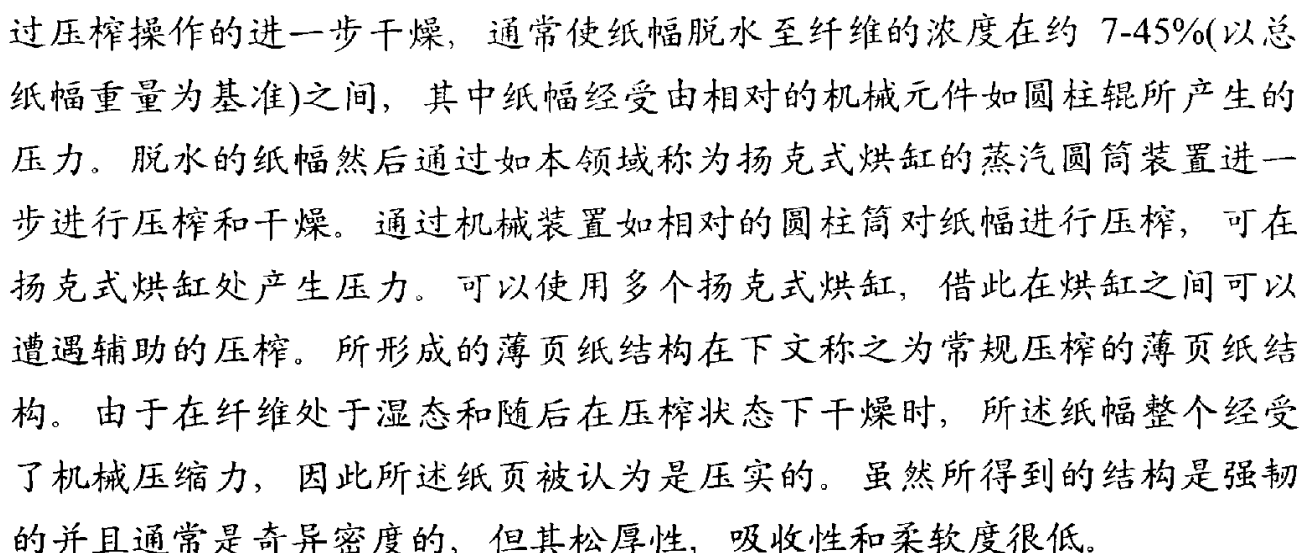
7%。通过使用本领域已知的干燥装置如扬克式烘缸或通过穿透干燥，将薄页纸幅升至高温，可对本发明的薄页纸幅进行过度干燥。优选的是，过度干燥的薄页纸幅其湿含量低于 7%，更优选的是约 0-6%，最优选的是，湿含量约 0-3%(重量)。

- 5 暴露于正常环境下的纸张，其平衡湿含量在 5-8%之间。当对纸张进行干燥并起皱时，纸页中的湿含量通常低于 3%。在制备之后，纸张将从大气中吸收水分。在本发明优选的方法中，当纸幅从扬克式烘缸上取下，离开刮刀时，有利的是，使纸张中含有低湿含量(或者，如果该方法没有扬克式烘缸，当所述纸幅从另一干燥装置上取下时，使类似纸幅含有低湿含量)。
- 10 在优选的实施方案中，在刚从干燥装置上分离之后并在卷至大卷筒上之前，将本发明的组合物施加至过度干燥的薄页纸幅上。另外，本发明的组合物还可以施加至半干薄页纸幅上，例如，当纸幅处于长网毛布上，处于干燥毛毯上或干燥织物上时，或者当纸幅与扬克式烘缸或其它干燥装置接触时。最后，本发明的组合物还可以施加至与环境处于湿平衡的干薄页
- 15 纸幅上，例如在离线转换操作期间，纸幅从大卷筒上解卷时。

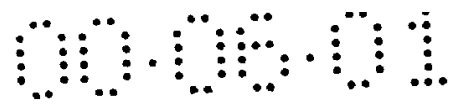
薄页纸

- 本发明可用于薄页纸，所述薄页纸通常包括但不限于：常规毛毯压榨的薄页纸；图案致密的薄页纸如由 Sanford-Sisson 及其后代列举的；和如由 Salvucci 列举的高松厚、未压实的薄页纸。所述薄页纸可以是均匀的或具
- 20 有多层结构；并且由其制得的薄页纸产品可以是单层或多层结构。优选的是，薄页纸的定量在约 $10-80\text{g/m}^2$ ，密度约 0.60g/cc 或更低。更优选的是，定量低于约 35g/m^2 或更低，密度约 0.30g/cc 或更低。最优选的是，密度在约 $0.04-0.20\text{g/cc}$ 。

- 常规压榨的薄页纸及其制备方法在本领域是已知的。所述纸张通常通
- 25 过将造纸配料沉积至多孔成形网上而制得。所述成形网在现有技术中通常称为长网。在所述配料沉积至长网上之后，它将被称为纸幅。通过真空，机械压榨和加热装置总体上从纸幅中除去水分。通过对纸幅进行压榨并在高温进行干燥，纸幅将被脱水。刚才描述的根据本发明方法制备纸幅的典型设备和特定的工艺对于本领域普通技术人员来说是熟知的。在典型的方法中，将低浓度纸浆配料提供在压力流浆箱中。所述流浆箱有一将纸浆配
- 30 料的薄沉积层提供至长网上形成湿纸幅的开口。然后，通过真空脱水和通



通常，图案致密的纸幅优选通过如下步骤制备：将造纸配料沉积至多孔成形网如长网上形成湿纸幅；然后，当湿纸幅从成形网输送至包含用于进一步干燥的一排支撑物的结构上时使纸幅并置在所述支承物上。使纸幅压在所述的这排支承物上，借此，使纸幅中产生致密区，所述致密的位置相应于一排支承物和湿纸幅之间接触的位置。在该操作期间不被压缩的纸幅的剩余部分称为高松厚区。通过施加液压，如借助真空装置或通风干燥器，或者通过使纸幅相对一排支承物进行机械压榨，该高松厚区可进一步去致密化(dedensified)。用这样的方式对纸幅进行脱水和可有可无的预干燥以便基本避免对高松厚区的压缩。优选的是，通过液压，如利用真空装置或通风干燥器，或者通过使纸幅相对一排支承物进行其中高松厚区不压榨的机械压榨，来完成所述的操作。脱水，可有可无的预干燥以及形成致密化区的操作可以整体或部分整体地进行，以减少所进行加工步骤的总数。在形成致密化区，脱水，以及可有可无预干燥之后，对纸幅进行彻底干燥，优选仍避免机械压榨。优选的是，约 8%至约 65%的薄页纸表面是致密化压



节, 所述压节的相对密度, 优选为高松厚区密度的至少约 125%。

包含一排支承物的结构优选是: 具有压节构图位移的压印承载织物, 所述压节起排列的支承物的作用, 并在施加压力时促进致密化区的形成。压节的图案构成了先前所称的支承物的排列。压印承载织物披露于:

- 5 US3,301,746(1967 年 1 月 31 日授权于 Sandford and Sisson); US3,821,068(1974 年 5 月 21 日授权于 Salvucci, Jr.等人); US3,974,025(1976 年 8 月 10 日授权于 Ayers); US3,573,164(1971 年 3 月 30 日授权于 Friedberg 等人); US3,473,576(1969 年 10 月 21 日授权于 Amneus); US4,239,065(1980 年 12 月 16 日授权于 Trokhan); 和 US4,528,239(1985 年 7 月 9 日授权于
10 Trokhan); 在此将其引入作为参考。

- 优选的是, 首先在多孔成形载体如在长网上使配料形成湿纸幅。然后使纸幅脱水并转移至压印织物上。另外, 也可以一开始使配料沉积至多孔支承载体上, 该多孔支承载体也起压印织物的作用。在成形之后, 使湿纸幅脱水, 优选的是进行加热预干燥至约 40%和约 80%之间所选的纤维浓度。
15 脱水优选利用吸水箱或其它真空装置, 或利用通风干燥器进行。在纸幅完全干燥之前, 如上所述, 使压印织物的压节压印压至纸幅中。完成该操作的一种方法是施用机械压力。例如可通过支承压印织物的压辊对于干燥筒如扬克式烘缸的表面进行压榨而完成该操作, 其中纸幅排列在压辊和干燥筒之间。另外优选的是, 在通过利用真空装置如吸水箱, 或利用通风干燥
20 器施加液压而完成干燥之前, 使纸幅相对于压印织物进行模制。可以施加液压, 以便在开始脱水期间, 在独立的随后处理步骤中, 或其结合中, 产生致密化区的压印。

- 在 US3,812,000(1974 年 5 月 21 日授权于 Joseph L.Salvucci, Jr. 和 Peter N.Yiannos)和 US4,208,459(1980 年 6 月 17 日授权于 Henry E. Becker, Albert L.
25 McConnell, 和 Richard Schutte)中披露了: 未压实、无图案-致密化薄页纸结构,在此将其引入作为参考。通常, 通过将造纸材料沉积至多孔成形网如长网上形成湿纸幅, 使纸幅脱水并在没有机械压榨的情况下除去另外的水分, 直至纸幅的纤维浓度至少 80%为止, 以及对纸幅进行起皱而制备未压实、无图案-致密化薄页纸结构。通过真空脱水和加热干燥从纸幅中除去水
30 分。所得到的结构是柔软但相对未压实纤维是弱的高松厚纸页。在起皱之前, 优选将粘结材料施加至纸幅部分中。

本发明的柔软组合物还可用于未起皱薄页纸。在本发明中使用的术语未起皱薄页纸指的是：进行非压榨干燥，最优选的是通过穿透干燥的薄页纸。最终的穿透干燥纸幅是图案致密的，以致使，相对高密度区分散在高松区中，包括其中相对高密度区是连续的且高松厚区是不连续的这样的图案致密化薄页纸。

为生产未起皱薄页纸幅，将纸胚从其上铺设纸胚的多孔成形载体转移至运动更慢的、高纤维支承转移织物载体上。然后，将纸幅转移至干燥织物上，在其上将纸幅干燥至最终干度。与起皱纸幅相比，所述纸幅在表面平滑度方面能提供某些优点。

用这种方式生产未起皱薄页纸的工艺在现有技术中是已知的。例如，Wendt 等人在 EP0677612A2(1995 年 10 月 18 日出版，在此引入作为参考)中教导了一种在不起皱下制备柔软薄页纸产品的方法。在另一种情况下，Hyland 等人在 EP0617164A1(1994 年 9 月 28 日出版，在此引入作为参考)教导了一种制备平滑、未起皱、穿透干燥薄页纸的方法。最后，Farrington 等人在 US5,656,132(1997 年 8 月 12 日出版，在此将其引入作为参考)中描述了：在不用扬克式烘缸的情况下，利用一机器制备柔软穿透干燥薄页纸。

配料

造纸纤维

用于本发明的造纸纤维通常包括：由木浆得到的纤维。其它纤维素纸浆纤维，如棉短绒，甘蔗渣等也可使用并且包括在本发明的范围内。合成纤维，如人造丝，聚乙烯和聚丙烯纤维也可以与天然纤维素纤维结合使用。一种可以使用的举例性聚乙烯纤维是 Pulpex[®](得自 Hercules, Inc., Wilmington, DE)。

可以使用的木浆包括：化学浆，如牛皮纸浆，亚硫酸盐浆，和硫酸盐浆，以及机械浆，例如包括磨木浆，热磨机械浆和化学改性热磨机械浆。然而，由于化学浆将赋予由其制得的薄页纸以优异的柔软性触觉，因此它们将是优选的。可以使用由阔叶树(下文也称之为“阔叶木”)得到的纸浆和由针叶树(下文也称之为“针叶木”)得到的纸浆。另外也可用于本发明的是由回用纸得到的纤维，所述纸张包含上述种类任一或所有的纤维，以及其它非纤维物质如用来促进原始造纸的填料和粘合剂。

可有可无的化学添加剂

可以将其它材料添加至含水造纸配料中或纸胚中，以赋予产品以其它的特性，或改善造纸方法，只要它们与柔软组合物的化学性相容，并且不明显地和负面地影响本发明的柔软度或强度特性。尤其可以包括下面的材料，但它们并不意味着包括一切。还可以包括其它的材料，只要它们不干扰或抵消本发明的优点。

通常，将阳离子电荷的偏倚类(biasing species)添加至造纸方法中，以便控制输送至造纸方法中的含水造纸配料的 ξ -电位。由于大多数固体具有负表面电荷的性质，包括纤维素纤维和细小纤维以及大多数无机填料的表面，因此，可以使用这些材料。一种在传统上使用的阳离子电荷的偏倚类是明矾。更为近期的技术中，通过使用相对低分子量的阳离子合成聚合物，其分子量优选不大于约 500,000，更优选不大于约 200,000，甚至不大于约 100,000，而使电荷偏倚。所述低分子量阳离子合成聚合物的电荷密度相对较高。这些电荷密度是每千克聚合物约 4-8 当量阳离子氮。一种举例性的材料是 Cypro 514[®]，Cytec, Inc(Stamford, CT)的产品。使用所述材料明显地落在本发明的范围之内。

为改善成形、脱水、强度、以及留着率，现有技术教导使用高表面积、高阴离子电荷的微粒。例如参见 US5,221,435(1993 年 6 月 22 日授权于 Smith)，在此将其引入作为参考。用于该目的的常用材料是硅胶，或膨润土。掺入所述材料明显地包括在本发明的范围之内。

如果希望永久湿强度的话，可以将下列的化学剂添加至造纸配料中或添加至纸胚上，所述化学剂包括：聚酰胺表氯醇，聚丙烯酰胺，苯乙烯-丁二烯胶乳；不溶性聚乙烯醇；脲-醛树脂；聚乙烯亚胺；脱乙酰几丁质聚合物及其混合物。优选的树脂是阳离子湿强度树脂，如聚酰胺-表氯醇树脂。合适种类的所述树脂描述于 US3,700,623(1972 年 10 月 24 日出版)和 US3,772,076(1973 年 11 月 13 日出版)中，这两篇专利均授权于 Keim，在此将其引入作为参考。一种市场来源的有用的聚酰胺-表氯醇树脂得自 Hercules, Inc.(Wilmington, Delaware)，该树脂以商标 Kymene 557H[®]面市。

由于纸产品通过卫生间排入化粪池或阴沟中，因此当湿润时这些纸产品必须具有有限的强度。如果将湿强度赋予这些产品的话，优选其特征在于在水存在下放置时起始强度部分或全部衰退的易变的湿强度。如果希望易变的湿强度的话，那么可选择下列的粘结材料：双醛淀粉或其它带醛官

能团的树脂,如由 National Starch and Chemical Corporation(Scarborough, ME)提供的 Co-Bond 1000[®]; 由 Stamford, CT 提供的 Parex 750[®]; 以及在 US4,981,557 (1991 年 1 月 1 日授权于 Bjorkquist)中描述的树脂,在此引入该专利作为参考,所述其它树脂具有上述的衰退性能,这些是本领域公知的。

5 如果需要增加的吸收性的话,可以使用表面活性剂对本发明的薄页纸幅进行处理。如果使用表面活性剂的话,其用量以薄页纸幅干纤维重量计优选从约 0.01%至约 2.0%(重量)。优选表面活性剂有 8 个或更多个碳原子的烷基链。举例性的阴离子表面活性剂是线性烷基磺酸盐和烷基苯磺酸盐。举例性的非离子表面活性剂包括: 烷基苷, 包括烷基苷酯, 如得自 Croda, Inc(New York, NY)的 Crodesta SL-40[®], 描述于 US4,011,389(1977 年 3 月 8 日
10 授权于 W.K.Langdon 等人)中的烷基苷酯; 以及烷基聚乙氧基化酯, 如得自 Glyco Chemicals Inc.(Greenwich, CT)的 Pegospense 200ML 和得自 Rhone Poulenc Corporation (Cranbury, NJ)的 IGEPAL RC-520[®]。

尽管本发明的本质是有沉积在薄页纸幅表面上的柔软剂组合物, 但
15 很清楚的是, 本发明也包括其中作为造纸方法的一部分化学柔软剂添加的各种变更。例如可通过湿部添加来引入化学柔软剂。优选的化学柔软剂包括季铵化合物, 它们包括但不局限于: 熟知的二烷基二甲基铵盐(例如, 二牛脂二甲基氯化铵, 二牛脂二甲基甲基硫酸铵, 二(氢化牛脂)二甲基氯化铵等)。这些柔软剂特别优选的变种被认为是前述二烷基二甲基铵盐的单酯和
20 二酯的变种。另一类造纸添加的化学柔软剂包括熟知的有机活性的聚二甲基硅氧烷配料, 包括最优选的氨基官能的聚二甲基硅氧烷。

也可以将填料物质掺入本发明的薄页纸中。 US5,611,890(1997 年 3 月 18 日授权于 Vinson 等人, 并在此引入作为参考)披露了用作本发明的基材可以接受的填加的薄页纸产品。

25 上面列出的可有可无化学添加剂实际上只是举例性的, 它们并不意味着限制本发明的范围。

柔软组合物

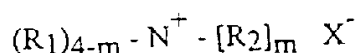
通常, 本发明的柔软组合物包含柔软活性配料于载体中的分散体。当如本发明中所述施加至薄页纸上时, 所述组合物将有效地使薄页纸柔软。
30 优选的是, 本发明的柔软组合物具有易于大规模施用这样的性能(例如, 配料, 流变性, pH 等)。例如, 尽管某些挥发性有机溶剂可以容易地溶解高

浓度的有效柔软材料，但由于所述溶剂将增加由该溶剂产生的方法的安全和环境负担(VOC)问题，因此它们是不希望的。下面将对本发明柔软组合物的每一组份，组合物的性质，组合物的生产方法，以及组合物的施用方法进行讨论。

5 组份

柔软活性配料

具有下式的季铵化合物适用于本发明：



10

式中：

m 为 1-3；

每个 R_1 均为 C_{1-6} 烷基，羟烷基，烃基或取代的烃基，烷氧基化基团，苄基，或其混合物；

15 每个 R_2 均为 C_{14-22} 烷基，羟烷基，烃基或取代的烃基，烷氧基化基团，苄基，或其混合物；

X 为柔软剂相容的任何阴离子。

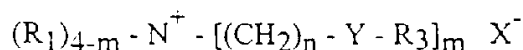
优选的是，每个 R_1 均为甲基并且 X 为氯或甲基硫酸根。优选的是，每个 R_2 均为 C_{16-18} 烷基或烯基，最优选的是，每个 R_2 均为直链 C_{18} 烷基或烯基。另外， R_2 取代基也可以由植物油源得到。可将若干种植物油(例如橄榄油，canola，红花油，葵花油等)用作脂肪酸源，以合成季铵化合物。

20 所述结构包括熟知的的二烷基二甲基铵盐(例如，二牛脂二甲基氯化铵，二牛脂二甲基甲基硫酸铵，二(氢化牛脂)二甲基氯化铵等)，其中 R_1 为甲基， R_2 为不同饱和度的牛脂基团，而 X 为氯或甲基硫酸根。

25 正如 Swern 编辑的 Bailey's Industrial Oil and Fat Products，第三版(John Wiley and Sons(New York 1964))中所述的那样，牛脂是具有可变组成的天然存在的材料。由 Swern 编辑的上述参考文献的表 6.13 指出：牛脂的脂肪酸的 78%或更多通常包含 16 或 18 个碳原子。通常，存在于牛脂中的一半脂肪酸是不饱和的，其主要形式是油酸。合成的以及天然的“牛脂”均落入本发明的范围之内。也已知的是，根据产品特性的要求，可使二牛脂的饱和度从无氢化的(软的)至部分氢化的(较硬的)或完全氢化的(硬的)进行改

变。很清楚的是，上述所有饱和度均包括在本发明的范围之内。

这些柔软活性配料特别优选的变种被认为是具有下式的这些季铵化合物的单酯或二酯的变种：



5

式中：

Y 为 -O-(O)C-, 或 -C(O)-O-, 或 -NH-C(O)-, 或 -C(O)-NH-;

m 为 1-3 ;

n 为 0-4 ;

10 每个 R_1 均为 C_{1-6} 烷基，羟烷基，烃基或取代的烃基，烷氧基化基团，苄基，或其混合物；

每个 R_3 均为 C_{13-21} 烷基，羟烷基，烃基或取代的烃基，烷氧基化基团，苄基，或其混合物；

X 为柔软剂相容的任何阴离子。

15 优选的是，Y 为 -O-(O)C-, 或 -C(O)-O-; $m=2$; $n=2$ 。优选每个 R_1 取代基为 C_{1-3} 烷基基团，最优选的是甲基。优选每个 R_3 均为 C_{13-17} 烷基和/或烯基，更优选 R_3 为直链 C_{15-17} 烷基和/或烯基， C_{15-17} 烷基，最优选每个 R_3 均为直链 C_{17} 烷基。另外， R_3 取代基也可以由植物油源得到。可将若干种植物油(例如橄榄油，canola，红花油，葵花油等)用作脂肪酸源，以合成季铵化合物。优选的是，用橄榄油，canola oil，高油酸红花油，和/或高芥酸油菜籽油来合成季铵化合物。

20

如上所述，并且 X 为任何柔软剂相容的阴离子，例如乙酸根，氯，溴，甲基硫酸根，甲酸根，硫酸根，硝酸根等也可用于本发明。优选的是，X 为氯或甲基硫酸根。

25 具有上述结构并且适用于本发明的酯官能季铵化合物的具体例子包括熟知的二酯二烷基二甲基铵盐，如二酯二牛脂二甲基氯化铵，一酯二牛脂二甲基氯化铵，二酯二牛脂二甲基甲基硫酸铵，二酯二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵，二酯二(氢化)牛脂二甲基氯化铵，及其混合物。特别优选的是，二酯二牛脂二甲基氯化铵和二酯二(氢化)牛脂二甲基氯化铵。这些特定的材料得自 Witco Chemical Company Inc.(Dublin, OH)，商品名为“ADOGEN SDMC”。

30

如上所述，通常，存在于牛脂中的一半脂肪酸是不饱和的，其主要形式是油酸。合成的以及天然的“牛脂”均落入本发明的范围之内。另外也已知的是，根据产品特性的要求，可使所述牛脂的饱和度从无氢化的(软的)至部分氢化的(较硬的)或完全氢化的(硬的)进行改变。很清楚的是，上述所有饱和度均包括在本发明的范围之内。

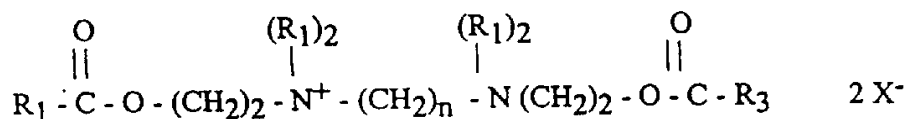
应明白的是，取代基 R_1 ， R_2 和 R_3 也可以被各种基团如烷氧基，羟基取代，或者可以是支化的。如上所述，优选每个 R_1 为甲基或羟乙基。优选每个 R_2 为 C_{12-18} 烷基和/或烯基，更优选的是，每个 R_2 为直链 C_{16-18} 烷基和/或烯基，最优选的是每个 R_2 为直链 C_{18} 烷基或烯基。优选每个 R_3 均为 C_{13-17} 烷基和/或烯基，最优选 R_3 为直链 C_{15-17} 烷基和/或烯基。优选的是， X 为氯或甲基硫酸根。此外，酯官能的季铵化合物也可以包含至多约 10% 的单(长链烷基)衍生物作为少量配料，例如：



这些少量配料可起乳化剂的作用并可用于本发明。

其它适用于本发明的季铵化合物描述于 US5,543,067(1996 年 8 月 6 日授权于 Phan 等人); US5,538,595(1996 年 7 月 23 日授权于 Trokhan 等人); US5,510,000(1996 年 4 月 23 日授权于 Phan 等人); US5,415,737(1995 年 5 月 16 日授权于 Phan 等人); 和 EP0 688 901 A2(转让给 Kimberly-Clark Corporation, 1995 年 12 月 12 日出版); 在此将其引入作为参考。

另外，也可以使用酯官能季铵化合物的二季铵变种，并且它们落入本发明的范围之内。这些化合物具有如下的结构式：



在上述结构式中，每个 R_1 为 C_{1-6} 烷基或羟烷基， R_3 为 C_{11-21} 烃基， n 为 2-4 并且 X 为合适的阴离子，如卤化物(例如氯化物或溴化物)或甲基硫酸根。优选每个 R_3 为直链 C_{13-17} 烷基和/或烯基，最优选的是每个 R_3 为 C_{15-17} 直链烷基和/或烯基，而 R_1 为甲基。

顺便要说的，尽管不被理论所束服，但据信，上述季铵化合物的酯部分给所述化合物提供了生物降解性的量度。重要的是，在此使用的酯官能季铵化合物，其生物降解速度比常规二烷基二甲基铵化学柔软剂的更为

迅速。

如果上述季铵配料伴随有适当增塑剂的话，那么上述季铵配料的使用将是最为有效的。在此使用的术语增塑剂指的是：在季铵配料给定的温度下能降低熔点和粘度的配料。所述增塑剂可以在制备季铵配料的季铵化步骤期间添加，或者可以在季铵化之后但在作为柔软活性配料施用之前添加。增塑剂的特征在于在化学合成期间基本上是惰性的，但起粘度降低剂的作用，以便有助于合成。优选的增塑剂是非挥发性多羟基化合物。优选的多羟基化合物包括甘油和分子量从约 200-约 2000 的聚乙二醇，其中特别优选分子量约 200-约 600 的聚乙二醇。当所述增塑剂在季铵配料制备期间添加时，它们将占所制备产品的约 25%至约 75%。特别优选的混合物包含约 60%季铵化合物和约 40%增塑剂。

载体

在此使用的“载体”用来稀释在此所述组合物的活性配料，以形成本发明的分散体。载体可以溶解所述的组分(真溶液或胶束溶液)或所述组分可以分散于载体中(分散体或乳液)。悬浮液或乳液的载体通常是悬浮液或乳液的连续相。即，分散体或乳液的其它组分以分子水平或以在整个载体中的不连续颗粒的形式进行分散。

就本发明而言，载体所起的一种作用是：稀释柔软活性配料的浓度，以致使所述配料可以有效和经济地施用于薄页纸幅。例如，正如下面所述的那样，施用所述活性配料的一种方法是将它们喷至辊上，然后该辊将活性配料转移至移动的薄页纸幅上。为有效改善薄页纸柔软度的触感，通常只需要很少量(例如所述薄页纸重量的约 2%)的柔软活性配料。这意味着需要十分精确的计量和喷淋系统，以便在工业规模的薄页纸幅的整个宽度上分布“纯”柔软活性配料。

载体的另一用途是：以不易相对于薄页纸结构移动的形式运送活性柔软组合物。具体地说，希望这样来施用本发明的组合物，以致使组合物的活性配料主要留在吸收性薄页纸幅的表面上，而少量吸收入纸幅的内部。尽管不被理论所束缚，申请人认为，柔软组合物与优选载体的相互作用将产生悬浮颗粒，与如果没有载体施用活性配料相比，所述悬浮颗粒将结合得更迅速、更为牢固。例如，据信季铵柔软剂的水悬浮液将呈胶束形式，这种形式能稳固地沉积至薄页纸幅表面的纤维表面上。相反，在没有载体

帮助下施加季铵柔软剂，即以熔融状态下施用，往往会使柔软剂吸入薄页纸幅的内部。

本申请人已发现：载体和包含所述载体的柔软组合物，对于促进以工业规模将柔软活性配料施加至薄页纸幅上而言，将是特别有用的。

- 5 在本发明最为简单的实施方案中，可将柔软配料溶解于在此形成溶液的载体中。然而，如上所述，作为合适柔软活性配料溶剂使用的材料，出于安全和环境的原因，它们在工业上是不希望的。因此，适用于本发明的载体，它必须与在此所述的柔软活性配料相容并且与其上沉积本发明柔软组合物的薄页纸基材相容。另外，合适的材料不应包含任何产生安全性问题(在薄页纸制备过程中或对于利用在此所述柔软组合物的薄页纸产品的使用者)，并且不产生对环境不可接受的危险的任何组分。用于本发明载体的合适的材料包括羟基官能的液体，最优选的是水。

电解质

- 15 尽管水是用作本发明载体特别优选的材料，但只有水作为载体并不是优选的。具体地说，当本发明的柔软活性配料以适合施用于薄页纸幅的量分散于水中时，该分散体具有不可接受的高粘度。尽管不被理论所束缚，但申请认为，将水和本发明的柔软活性配料结合形成的分散体将产生具有高粘度的液晶相。具有高粘度的组合物很难就柔软用途施加至薄页纸幅上。

- 20 申请人已发现，通过简单地将合适的电解质添加至载体中，柔软活性配料水分散体的粘度可大大降低，与此同时还能保持柔软组合物中柔软活性配料希望的高含量。另外，不被理论所束缚，申请人认为：添加电解质将影响围绕分散体中任何带阳离子电荷的物质或颗粒的带电双层的尺寸，使柔软活性配料/水/电解质三元体系的相结构发生改变，以致使该体系的
- 25 粘度下降。

- 30 满足适用于本发明载体的材料的上述一般标准并且能有效地降低柔软活性配料水分散体粘度的任何电解质，均适用于本发明的载体中。特别是，满足上述标准的任何已知的水溶性电解质可包括在本发明柔软组合物的载体中。当存在电解质时，其用量至多约为柔软组合物的约 25%(重量)，但优选的是不大于柔软组合物重量的约 15%。优选的是，以无水电解质重量计，电解质的用量为柔软组合物重量的约 0.1%至约 10%(重量)。更为优选的是，

电解质的用量为柔软组合物重量的约 0.3%至约 1.0%重量。电解质的最少用量为足以提供希望粘度的用量。分散体通常显示出非牛顿流变性，并且，利用下面 TEST Methods 章节中所述的方法，于 25 °C 和 100 秒⁻¹ 的剪切速率进行测量时，被剪切稀释至希望的粘度，所述粘度通常从约 10cp 至约 1000cp，优选从约 10cp 至约 200cp。合适的电解质包括：碱金属或碱土金属的卤化物，硝酸盐，亚硝酸盐，和硫酸盐，以及相应的铵盐。其它有用的电解质包括：简单有机酸的碱金属盐或碱土金属盐，如甲酸钠和乙酸钠，以及相应的铵盐。优选的电解质包括：钠，钙，和镁的氯化物盐。就本发明的柔软组合物而言，氯化钙是特别优选的电解质。不被理论所束缚，氯化钙的湿润性能和赋予施用组合物的吸收性薄页纸产品的平衡水含量的永久性改变，使得氯化钙特别优选。也就是说，申请人认为：氯化钙的湿润性，使之成为能给薄页纸的纤维素结构提供水份的水源。正如现有技术中已知的，水份将起纤维素增塑剂的作用。因而，与不含氯化钙的类似结构相比，通过水合氯化钙提供的水份使得纤维素能在更宽范围的环境相对湿度下保持期望的柔软性。如果需要，各种电解质的相容掺混物也是合适的。

载体还可包含少量本领域已知的配料。其例子包括：用于调节 pH 的无机酸或缓冲体系(对于某些柔软活性配料需要保持水解稳定性)，和作为加工助剂的消泡剂配料(例如得自道康宁公司(Midland , MI)的硅酮乳液，商品名为 Dow Corning 2310)，以便当将本发明柔软组合物施加至薄页纸幅上时减少发泡。

还可以使用稳定剂来改善分散体的均匀性和贮存期限。例如，为此目的，可以包括得自 Clariant 公司(Charlotte , NC)的乙氧基化聚酯，HOE S4060。

也可以使用加工助剂，例如包括：增白剂，如得自 CIBA-GEIGY(Greensboro , NC)的 Tinopal CBS-X，可以将其添加至分散体中，以便通过在 UV 光下对包含表面涂布柔软组合物的成品薄页纸幅进行检查时，能容易地对涂布均匀性进行质量观察。

制备柔软组合物

如上所述，本发明的柔软组合物是柔软活性配料在载体中的分散体。根据所选的柔软活性配料，所希望的涂布量以及需要在组合物中特定含量的柔软活性配料时的其它因素，柔软活性配料的含量可以在组合物量的约

10%和约 35%之间改变。优选的是，柔软活性配料占组合物的约 20%至约 30%。最优选的是，柔软活性配料占组合物的约 25%。根据生产柔软活性配料所使用的方法，柔软组合物也可以包含约 2%至约 20%，优选约 10%的增塑剂。如上所述，载体优选的主成份是水。此外，载体优选包含碱金属或碱土金属卤化物电解质，并且可以包含调节 pH，控制泡沫，或有助于分散体稳定性的少量配料。下面将详细地描述本发明特别优选的柔软组合物。

本发明特别优选的柔软组合物(组合物 1)按如下进行制备。所用材料更为具体地限定在该说明之后详述组合物 1 的表中。在每个步骤中的用量足以形成表中详述的最终组合物。将盐酸(25%溶液)，消泡剂配料和增白剂添加至适量的水中。然后，将该混合物加热至约 165°F(75 °C)。在对水混合物加热的时候，通过加热至温度约 150°F(65 °C)，而使柔软活性配料和增塑剂的掺混物熔融。然后，慢慢地将柔软活性配料和增塑剂的熔融混合物添加至加热的酸性液相中，然后进行混合以便使该分散相均匀地分布在载体中。(聚乙二醇的水溶解性可能使之进入连续相中，但这对于本发明并不是至关重要的，更为疏水的并因此与季铵化合物的烷基链缔合的增塑剂也落入本发明的范围内)。在柔软活性配料完全分散之后，在混合的同时间歇地添加部分氯化钙(2.5%溶液)。然后使该液体混合物均匀化。为此可以使用使分散体均匀化的任何一种方法。均化 40 加仑柔软组合物的一种可接受的方法是：使用得自 Tekmar 公司(Cincinnati, OH)的 Ultra-Turrax, T45 S4 型均化器，将该均化器浸在材料中为期 4 小时。然后使组合物冷却至室温，并在混合的同时慢慢地添加稳定剂。最后，在连续混合下添加剩余的氯化钙(25%溶液)。

组合物 1

组份	浓度
连续相	
水	适量至 100%
氯化钙 ¹	0.53%
消泡剂 ²	0.15%
盐酸 ³	13ppm
增塑剂 ⁵	12.1%
增白剂 ⁶	89ppm

稳定剂⁴ 0.49%

分散相

柔软活性配料⁵ 23.7%

1.0.34%得自 2.5%的氯化钙水溶液和 0.19%得自 25%的氯化钙水溶液。

5 2.硅酮乳液-Dow Corning 2310[®], 由道康宁公司(Midland, MI)出售。

3.得自 J.T.Baker 化学公司(Phillipsburg, NJ)。

4.稳定剂是得自 Clariant 公司(Charlotte, NC)的 HOE S4060。

5.预混合得到的增塑剂和柔软活性配料, 得自 Wicto 化学公司(Dublin OH)的 DP-SC-505-91, 它是约 2 份牛脂二酯季铵化物和 1 份聚乙二醇 400。

10 6.增白剂是得自 CIBA-GEIGY(Greensboro, NC)的 Tinopal CBS-X。

所得到的化学柔软组合物是适用于如下所述薄页纸幅的乳状、低粘度分散体, 以给由所述纸幅制备的薄页纸提供所希望的触感柔软度。当利用下面 TEST Methods 章节中所述的方法, 在 25 °C 和 100 秒⁻¹ 剪切速率下测量时, 所述组合物合适的粘度低于约 1000cp。优选的是, 所述组合物的粘度

15 低于约 500cp。更优选的是, 所述粘度低于约 100cp。

制备本发明柔软组合物的另一方法是: 通过首先将电解质(氯化钙)添加至适量水中, 同时进行充分混合, 以使氯化钙完全溶解而制备水相。然后将该电解质溶液的 pH 调节至约 4。然后将该调节 pH 的水相加热至约 150°F(65 °C)。在对水相加热的同时, 通过在约 150°F(65 °C)进行加热而使

20 季铵化合物和增塑剂熔融。然后, 将季铵化合物和增塑剂的熔融混合物添加至加热的酸性盐溶液中, 同时进行混合以便使季铵相均匀地分布在载体中。(聚乙二醇的水溶解性可能使之进入连续相中, 但这对于本发明并不是至关重要的, 更为疏水的并因此与季铵化合物的烷基链缔合的增塑剂也落入本发明的范围内)。然后, 使该组合物冷却至室温并添加消泡剂。这时添

25 加使柔软组合物达到 100%所需的水。

组合物 2

组份

浓度

载体

水

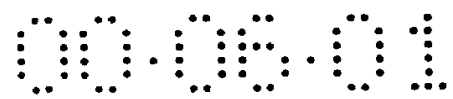
适量至 100%

30 氯化钙

4.7%

消泡剂¹

1.7%



硫酸	适量至 pH4
增塑剂 ²	9.9%
分散相	
柔软活性配料	23.9%

5 1.聚二甲基硅氧烷-SF 96-350[®]，由通用电器公司(Waterford, NY)出售的 350 厘施的液体。

2.预混合得到的增塑剂和柔软活性配料，得自 Wicto 化学公司(Dublin OH)的 DP-SC-505-91，它是约 2 份牛脂二酯季铵化物和 1 份聚乙二醇 400。

10 所得到的化学柔软组合物是适用于如下所述薄页纸幅的乳状、稍粘稠的分散体，以给由所述纸幅制备的薄页纸提供所希望的触感柔软度。它显示出剪切稀释的非牛顿粘度。优选的是，当利用下面 TEST Methods 章节中所述的方法，在 25 °C 和 100 秒⁻¹ 剪切速率下测量时，所述组合物的粘度在约 100cp 和约 1000cp 之间。

使用方法

15 在一优选实施方案中，本发明的柔软组合物可以在薄页纸幅干燥并起皱之后施用，更优选的是，在纸幅仍处于高温时施用。优选的是，在纸幅卷至大卷筒上之前将柔软组合物施加至干燥并起皱的薄页纸幅上。因此，在本发明优选的实施方案中，在纸幅起皱之后，当纸幅通过控制厚度的压光辊时，将柔软组合物施加至热的、过度干燥的薄页纸幅上。

20 优选将上述柔软组合物施加至热转移表面上，然后将该组合物施加至薄页纸幅上。为了随后转移至薄页纸幅上，应以宏观均匀的方式将柔软组合物施加至加热的转移表面上，以致使基本上整个纸页都由柔软组合物的作用得到益处。在施加至加热转移表面之后，至少部分载体的挥发性成份优选挥发掉，优选留下一层薄膜，所述薄膜包含：载体挥发成份的任何剩
25 余未挥发部分，柔软活性配料，以及柔软组合物的其它非挥发成份。“薄膜”意指：在转移表面上的任何薄涂层，光雾或烟雾。所述薄膜宏观上是连续的或由不连续的单元组成。如果薄膜由不连续的单元组成，那么，所述单元可以具有均匀的大小或不同的大小；另外，它们还可以规则的图案排列或以不规则的图案排列，但是，该薄膜宏观上是均匀的。优选的是，所述
30 薄膜由不连续的单元组成。

可将柔软组合物简单地施加至薄页纸幅的一侧，或施加至两侧。

宏观均匀地将柔软组合物施加至热转移表面上的方法包括喷涂和印刷。业已发现，喷涂是实用的，并且可相对于柔软组合物的量和分布进行精确控制，因此，喷涂更为优选。优选的是，在气扬克式烘缸之后和大卷筒之前，将分散的柔软组合物从转移表面施加至干燥、起皱的薄页纸幅上。

5 完成该应用的特别方便的方法是，将柔软组合物施加至一对加热压光辊之一或两者上，所述压光辊除起本发明柔软组合物热转移表面的作用以外，还起降低并控制干燥薄页纸幅的厚度至所希望的最终产品的厚度的作用。

图 1 说明将柔软组合物施加至薄页纸幅上的优选方法。参考图 1，湿薄页纸幅 1 在承载织物 14 上通过转向辊 2，并借助压辊 3 的作用转移至扬克式烘缸 5 上，而承载织物 14 运行通过转向辊 16。用借助喷涂器 4 施加的粘合剂，将纸幅粘结至扬克式烘缸 5 的圆柱表面上。通过蒸汽加热的扬克式烘缸 5 以及通过未示出的装置加热并循环通过干燥罩 6 的热空气而完成干燥。然后，通过刮刀 7，由扬克式烘缸 5 使纸幅进行干起皱，在此之后，纸幅称为起皱纸页 15。根据将柔软组合物施加至薄页纸幅的两侧还是一侧上，通过喷涂器 8 和 9，将本发明的柔软组合物喷涂至称为上压光辊 10 的上加热转移表面上和/或称为下压光辊 11 的下加热转移表面上。然后，在部分载体蒸发掉之后，使纸页 15 与加热转移表面 10 和 11 接触。然后，使处理过的纸幅运行通过纸轴 12 的圆周部分，然后卷至大卷筒 13 上。

适用于加热转移表面 10，11 的举例性材料包括：金属(例如钢，不锈钢，和铬)，非金属(例如合适的聚合物，陶瓷，玻璃)，以及橡胶。适用于将本发明柔软组合物喷涂至热转移表面上的设备包括：外部混合器，空气雾化喷嘴，如 Spraying Systems Co.(Wheaton, IL.)的 SU14 空气雾化喷嘴(Air cap #73328 和 Fluid cap #2850)。适用于将包含柔软组合物的液体印刷至热转移表面上的设备包括：轮转凹印机或胶印机。

25 加热转移表面的温度优选低于柔软组合物的沸点。因此，如果载体的主成份为水的话，加热转移表面的温度应低于 100 °C。当水用作载体的主成份时，优选该温度在 50 °C 和 90 °C 之间，更优选在 70 °C 和 90 °C 之间。

不希望被理论所束缚或另外地限定本发明，现提供在造纸操作中遇到的常用加工条件的下面说明以及它们对本发明所述方法的影响。扬克式烘缸使薄页纸页的温度升高并除去水份。扬克式烘缸中的蒸汽压约为 110PSI(750kPa)。该压力足以使烘缸的温度增加至约 170 °C。随着纸页中水

份的除去，处于烘缸上纸页的温度将升高。当纸页离开刮刀时，其温度可超过 120 °C。然后纸页运行通过空间至压光机和纸轴，并损失一些热量。卷在纸轴上纸张的温度测得约为 60 °C。最后，使纸页冷却至室温。根据纸卷的大小，冷却将化费几小时至几天的时间。当纸张冷却时，它还从大气中吸收水份。

由于在纸张处于过度干燥状态时将本发明的柔软组合物施加至纸张上，因此，通过本发明方法利用柔软组合物加至纸张上的水份不足以使纸张的强度和厚度发生明显的损失。因此，无需进一步干燥。

另外，也可以在起始干燥并与环境成湿平衡之后，将得自本发明柔软组合物有效量的柔软活性配料施加至已冷却的薄页纸幅上。施加本发明柔软组合物的方法与将所述组合物施加至热、过度干燥薄页纸幅上的上述方法基本相同。即，可以将柔软组合物施加至转移表面上，然后将组合物施加至薄页纸幅上。由于本发明组合物希望的流变性能能均匀地施加在薄页纸幅的整个宽度上，因此，无需加热的转移表面。再者，为随后转移至薄页纸幅上，优选以宏观均匀的方式将柔软组合物施加至转移表面上，以致使基本上整个纸页都由柔软组合物的作用得到益处。合适的转移表面包括：构图印刷辊，雕刻的转移辊(Anilox 辊)，和光滑辊，就薄页纸幅而言，它们可以是特定设计用来施加柔软组合物的装置的一部分，或可以是设计成其它功能的装置的一部分。适合于将本发明柔软组合物施加至环境平衡薄页纸幅上的装置的例子是描述于 US08/777,829(1996 年 12 月 31 日以 Vinson 等人的名义申请)中的凹印辊和印刷方法，在此将其引入作为参考。另外，如上所述，也可以将本发明的柔软组合物施加(例如通过喷涂至其上)至设计成其它功能(例如将薄页纸幅转换成最终吸收性薄页纸产品)的装置的光滑辊上(例如一对压区之一处)。

不被理论所束缚，申请人认为，本发明的柔软组合物特别适合于施加至环境平衡的薄页纸幅上，这是因为：

1.所述柔软组合物包含高含量的柔软活性配料和其它非挥发性成份。因此，通过所述柔软组合物传至薄页纸幅中的水量很少。例如，当将表 1 中所述的优选组合物以提供 0.5%活性柔软剂的量施加至薄页纸幅上时，也将施加至纸幅中约 1.25%的水份。申请人已发现，所述纸幅仍然是足够强韧且尺寸稳定。

2.优选电解质即氯化钙的吸湿性能将结合组合物中至少一部分水份,因此,不会使处理过的纸幅产生不可接受地降低其抗张性能。

当根据下面 TEST Methods 章节中所述的方法对如上所述处理过的纸幅的柔软度进行评估时发现,其柔软度改进至少约 0.2 小组评价单位 (PSU)。优选的是,柔软度改进至少约 0.3PSU。更优选的是,柔软度改进至少约 0.5PSU。

实施例

实施例 1

本实施例说明显示本发明一个实施方案的薄页纸的制备。该实施例阐明了均匀薄页纸幅的生产,所述薄页纸幅是利用上述另一方法制备的本发明柔软组合物的另一实施方案所提供的。将组合物施加至纸幅的一侧并使纸幅结合成双层浴巾纸产品。

在实施本发明时使用实验室规模的长网造纸机。

利用常规的碎浆机制备浓度约 3%的 NSK 水浆液,并通过浆管输送至长网纸机的网前箱。

为赋予成品以暂时湿强度,制备 1%的 Parex 750[®]分散体并以 NSK 纤维的干重量计足以提供 0.5% Parex 750[®]的比例添加至 NSK 浆管中。借助使处理过的浆液通过在线混合器而增强了暂时湿强度树脂的吸收率。

利用常规的碎浆机制备浓度约 3%的桉树纤维的水浆液。用阳离子淀粉, RediBOND 5320[®]对输送桉树纤维的浆管进行处理,所述淀粉以 2%分散体的形式提供,并且以淀粉的干重量和最终起皱薄页纸产品的干重量计,其比例为 0.2%。借助使得到的混合物通过在线混合器而增强阳离子淀粉的吸收率。

在混合浆泵之前,使 NSK 纤维和桉树纤维的液流在一浆管中混合。然后,在混合浆泵处用白水将混合的 NSK 纤维和桉树纤维稀释至以 NSK 纤维和桉树纤维总重量计约 0.2%的浓度。

将 NSK 纤维和桉树纤维的均匀浆液引入为保持均匀液流而适当装备的多通道网前箱中,直至排至运行的长网上为止。将均匀的浆液排至运行的长网上,并通过长网脱水和借助挡水板和真空箱加速。

湿纸胚在纤维浓度约 15%的位置从长网传递至构图的干燥织物上。干燥织物设计成得到图案致密的薄页纸,其中不连续的低密度挠曲区排列在

高密度(压节)区的连续网中。该干燥织物是通过将不可渗透的树脂表面铸造至纤维网支承织物上而形成的。所述支承织物是 45×52 长丝的双层网。在支承织物上, 树脂铸造层的厚度约为 10 密耳。压节区约为 40%, 而开口网格每平方英寸约为 562 个。

5 借助真空帮助的脱水完成了进一步的脱水, 直至纸幅的纤维浓度约 28% 为止。

当与构图的成形织物接触时, 构图的纸幅通过空气通风预干燥器而预干燥至约 62%(重量)的纤维浓度。

10 然后将半干燥的纸幅转移至扬克式烘缸上并借助喷涂的起皱粘合剂而粘附至扬克式烘缸的表面上, 所述粘合剂包含 0.125 % 聚乙烯醇的水溶液。以纸幅干重量计, 以 0.1% 粘合剂固体的比例将起皱粘合剂输送至扬克式烘缸表面上。

在利用刮刀从扬克式烘缸上使纸幅进行干起皱之前, 使纤维浓度增加至约 96%。

15 所述刮刀的斜角约为 25 度并相对于扬克式烘缸进行设置, 以便提供约 81 度的冲击角。在约 350°F (177°C) 的温度和约 800 fpm (英尺/分) (约 244 米/分) 的速度下运行扬克式烘缸。

20 然后, 使纸幅在两个压光辊之间通过。利用 Spraying Systems Co. (Wheaton, IL.) 的 SU14 空气雾化喷嘴 (Air cap #73328 和 Fluid cap #2850), 按下面另外描述的那样, 用化学柔软组合物喷涂底压光(转移)辊。以辊的重量使两个复合辊偏压在一起并以 656 fpm (约 200 米/分) 的表面速度运行, 这将产生约 18% 的百分起皱率。

在制备化学柔软混合物中使用的试剂是:

25 1. 与聚乙二醇 400 预混合的部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物。该预混合物中包含 74% 季铵化合物 (Adogen SDMC, 得自 Witco incorporated) 和 26% PEG400 (得自 J.T.Baker 公司 (Phillipsburg, NJ))。

2. 得自 J.T.Baker 公司 (Phillipsburg, NJ) 的氯化钙粒料。

3. 得自通用电器公司 (Waterford, NY) 的二甲基聚硅氧烷 (SF96-350)。

4. 得自 J.T.Baker 公司 (Phillipsburg, NJ) 的硫酸。

30 借助将氯化钙溶解于所需量的水中而制备化学柔软剂混合物。然后用硫酸将该盐溶液的 pH 调节至约 4。接着将所得到的混合物加热至约 75°C 。

随后，以糊状物的形式添加季铵化合物和 PEG400 的预混物，并进行搅拌，直至该混合物完全均匀为止。再添加聚二甲基硅氧烷，以控制发泡。在冷却并添加补充水之后，以足以提供具有下列大约浓度的组合物的比例使用各组分：

- 5 25% 部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物
 9% PEG400
 5% CaCl_2
 59% 水
 1.7% 聚二甲基硅氧烷

- 10 借助直接加压而使化学柔软剂混合物从底压光辊转移至薄页纸幅的一侧上。所得到薄页纸的定量约为 12.8 磅/3000 英尺²。

将纸幅转换成均匀、双层起皱的构图致密的薄页纸产品。与未处理的对比薄页纸产品相比，所得到的薄页纸具有改善的柔软度触感。

实施例 2

- 15 本实施例说明另一方法，该方法能用于制备使用本发明柔软添加剂处理过的柔软薄页纸。该实施例阐明了含有施加至纸幅两个面上的本发明柔软组合物(也可通过如前所述另一方法制得)的层状薄页纸幅的制备；其中所述纸幅适合于单层浴巾纸产品。

在实施本发明时使用实验室规模的长网造纸机。

- 20 利用常规的碎浆机制备浓度约 3%的北方针叶木硫酸盐纤维(NSK)的水浆液，并通过浆管输送至长网纸机的网前箱。

为赋予成品以暂时湿强度，制备 1%的 Parez 750[®]分散体并以 NSK 纤维的干重量计足以提供 1.0% Parez 750[®]的比例添加至 NSK 浆管中。借助使处理过的浆液通过在线混合器而增强暂时湿强度树脂的吸收率。

- 25 利用常规的碎浆机制备浓度约 3%的桉树阔叶木硫酸盐纤维的水浆液。并通过浆管输送至长网纸机的网前箱。

为赋予成品以暂时湿强度并减少薄页纸表面的尘埃或掉毛，制备 1%的 Parez 750[®]分散体并以桉树纤维的干重量计足以提供 0.375% Parez 750[®]的比例添加至桉树浆管中。借助使处理过的浆液通过在线混合器而增强暂时湿
 30 强度树脂的吸收率。

在混合浆泵的入口处用白水稀释 NSK 纤维，使得以 NSK 纤维浆总重

量计其浓度约 0.15%。同样，在混合浆泵的入口处用白水稀释桉树纤维，使得以桉树纤维浆总重量计其浓度约 0.15%。将桉树浆和 NSK 浆输送至能使各浆液保持独立液流方式的层状网前箱，直至它们沉积至长网的成形织物上为止。

- 5 造纸机有具有顶室，中间室，和底室的层状网前箱。将桉树纤维浆泵送通过网前箱的顶室和底室，与此同时，将 NSK 纤维浆泵送通过网前箱的中间室并以叠加的方式输送至长网上，以便在长网上形成三层的纸胚，其中约 80%由桉树纤维组成，20%由 NSK 纤维组成。通过长网脱水并借助挡水板和真空箱加速。所述长网是每英寸分别有 87 根纵向单丝和 76 根横向单丝的 5-棱道，缎纹组织构形。在纤维浓度约 22%的位置处，纸胚从长网转移至构图的干燥织物上。

- 干燥织物设计成得到图案致密的薄页纸，其中不连续的低密度挠曲区排列在高密度(压节)区的连续网中。该干燥织物是通过将不可渗透的树脂表面铸造至纤维网支承织物上而形成的。所述支承织物是 48 × 52 长丝的双层网。在该第二表面上，树脂铸造层的厚度约为 15.5 密耳。压节区约为 39%，而开口网格每平方英寸约为 78 个。

- 然后使纸幅载在干燥织物中通过真空脱水箱，通过通风预干燥器，在此之后，将纸幅转移至扬克式烘缸上。在真空脱水箱之后纤维的浓度约 27%，通过预干燥器作用之后，在转移至扬克式烘缸上之前的纤维浓度约 65%；借助涂布器，将包含 0.25 % 聚乙烯醇水溶液的起皱粘合剂喷涂至扬克式烘缸的表面上；在利用刮刀从扬克式烘缸上使纸幅进行干起皱之前，使纤维浓度增加至约 98%。所述刮刀的斜角约为 25 度并相对于扬克式烘缸进行设置，以便提供约 81 度的冲击角；在约 315°F(157 °C)的温度和约 800fpm(英尺/分)(约 244 米/分)的速度下运行扬克式烘缸。然后，使纸幅在两个压光辊之间通过。利用 Spraying Systems Co.的 SU14 空气雾化喷嘴(Air cap #73328 和 Fluid cap #2850)，按下面另外描述的那样，用化学柔软剂溶液喷涂顶和底压光(转移)辊。

化学柔软混合物的组份是：

- 1.与聚乙二醇 400 预混合的部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物。该预混物中包含 74%季铵化合物(Adogen SDMC，得自 Witco incorporated)和 26%PEG400(得自 J.T.Baker 公司(Phillipsburg, NJ))。

2.得自 J.T.Baker 公司(Phillipsburg, NJ)的氯化钙粒料。

3.得自 J.T.Baker 公司(Phillipsburg, NJ)的硫酸。

借助将氯化钙溶解于所需量的水中而制备化学柔软剂混合物。然后用硫酸将该盐溶液的 pH 调节至约 4。接着将所得到的混合物加热至约 75 °C。

5 随后，以糊状物的形式添加季铵化合物和 PEG400 的预混物，并进行搅拌，直至该混合物完全均匀为止。在冷却并添加补充水之后，以足以提供具有下列大约浓度的组合物的比例使用各组份：

25% 部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物

16% PEG400

10 5% CaCl_2

54% 水

将两压光辊偏压在一起并以 640fpm(约 195 米/分)的表面速度运行。借助直接加压而使化学柔软剂混合物从底压光辊转移至薄页纸幅的一侧上。

15 将纸卷至芯上的纸轴以 656fpm(约 200 米/分)的速度运行，这将产生约 18% 的百分起皱率。所得到薄页纸的定量约为 20.9 磅/3000 英尺²。

将得到的单层薄页纸幅转换成层状、单层起皱的构图致密的薄页纸产品，与未处理的对比薄页纸产品相比，所得到的薄页纸具有改善的柔软度触感。

实施例 3

20 本实施例说明另一方法，该方法能用于制备使用本发明柔软添加剂处理过的柔软薄页纸。该实施例阐明了含有施加至纸幅一个面上的本发明柔软组合物(通过如前所述的优选方法制得)的层状薄页纸幅的制备；其中将所述薄页纸幅适结合成双层薄页纸产品。

在实施本发明时使用实验室规模的长网造纸机。

25 利用常规的碎浆机制备浓度约 3%的北方针叶木硫酸盐纤维(NSK)的水浆液，并通过浆管输送至长网纸机的网前箱。

为赋予成品以暂时湿强度，制备 1%的 Parez 750[®]分散体并以 NSK 纤维的干重量计足以提供 0.5% Parez 750[®]的比例添加至 NSK 浆管中。借助使处理过的浆液通过在线混合器而增强暂时湿强度树脂的吸收率。

30 利用常规的碎浆机制备浓度约 3%的桉树阔叶木硫酸盐纤维的水浆液。并通过浆管输送至长网纸机的网前箱。

为赋予成品以暂时湿强度并减少薄页纸表面的尘埃或掉毛，制备 1% 的 Parez 750[®] 分散体并以桉树纤维的干重量计足以提供 0.375% Parez 750[®] 的比例添加至桉树浆管中。借助使处理过的浆液通过在线混合器而增强暂时湿强度树脂的吸收率。

- 5 在混合浆泵的入口处用白水稀释 NSK 纤维，使得以 NSK 纤维浆总重量计其浓度约 0.15%。同样，在混合浆泵的入口处用白水稀释桉树纤维，使得以桉树纤维浆总重量计其浓度约 0.15%。将桉树浆和 NSK 浆输送至能使各浆液保持独立液流方式的层状网前箱，直至它们沉积至长网的成形织物上为止。
- 10 造纸机有具有顶室，中间室，和底室的层状网前箱。将桉树纤维浆泵送通过网前箱的顶室和中间室，与此同时，将 NSK 纤维浆泵送通过网前箱的底室并以叠加的方式输送至长网上，以便在长网上形成二层的纸胚，其中约 80% 由桉树纤维组成，20% 由 NSK 纤维组成。通过长网脱水并借助挡水板和真空箱加速。所述长网是每英寸分别有 87 根纵向单丝和 76 根横向单丝的 5-棱道，缎纹组织构形。

- 在纤维浓度约 15% 的位置处，纸胚从长网转移至构图的干燥织物上。干燥织物设计成得到图案致密的薄页纸，其中不连续的低密度挠曲区排列在高密度(压节)区的连续网中。该干燥织物是通过将不可渗透的树脂表面铸造至纤维网支承织物上而形成的。所述支承织物是 45 × 52 长丝的双层网。
- 20 树脂铸造层的厚度在支承织物上方约为 10 密耳。压节区约为 40%，而开口网格每平方英寸约为 78 个。

借助真空帮助的脱水完成了进一步的脱水，直至纸幅的纤维浓度约 28% 为止。

- 当与构图的成形织物接触时，构图的纸幅通过空气通风预干燥器而预干燥至约 62%(重量)的纤维浓度。

然后将半干燥的纸幅转移至扬克式烘缸上并借助喷涂的起皱粘合剂而粘附至扬克式烘缸的表面上，所述粘合剂包含 0.125 % 聚乙烯醇的水溶液。以纸幅干重量计，以 0.1% 粘合剂固体的比例将起皱粘合剂输送至扬克式烘缸表面上。

- 30 在利用刮刀从扬克式烘缸上使纸幅进行干起皱之前，使纤维浓度增加至约 96%。

所述刮刀的斜角约为 25 度并相对于扬克式烘缸进行设置，以便提供约 81 度的冲击角。在约 350°F(177 °C)的温度和约 800fpm(英尺/分)(约 244 米/分)的速度下进行扬克式烘缸。

然后，使纸幅在两个压光辊之间通过。利用 Spraying Systems Co.(Wheaton, IL.)的 SU14 空气雾化喷嘴(Air cap #73328 和 Fluid cap #2850)，按下面另外描述的那样，用化学柔软组合物喷涂底压光(转移)辊。以辊的重量使两个复合辊偏压在一起并以 656fpm(约 200 米/分)的表面速度运行，这将产生约 18%的百分起皱率。

在制备化学柔软混合物中使用的试剂是：

- 10 1.与聚乙二醇 400 预混合的部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物。该预混合物中包含 66.2%季铵化合物，得自 Witco Chemical 公司(Dublin, OH)。
- 2.得自 EM Science(Gibbstown, NJ)的氯化钙粒料。
- 3.得自道康宁公司(Midland, MI)的硅酮乳液(Dow Corning 2310)。
- 4.得自 J.T.Baker 公司(Phillipsburg, NJ)的盐酸。
- 15 5.得自 Clariant 公司(Charlotte, NC)的乙氧基化聚酯(HOE S4060)。
- 6.得自 CIBA- GEIGY(Greensboro, NC)的荧光增白剂(Tinopal CBS-X)。

借助将消泡剂，盐酸和荧光增白剂在所需量的水中混合而制备化学柔软剂混合物。接着将所得到的混合物加热至约 75 °C。随后，以糊状物的形式添加季铵化合物和 PEG400 的预混合物，并进行搅拌，直至该混合物完全均匀为止。然后添加 2.5%的氯化钙溶液，并且进行混合以使该溶液变稀。然后，利用 Ultra-Turrax T45 S4 型均化器对 40-45 加仑的批料处理 4 小时。在溶液冷却至室温之后，在混合的同时添加聚酯。最后，添加 25%的氯化钙溶液。以足以提供具有下列大约浓度的组合物的比例使用各组份：

- | | | |
|----|-------|-------------------|
| | 24% | 部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物 |
| 25 | 12% | PEG400 |
| | 0.5% | CaCl ₂ |
| | 63% | 水 |
| | 0.15% | 硅酮乳液 |
| | 13ppm | 盐酸 |
| 30 | 0.5% | 聚酯 |
| | 89ppm | Tinopal CBS-X |

借助直接加压而使化学柔软剂混合物从底压光辊转移至薄页纸幅的一侧上。所得到薄页纸的定量约为 12.8 磅/3000 英尺²。

将得到的纸幅转换成均匀、双层起皱的构图致密的薄页纸产品。与未处理的对比薄页纸产品相比，所得到的薄页纸具有改善的柔软度触感。

5 实施例 4

本实施例将阐明：利用本发明组合物处理的薄页纸幅改善的柔软度。

利用下面 TEST Methods 章节中描述的方法，测量实施例 1, 2 和 3 中处理过的纸幅的小组柔软度。评估的结果(连同处理过的纸幅的其它性能一起)列于表 1 中。

10

表 1

	实施例 1	实施例 2	实施例 3
定量(lb/3000ft ²)	25.2	20.5	24.3
产品	双层浴巾纸	单层浴巾纸	双层浴巾纸
柔软剂含量(%) ¹	1.1	1.3	1.7
厚度, 密耳	13.8	15.2	19.4
抗张强度(g/in)	455	393	472
柔软度, PSU	+0.84	+0.93	+1.1

1.柔软剂含量表示为：相对于最终薄页纸产品总重量，部分氢化牛脂二酯氯化季铵化合物的重量百分比。

如上可以看出，包含处理过纸幅的上述三种薄页纸产品均明显地比未处理的对比纸幅更为柔软(用于柔软度评估参考)。

15 测试方法

薄页纸上柔软活性配料的含量

可通过应用技术中任何可接受的方法来测量保留在薄页纸幅上的在此所述的柔软活性配料的含量。这些方法只是举例性的，并不意味着排除可以用来测量被薄页纸保留的特别成份含量的其它方法。

20

下面的方法适于测量：可通过本发明的方法沉积的优选季铵化合物(QAC)的含量。利用溴甲菲啶指示剂，用标准阴离子表面活性剂(十二烷基硫酸钠-NaDDS)溶液对 QAC 进行滴定。

标准溶液的制备

下面的方法可用来制备所述滴定方法中使用的标准溶液。

溴甲菲啶指示剂的制备

向 1 升体积的烧瓶中添加:

A)500 毫升蒸馏水。

5 B)40 毫升溴甲菲啶-二硫化物指示剂储液, 得自 Gallard-Schlesinger Industries, Inc.(Carle Place, NY)。

C)40 毫升 $5\text{NH}_2\text{SO}_4$ 。

D)用蒸馏水将烧瓶填充至标记处并进行混合。

NaDDS 溶液的制备

向 1 升体积的烧瓶中添加:

10 A)称取 0.1154 克 NaDDS, 它是以十二烷基硫酸钠(超纯)的形式得自 Aldrich 化学公司(Milwaukee, WI)。

B) 用蒸馏水将烧瓶填充至标记处并进行混合, 以便形成 0.0004N 的溶液。

方法

15 1.在分析天平上, 称取约 0.5 克薄页纸。记录试样重量, 精确至 0.1 毫克。

2.将试样置于体积约 150 毫升的玻璃圆筒中, 所述圆筒中有星形磁力搅拌器。利用刻刻度量筒, 添加 20 毫升二氯甲烷。

20 3.在通风橱中, 将该圆筒放置于旋至低热的热板上。在搅拌的同时使溶剂完全沸腾, 并利用刻度的量筒, 添加 35 毫升溴甲菲啶指示剂溶液。

4.在高速搅拌的同时, 再次使二氯甲烷完全沸腾。关闭热源, 但继续对试样进行搅拌。将 QAC 与指示剂配合, 形成在二氯甲烷层中的蓝色化合物。

25 5.利用 10 毫升的滴定管, 用阴离子表面活性剂溶液对试样进行滴定。滴定通过添加滴定的等分试样并迅速搅拌 30 秒而进行。关闭搅拌板, 使各层分离, 并检查蓝色的强度。如果颜色为深蓝色, 添加约 0.3 毫升滴定剂, 迅速搅拌 30 秒钟并关掉搅拌器。再次检查蓝色的强度。当蓝色变得很弱时, 如果需要, 用另外 0.3 毫升滴定剂重复进行滴定, 在搅拌期间滴加滴定剂。终点是在二氯甲烷层中开始出现浅粉色。

6.记录滴定剂的体积, 精确至 0.05 毫升。

30 7.利用下面公式计算产品中 QAC 的含量:

$(\text{NaDDS 的毫升数} - X) * Y * 2 / \text{试样重量(克)} = \# / \text{吨 QAC}$

式中 X 为通过滴定没有本发明 QAC 的试样得到的空白校正。Y 是 1.00 毫升 NaDDS 将滴定的 QAC 的毫克数。(例如, 对于一特别优选的 QAC, 即二酯二(少量氢化)牛脂二甲基氯化铵, $Y=0.254$ 。)

薄页纸密度

5 在此使用的术语, 薄页纸的密度是薄页纸的定量除以厚度计算得到的平均密度, 其中包括适当的单位转换。在此使用的薄页纸的厚度是当薄页纸经受 $95\text{g/in}^2(15.5\text{g/cm}^2)$ 压缩负载时的厚度。

薄页纸的小组柔软度

理想的情况是, 在柔软测试之前, 根据 TAPPI Method #T402OM-88, 10 对待测试的纸样进行调节。优选的是, 在 10-35%相对湿度下和在 $22-40^\circ\text{C}$ 的温度范围内, 对纸样预先调节 24 小时。在该预先调节步骤之后, 在 48-52%相对湿度下和在 $22-24^\circ\text{C}$ 的温度范围内, 对纸样调节 24 小时。

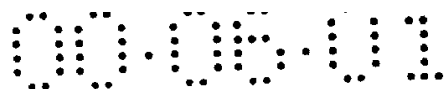
理想的情况是, 柔软度小组测试应在恒温和恒湿室内进行。如果这不可行的话, 所有试样, 包括对比试样均应在相同的环境条件下进行试验。

15 以类似于“手感觉测试法说明书”(ASTM Special Technical Publication 434, 由 the American Society For Testing and Materials 出版, 1968, 在此引入作为参考)中所述的方式, 成对对比地进行柔软度测试。利用被称为成对差别测试(Paired Difference Test)的方法, 通过主观测试而对柔软度进行评估。就测试材料本身而言, 该方法采用了标准的外形。对于触感柔软度, 20 陈列出两个试样, 以致使试验对象不能看到试样, 并需求试验对象根据触感柔软度选择其中之一。以小组评价单位(PSU)报告测试结果。根据柔软度测试得到在此用 PSU 报告的, 进行多次柔软度小组测试的柔软度数据。在每个测试中, 要求对十个测试的柔软度进行判断, 以便评定三对试样的相对柔软度。每次对这些试样对中的一对进行评判: 每对试样中的一个试样 25 称为 X, 而另一试样为 Y。简单地说, 将每个 X 试样相对于其成对的 Y 试样按如下进行分等级:

1. 如果 X 判断为稍柔软于 Y, 那么给出的等级为正 1, 而如果 Y 判断为稍柔软于 X, 那么给出的等级为负 1;

2. 如果 X 肯定地判断为柔软于 Y, 那么给出的等级为正 2, 而如果 Y 30 肯定地判断为柔软于 X, 那么给出的等级为负 2;

3. 如果 X 判断为柔软于 Y 许多, 那么给出的等级为正 3, 而如果 Y



判断为柔软于 X 许多，那么给出的等级为负 3；

4. 如果 X 判断为整个地柔软于 Y，那么给出的等级为正 4，而如果 Y 判断为整个地柔软于 X，那么给出的等级为负 4。

上述等级均为平均值并且得到的值其单位为 PSU。所得到的数据考虑了一个小组测试的结果。如果对多于一对试样进行评估的话，那么，通过成对的统计分析，根据它们的等级对所有试样对进行排序。由于要求给出零 PSU 值，由此选择出一永远的试样为零基标准，因此等级值将上下漂移。然后，当通过相对于零基标准的它们的相对等级进行测量时，其它试样将具有正值或负值。进行测试并取平均值的许多小组测试是这样的：约 0.2PSU 表示在主观触感柔软度方面有着明显的差别。

薄页纸的强度

干抗张强度

本方法用于成品纸，卷筒纸，以及未转换的原纸。利用 Thwing-Albert Intellect II 标准抗张强度测试仪(Thwing-Albert Instrument 公司(Philadelphia, PA)), 所述产品的抗张强度可以根据一英寸宽的试样条进行测量。

试样的调节和制备

在进行抗张强度测试之前，根据 TAPPI Method #T402OM-88 对待测试的纸样进行调理。在测试之前必须从纸样中仔细地除去所有的塑料和纸板包装材料。所述纸样应当在 48-52%相对湿度和 22-24 °C 的温度范围内调理至少 2 小时。试样的制备和抗张强度测试的所有方面也应当在恒温恒湿室内进行。

就成品而言，丢弃任何损坏的产品。接着，从四个有用的单元(也称为纸页)中分别取出 5 个试样条并逐一叠置形成一长的堆积物，其中在叠合的纸页之间带有孔。标明纸页 1 和 3 用来测量纵向抗张强度而纸页 2 和 4 用来测量横向抗张强度。接着，利用切纸刀(带有安全护罩的 JDC-1-10 或 JDC-1-12，得自 Thwing-Albert Instrument Co.(Philadelphia, PA))切开孔线，从而制得 4 个独立的纸料堆。再次确认纸堆 1 和 3 仍标明用于纵向抗张强度测试而纸堆 2 和 4 标明用于横向抗张强度测试。

从纸堆 1 和 3 中切取两个 1 英寸宽的纵向纸条。从纸堆 2 和 4 中切取两个 1 英寸宽的横向纸条。现在有四个用于纵向抗张强度测试的 1 英寸宽的纸条和四个用于横向抗张强度测试的 1 英寸宽的纸条。对于这些成品试

样, 所有这八个 1 英寸宽的纸条其厚度为五个有用单元(也称之为纸页)。

对于未转换的纸料和 / 或卷筒纸试样, 利用切纸刀(带有安全护罩的 JDC-1-10 或 JDC-1-12, 得自 Thwing-Albert Instrument Co. (Philadelphia, PA)) 切取 15 英寸 × 15 英寸的试样, 其厚度为所考虑试样 8 层厚。保证一个切口平行于纵向而另一切口平行于横向。保证试样在 48-52% 相对湿度和 22-24 °C 的温度范围内调理至少 2 小时。试样的制备和抗张强度测试的所有方面也应当在恒温恒湿室内进行。

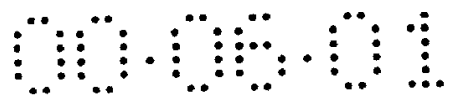
从所述预调理的 8 层厚的 15 英寸 × 15 英寸试样, 切取四个 1 英寸 × 7 英寸的试样条, 其中长的 7 英寸尺寸平行于纵向。将这些试样标明为纵向卷筒纸或未转换的纸样。切取另外四个 1 英寸 × 7 英寸的试样条, 其中长的 7 英寸尺寸平行于横向。将这些试样标明为横向卷筒纸或未转换的纸样。保证所有先前的切割均是利用切纸刀(带有安全护罩的 JDC-1-10 或 JDC-1-12, 得自 Thwing-Albert Instrument Co. (Philadelphia, PA)) 进行的。现在总共有八个试样: 四个 8 层厚的 1 英寸 × 7 英寸的试样条, 其中长的 7 英寸尺寸平行于纵向, 和四个 8 层厚的 1 英寸 × 7 英寸的试样条, 其中长的 7 英寸尺寸平行于横向。

抗张强度测试仪的操作

对于实际的抗张强度测量, 使用 Thwing-Albert Intellect II 标准抗张强度测试仪(Thwing-Albert Instrument Co.(Philadelphia, PA))。将平面夹插入该装置中并根据 Thwing-Albert Intellect II 的操作手册中给出的说明对该测试仪进行校正。将仪器的十字头速度设定在 4.0 英寸/分并将第一和第二量规长度设定在 2.00 英寸。裂断灵敏度应设定在 20.0 克, 试样宽度应设定在 1.00 英寸, 且试样厚度应设定在 0.025 英寸。

对测力传感器进行选择, 其选择标准以待测试试样的预期抗张强度数据位于测力传感器使用范围的 25% 和 75% 之间。例如, 5000 克的测力传感器可以用于预期抗张强度范围 1250 克(5000 克的 25%) 和 3750 克(5000 克的 75%) 之间。也可将抗张强度测试仪设置在 5000 克测力传感器的 10% 范围之内, 以致使可以测量 125 克至 375 克预期抗张强度的试样。

取一个抗张强度测试条并将其一端放置在抗张强度测试仪的一个夹子中。将该纸条的另一端放置在另一夹中。保证纸条的长尺寸平行于抗张强度测试仪的侧面。还保证纸条不伸至两个夹子的两侧。此外, 每个夹子的



压力必须充分地跟纸样接触。

在将纸测试样插入两个夹子中之后，监测仪器的张力。如果仪器显示出 5 克或更大的值，那么，该试样太紧。相反，如果在开始测试之后，在记录到任何值之前，已经过了 2-3 秒钟，那么，该抗张强度测试条太疏松。

5 按照抗张强度测试仪手册中所述开启抗张强度测试仪。在十字头自动返回至其起始位置之后，测试完成。从仪器刻度计或数字仪表板上以克为单位读取并记录抗张强度负载，并精确至单位克。

如果回位条件不能由仪器自动进行，那么要进行必要的调节，以便将仪器夹设定在其起始位置。如上所述将下一个纸条插入两个夹子中并得到以克为单位的抗张强度读数。由所有纸张测试条获得抗张强度读数。必须指出的是，如果在进行测试时纸条在夹子中或在其边缘滑动或断裂的话，这些读数将放弃。

计算

15 对于四个纵向 1 英寸宽的成品纸条，将四个单独记录的抗张强度读数累加。将累加的总数除以被测纸条的数量。该被测纸条的数量通常为四。还将记录的抗张强度的累加总数除以每个抗张强度测试条有用单元的数量。对于 1-层和 2-层产品，该数量通常为五。

对于横向成品纸条，重复这种计算。

20 对于沿纵向切割的未转换纸堆或卷筒纸样，将四个单独记录的抗张强度读数累加。将累加的总数除以被测纸条的数量。该被测纸条的数量通常为四。还将记录的抗张强度的累加总数除以每个抗张强度测试条有用单元的数量。该数量通常为八。

对于横向未转换或卷筒纸样条，重复这种计算。

所有结果均以克 / 英寸计。

25 就本说明书而言，抗张强度应转换成：定义为纵向和横向测量的抗张强度总和除以定量的“比总抗张强度”；并将单位校正至米。

粘度

概述

30 粘度是利用旋转式粘度计以 $100(s^{-1})$ 的剪切速率测量的。使试样经受线性应力扫描，这将施加一定范围的应力，每一个均以一恒定的幅度。

装置

粘度计 SR500 型动态应力流速计, 得自 Rheometrics Scientific, Inc.(Piscatawy, NJ)

试样板 使用 25mm 平行安装的板

设置

- 5 间隙 0.5mm
- 试样温度 20 °C
- 试样体积 至少 0.2455cm³
- 起始剪切应力 10 达因/厘米²
- 最终剪切应力 1,000 达因/厘米²
- 10 应力增量 每 20 秒加 25 达因/厘米²

方法

将试样放置在带有间隙开口的试样板上。闭上间隙并根据制造商的说明操纵流速计, 以便利用上面限定的应力增量, 作为起始剪切应力和最终剪切应力之间的剪切应力的函数测量粘度。

15 结果和计算

最终的图表将对数剪切速率(s^{-1})标绘在 X-轴上, 将对数粘度(泊, P)标绘在左 Y-轴上, 并将应力(达因/厘米²)标绘在右 Y-轴上。在剪切速率为 100(s^{-1})时读取粘度值。借助乘以 100, 将粘度值从 P 转换至厘泊(cP)。

- 20 在此, 将本说明中所提及的所有专利, 专利申请(和任何紧接着出版的专利, 以及任何相应出版的外国专利申请), 和本说明书中记述的出版物引入作为参考。然而, 很清楚的是, 在此引入的任何参考文献并不认为已告知或披露了本发明。

- 25 尽管已阐明和描述了本发明的特定实施方案, 但本领域普通技术人员将很明显的是, 在不脱离本发明的精神和范围下能作出各种其他改变和改进。因此, 所附的权利要求复盖在本发明范围内的所有所述的改变和改进。

说明书附图

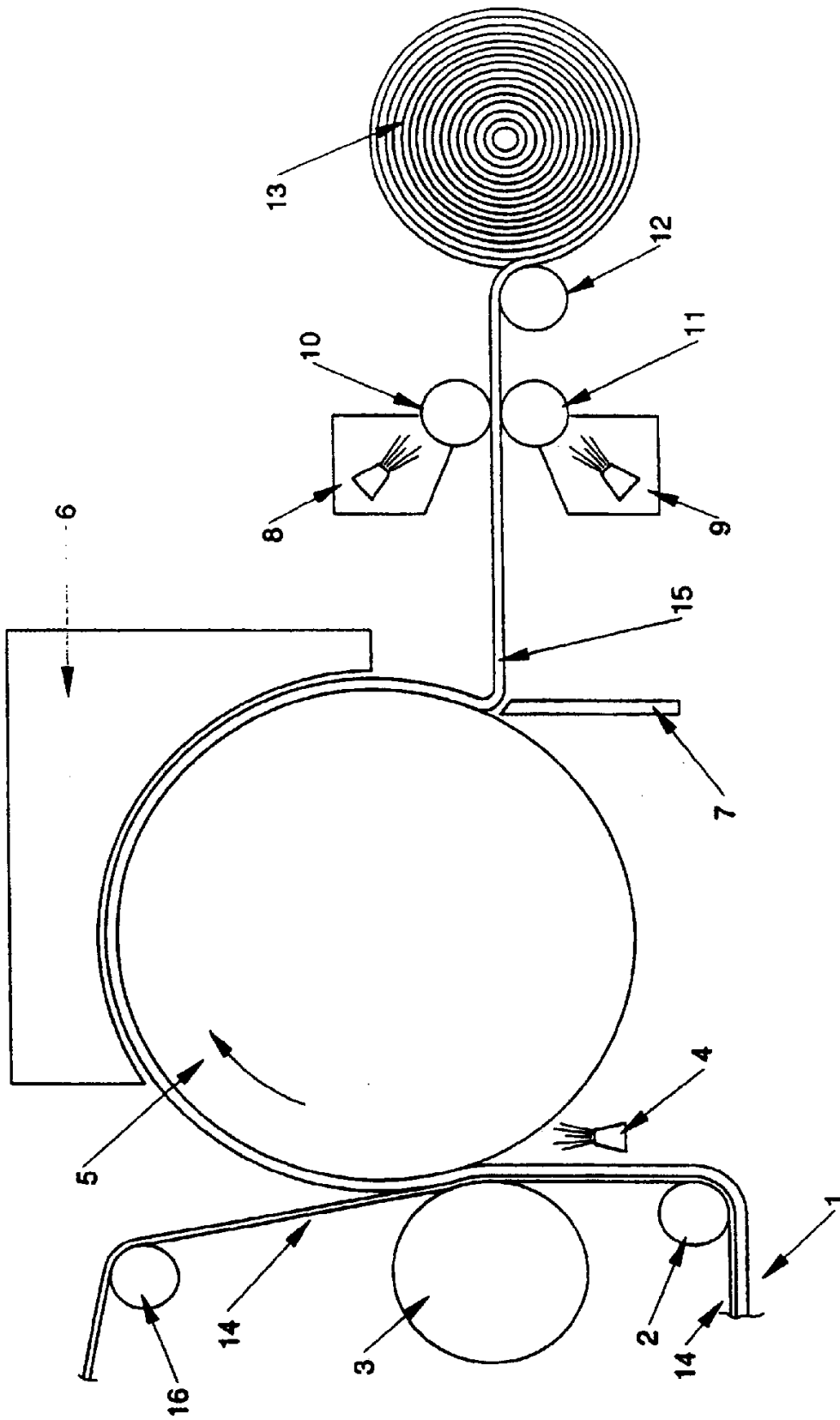


图 1