

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

D01F 8/14

D04H 1/42

D04H 1/54 D04H 3/14

A61L 15/00

## [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97180267. X

[45] 授权公告日 2002 年 9 月 4 日

[11] 授权公告号 CN 1090254C

[22] 申请日 1997.11.25

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

[21] 申请号 97180267. X

代理人 刘元金 杨九昌

[30] 优先权

[32] 1996.12.2 [33] US [31] 08/759107

[86] 国际申请 PCT/US97/21413 1997.11.25

[87] 国际公布 WO98/24951 英 1998.6.11

[85] 进入国家阶段日期 1999.6.2

[73] 专利权人 金伯利 - 克拉克环球有限公司

地址 美国威斯康星州

[72] 发明人 蔡復家 B · T · 埃策尔

[56] 参考文献

CN1050203A 1991. 3. 27 C08L33/02

CN1114108A 1995. 12. 27 C08G63/06

JP9095847A 1997. 4. 8 D04H3/00

审查员 姚文

权利要求书 3 页 说明书 23 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 多组分纤维及其制备方法

[57] 摘要

公开一种多组分纤维，其中至少一种组分在多组分纤维的至少一部分上形成外露的表面，它将使得该多组分纤维能够粘合到其他纤维上。该多组分纤维包含 2 种 L: D 比值不同的聚(乳酸)聚合物，这将为多组分纤维提供可生物降解性，同时却又使得多组分纤维仍旧容易加工。该多组分纤维可用于旨在吸收诸如体液之类流体的即弃吸收制品中用的非织造布结构中。

ISSN 1008-4274

## 权 利 要 求 书

---

1. 一种多组分纤维，它包含：

a. 第一组分，具有一定的熔融温度并包含具有 L:D 比值即左旋对映体：右旋对映体比值小于 96:4 的第一聚(乳酸)聚合物，其中第一组分在至少一部分多组分纤维上形成外露的表面；以及

b. 第二组分，其熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 10°C 且所包含的第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值大于第一聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值。

10 2. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值至少 96:4.

3. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值至少 98:2.

4. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第一聚(乳酸)聚合物在第一组分中存在的量大于 90 wt%.

15 5. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二聚(乳酸)聚合物在第二组分中存在的量大于 90 wt%.

6. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 20°C.

20 7. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 25°C.

8. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第一聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000 ~ 500,000 之间。

9. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000 ~ 500,000 之间。

25 10. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第一聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1 ~ 10 之间。

11. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第二聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1 ~ 10 之间。

30 12. 权利要求 1 的多组分纤维，其中第一聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值小于 96:4，第一聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000 ~ 500,000 之间，第一聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1 ~ 10 之间，第一聚(乳酸)聚合物在第一组分中存在的量大于 90 wt%；第二聚(乳

酸)聚合物的 L:D 比值至少 98:2, 第二聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000 ~ 500,000 之间, 第二聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1 ~ 10 之间, 第二聚(乳酸)聚合物在第二组分中存在的量大于 90 wt%, 第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 25℃。

5 13. 一种制备多组分纤维的方法, 该方法包括:

a. 让第一组分经受第一温度和第一剪切速率, 其中第一组分具有一定的熔融温度且在第一温度及第一剪切速率下表现出一定的表观粘度值, 并包含具有 L:D 比值即左旋对映体:右旋对映体比值小于 96:4 的第一聚(乳酸)聚合物;

10 b. 让第二组分经受第二温度和第二剪切速率, 其中第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 10℃, 第二组分在第二温度和第二剪切速率下表现出一定的表观粘度值, 且第一组分的表观粘度值与第二组分的表观粘度值之间的差值小于 150 Pa. s, 第二组分包含的第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值大于第一聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值; 以及

15 c. 使第一组分与第二组分粘附在一起, 形成多组分纤维。

14. 权利要求 13 的方法, 其中第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值至少 96:4.

15. 权利要求 13 的方法, 其中第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值至少 98:2.

20 16. 权利要求 13 的方法, 其中第一聚(乳酸)聚合物在第一组分中存在的量大于 90 wt%.

17. 权利要求 13 的方法, 其中第二聚(乳酸)聚合物在第二组分中存在的量大于 90 wt%.

25 18. 权利要求 13 的方法, 其中第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 20℃.

19. 权利要求 13 的方法, 其中第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 25℃.

20. 权利要求 13 的方法, 其中第一聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000 ~ 500,000 之间.

30 21. 权利要求 13 的方法, 其中第二聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000 ~ 500,000 之间.

22. 权利要求 13 的方法，其中第一聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1~10 之间。

23. 权利要求 13 的方法，其中第二聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1~10 之间。

5 24. 权利要求 13 的方法，其中第一聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值小  
于 96:4，第一聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000~500,000 之  
间，第一聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1~10 之间，第一聚(乳  
酸)聚合物在第一组分中存在的量大于 90 wt%；第二聚(乳酸)聚合物  
的 L:D 比值至少 98:2，第二聚(乳酸)聚合物的重均分子量在 10,000~  
10 500,000 之间，第二聚(乳酸)聚合物的多分散指数值在 1~10 之间，  
第二聚(乳酸)聚合物在第二组分中存在的量大于 90 wt%，第二组分  
的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少 25℃。

25. 权利要求 13 的方法，其中第一聚(乳酸)聚合物的表观粘度值  
与第二聚(乳酸)聚合物的表观粘度值之间的差值小于 100 Pa. s.

## 说 明 书

### 多组分纤维及其制备方法

#### 发明背景

5 发明领域

本发明涉及多组分纤维。该多组分纤维包含 2 种不同的聚(乳酸)聚合物，它们为多组分纤维提供可生物降解的性质，同时却仍使得该多组分纤维易于加工。该多组分纤维可用于制造旨在吸收诸如体液之类流体的用即弃吸收制品中用的非织造布结构。

#### 10 相关技术描述

用即弃吸收制品目前已在许多领域获得广泛的应用。例如，在婴幼儿护理领域，尿布及训练裤已全面取代了可重复使用的织物吸收制品。其他典型的用即弃吸收制品包括，妇女护理制品如卫生巾或止血塞，成人失禁用品，以及医疗护理制品如手术围裙或伤口敷料。典型的用即弃吸收制品一般包含复合结构，其中有面层、背面层以及面层与背面层之间的吸收剂构造。这类制品通常包括某种类型系紧系统，用于将制品配戴在穿戴者身上。

20 用即弃吸收制品在典型的使用期间要经受一次或多次排液，如水、尿、月经或血。因此，典型的用即弃吸收制品的外包覆背面层材料由诸如聚丙烯薄膜的不溶于液体且不透液的材料构成，该材料应具有足够的强度和承受使用的能力，以便使得用即弃吸收制品在穿戴者使用期间保持其整体性，不让排到制品上的液体泄漏出来。

尽管目前用即弃婴儿尿布及其他永久性吸收制品已获公众的普遍接受，但是这些制品在某些具体方面仍需要改进。例如，许多用即弃吸收制品用过后难以处置。例如，对许多种用即弃吸收制品，当试图将其顺着马桶冲入污水系统时，大多会造成马桶或连接马桶与污水系统的管道堵塞。特别是，用即弃吸收制品中使用的典型外包覆材料，当顺马桶冲下时通常不解体或分散，致使用即弃吸收制品不能用这种方式处置。如果为了减少用即弃吸收制品的整个体积将外包覆材料做得非常薄，以便减少马桶或污水管堵塞的可能，则典型的情况是外包覆材料表现出的强度不足，在外包覆材料受到穿戴者正常使用的应力时无法防止撕裂或扯破。

加之，固体废物的丢弃在全球正在受到日益增长的关切。随着填埋场一个个地被填满，人们已愈来愈强烈地要求减少用即弃物质的来源、在用即弃制品中包括进更多的可再生和/或可降解成分，以及设计出能够不必投入诸如填埋场之类的固体废物处置设施中去而得到处置的产品。

有鉴于此，存在着对用即弃吸收制品用的新材料的需要，它应在使用期间大致保持其整体性和强度，然而在这样使用后，该材料能够更被有效地处置掉。例如，该用即弃吸收制品可通过堆肥得到变得而有效的处置。替代地，该用即弃吸收制品允许被投入到一种液体排污系统中，在其中用即弃吸收制品能够发生降解，从而得到处置。

虽然可降解单组分纤维是已知的，但是其在使用中遇到了种种问题。特别是，如果在热粘合用途中使用单组分纤维以便使该单组分纤维变得如同粘合剂一样能够与其他纤维粘合，则该单组分纤维通常就将需要经受接近纤维组分熔点的温度的处理，结果使纤维在粘合期间基本上丧失其整体性。

尽管多组分纤维是已知的，但是它们在制备和使用上也遇到了种种问题。大致地说，多组分纤维的各个组分必须在化学上彼此相容以便使各组分彼此有效地粘合，还必须具有类似的流变特性以便使多组分纤维具有起码的强度及其他机械和加工性能。与此同时，不同组分通常需要具有不同的物理特性，例如熔点温度，以便多组分纤维能够随后用于加工成非织造布结构。因此，要满足这些基本加工要求又要满足使整个多组分纤维具有可降解特性的愿望，对于要将各组分结合在一起的本领域技术人员已证明是个挑战。

因此，本发明的目的是提供一种可在环境中迅速降解的多组分纤维。

本发明的目的还在于提供一种制备方便和高效且适用于制备非织造布结构的可降解多组分纤维。

### 发明概述

本发明涉及一种可降解，此外还便于制备和易于加工成诸如非织造布结构之类所要求的最终结构的多组分纤维。

本发明的一个方面涉及一种多组分纤维，它包含第一组分和第二组分。

此种多组分纤维的一个实施方案包含：

a. 第一组分，具有一定的熔融温度并包含具有一定 L:D 比值的第一聚(乳酸)聚合物，其中第一组分在至少一部分多组分纤维上形成外露的表面；以及

5 b. 第二组分，其熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少约 10℃且所包含的第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值大于第一聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值。

在另一个方面，本发明涉及制备本文所公开的多组分纤维的方法。

10 该方法的一个实施方案包括：

a. 让第一组分经受第一温度和第一剪切速率，其中第一组分具有一定的熔融温度，在第一温度及第一剪切速率下表现出一定的表观粘度值，并包含具有一定 L:D 比值的第一聚(乳酸)聚合物；

15 b. 让第二组分经受第二温度和第二剪切速率，其中第二组分的熔融温度比第一组分的熔融温度高出至少约 10℃，第二组分在第二温度和第二剪切速率下表现出一定的表观粘度值，且第一组分的表观粘度值与第二组分的表观粘度值之间的差值小于约 250 Pa. s，第二组分包含的第二聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值大于第一聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值；以及

20 c. 使第一组分与第二组分粘附在一起，形成多组分纤维。

在另一个方面，本发明涉及一种非织造布结构，它包含本文所公开的多组分纤维。

此种非织造布结构的一个实施方案是用于用即弃吸收制品的前片(面层)。

25 优选实施方案详述

本发明涉及一种包含第一组分和第二组分的多组分纤维。仅为了举例说明时的方便，本发明通常将就仅包含 2 种组分的双组分纤维的情况加以描述。然而，应当理解，本发明的范围意在包括具有 2 或更多种组分的纤维。一般地，不同的组分由分开的挤出机挤出但合在一起纺丝，形成一种纤维。通常，各组分沿多组分纤维横断面排列在位置基本固定的界限鲜明的区内，并沿多组分纤维的全长连续地延伸。此种多组分纤维的配置，例如是皮芯排列的，其中一种组分基本上由

第二组分包围着；并列排列；“桔瓣”排列；或“海/岛”排列。有关多组分纤维的一般情况描述在授予 Kaneko 等人的美国专利 5,108,820、授予 Strack 等人的美国专利 5,336,552 以及授予 Pike 等人的美国专利 5,382,400 中，这些均全文收作本文的参考。多组分纤维还可以是例如授予 Hogle 等人的美国专利 5,277,976 及授予 Largman 等人的美国专利 5,057,368 和 5,069,970 中所描述的形状，这些文献一般地描述了非常规形状的纤维，在此均全文收作本文的参考。  
5

本文所使用的术语“纤维”和“纤维的”，是指一种粒状材料，其中此种粒状材料的长度与直径的比值大于约 10。反之，“非纤维”或“非纤维的”，是指一种粒状材料，其中此种粒状材料的长度与直径的比值为约 10 或更小。  
10

该多组分纤维的第一组分一般在至少一部分多组分纤维上提供外露表面，该表面可供该多组分纤维与其他—可能与本发明多组分纤维相同也可能不同的—纤维之间粘合之用。因此，多组分纤维便可以用于成形诸如非织造纤网之类的热粘合纤维非织造结构。一般的要求是，第一组分在多组分纤维上形成的外露表面占多组分纤维总表面积的比例，有益的情况为至少约 25%，更有益约 40%，合适的为约 60%，更合适约 80%，最高约 100%。再有，第一组分在多组分纤维中所占的数量为大于 0 并小于 100%，有益的情况为约 5~约 95 wt%，更有益约 25~约 75 wt%，合适的情况为约 40~约 60 wt%，其中各重量百分数以多组分纤维中存在的第一组分与第二组分的总重量为基准计。  
15  
20

该多组分纤维中的第二组分，一般为多组分纤维并从而为包含该多组分纤维的任何非织造布结构提供强度或刚度。此种提供给多组分纤维的强度或刚度是通过使第二组分的热熔融温度高于第一组分的热熔融温度来达到的。结果，当多组分纤维经受适当的温度，典型情况下高于第一组分的熔融温度但低于第二组分的熔融温度，第一组分将发生熔融，然而第二组分通常却维持其刚性的形式。第二组分在多组分纤维中所占比例在 0~100% 之间，有益比例的为约 5~约 95 wt%，更有益的约 25~75 wt%，合适的约 40~约 60 wt%，其中各重量百分数以多组分纤维中存在的第一组分与第二组分的总重量为基准计。  
25  
30

在本发明中，还希望第一组分和第二组分都是可生物降解的。本

文所使用的术语“可生物降解”是指在天然存在的诸如细菌、真菌及藻类的微生物作用下的物质降解。因此，当多组分纤维，不论纤维形式的或者非织造布结构形式的，在被处理到环境中时也将是可降解的。

5 已发现，通过采用 2 种不同性质的聚(乳酸)聚合物，就可以制备出一种基本可降解，然而又容易加工并表现出有效纤维机械性能的多组分纤维。

10 聚(乳酸)聚合物一般由乳酸的聚合来制备。然而，本领域技术人员懂得，还可以通过丙交酯的聚合制备其化学上的等价物。因此，本文所使用的术语“聚(乳酸)聚合物”是指通过乳酸或者丙交酯的聚合制备的聚合物。

15 乳酸和丙交酯已知是非对称的分子，具有 2 种旋光异构体，分别叫做左旋(以下称“L”)对映体和右旋(以下称“D”)对映体。结果，通过特定对映体的聚合或通过采用 2 种对映体的混合物，有可能制备出化学上相近但性质各异的不同聚合物。具体地说，本发明发现，通过改变聚(乳酸)聚合物的立体化学结构，就可以控制聚合物的诸如聚合物熔融温度、熔体流变特性及结晶度。借助对此类性质的控制能力，加之采用 2 种同为聚(乳酸)的聚合物所带来的高度化学相容性，20 就可以制备出一种多组分纤维，它具有希望的熔体强度、机械性能、柔软性及可加工性，以致能够制成拉伸、热定形并卷曲的纤维。

25 在本发明中希望的是，多组分纤维第二组分中的聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值高于第一组分中聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值。这是因为，L:D 比值决定了聚合物的固有结晶度的极限，而后者通常又决定了聚合物的熔融温度。聚(乳酸)聚合物的结晶度建立在聚合物主链的规整性及其与自身或其他链中相似形状链段排齐能力的基础上。倘若，哪怕较少量(乳酸或丙交酯的)D-对映体，譬如约 3~约 4 wt%，与(乳酸或丙交酯的)L-对映体进行共聚，则聚合物主链的形状就将变得不规则到足以使其无法与其他纯 L-对映体聚合物的主链链段排齐和自身取向。因此，第一组分中的聚(乳酸)聚合物，由于包含较多 D-对映体，30 将比第二组分中的聚(乳酸)聚合物的结晶度小。

这样，在本发明的多组分纤维中，关键是第一组分中聚(乳酸)聚合物包含的 D-对映体比第二组分中聚(乳酸)聚合物包含的多。因此，

第一组分中聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值小于第二组分中聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值。所以，希望的是，第一组分中的聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值小于约 100:0 是有益的，小于约 99.5:0.5 是更有益的，小于约 98:2 是适宜的，小于约 96:4 是更适宜的，最低可达约 90:10，其中 5 L:D 比值以制备第一组分中聚(乳酸)聚合物使用的 L 及 D 单体的摩尔数为基准计。

希望的是，L:D 比值较低的第一聚(乳酸)聚合物在第一组分中所占的比例可有效地使第一组分表现出希望的熔体强度、纤维机械强度和纤维纺丝性能。为此，第一组分中存在的第一聚(乳酸)聚合物的量 10 大于约 50 wt% 是有益的，大于约 75 wt% 是更有益的，大于约 90 wt% 是适宜的，大于约 95 wt% 是更合适的，为约 100 wt% 是最适宜的，其中所有的重量百分数均以第一组分的总重量为基准。

类似地，关键是第二组分中聚(乳酸)聚合物包含的 D-对映体少于第一组分中聚(乳酸)聚合物包含的。为此，第二组分中聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值将大于第一组分中聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值。因此，希望的是，第二组分中聚(乳酸)聚合物的 L:D 比值至少约 96:4 是有益的，至少约 98:2 是更有益的，至少约 99.5:0.5 是适宜的，为约 15 100:0 是更适宜的，其中 L:D 比值以制备第二组分中聚(乳酸)聚合物所使用的 L 及 D 单体的摩尔数为基准计。

希望的是，L:D 比值较高的第二聚(乳酸)聚合物在第二组分中所占的比例能有效地使第二组分表现出希望的熔体强度、纤维机械强度和纤维纺丝性能。为此，第二组分中存在的第二聚(乳酸)聚合物的量大于约 50 wt% 是有益的，大于约 75 wt% 是更有益的，大于约 90 wt% 是适宜的，大于约 95 wt% 是更合适的，为约 100 wt% 是最合适，其中所有的重量百分数均以第二组分的总重量为基准计。 20 25

虽然本发明多组分纤维的第一与第二组分中每一种将基本上包含各自的聚(乳酸)聚合物，但是这 2 种组分不局限于如此，而是还可包含其他对第一和第二组分乃至对多组分纤维所要求的性能没有负面影响的成分。可作为附加成分使用的范例材料，不带限制性地包括：30 颜料、抗氧剂、稳定剂、表面活性剂、蜡、流动促进剂、固体溶剂、粒料以及提高第一及第二组分的可加工性的添加材料。如果此类附加材料包括在这些组分中，则一般希望的是，此类附加成分的用量小于

约 5 wt% 是有益的，小于约 3 wt% 是更有益的，小于约 1 wt% 是适宜的，其中所有的重量百分数均以第一或第二组分的总重量为基准计。

一般希望的是，第二组分的熔融或软化温度比第一组分的熔融或软化温度高出至少约 10°C 是有益的，高出至少约 20°C 是更有益的，  
5 高出至少约 25°C 是适宜的。一般而言，本质为基本结晶的聚合物或聚合物共混物，或者具有特定的熔融温度或者其熔融或溶化温度范围很窄。相比之下，结晶性较小的，或换句话说更偏向于无定形的聚合物或聚合物共混物，则具有较宽的熔融或软化温度范围。应当指出的是，包含哪怕较少量的 D- 对映体的聚(乳酸)聚合物可能不表现出固有的熔融温度。但是，通过将该聚(乳酸)聚合物暴露于某种加工条件可以诱导出某种熔融温度。例如，当包含聚(乳酸)聚合物的纤维经挤出并向下拉时，纤维就响应施加于本身的外力而变成取向的了。此种取向可引起纤维中结晶的形成，这种结晶例如可采用差示扫描量热法检测出来。就本发明使用的聚合物或聚合物共混物而言，熔融温度可采用差示扫描量热法，例如在本文测试方法一段中所描述的方法来测定。  
10  
15

尽管第一和第二组分的绝对熔融或软化温度不像这 2 种温度之间的相对关系那样重要，但是通常希望第一及第二组分的熔融或软化温度位于大多数典型用途中所遇到的范围内。为此，通常希望第一及第二组分的熔融或软化温度每一个，介于约 25°C ~ 约 350°C 是有益的，介于约 55°C ~ 约 300°C 是更有益的，介于约 100°C ~ 约 200°C 是适宜的。  
20  
25

还希望的是，第一及第二组分每一个中的聚(乳酸)聚合物的重均分子量可有效地使每一个表现出希望的熔体强度、纤维机械强度及纤维纺丝性能。一般而言，若聚(乳酸)聚合物的重均分子量过高，即意味着聚合物链处于严重的缠结，将导致组分难以加工。反之，若聚(乳酸)聚合物的重均分子量过低，即意味着聚合物链缠结程度不足，以致组分将表现出较弱的熔体强度，使高速加工变得非常困难。因此，第一及第二组分每一个中这 2 种聚(乳酸)聚合物的重均分子量，介于约 10,000 ~ 约 500,000 是有益的，介于约 50,000 ~ 约 400,000 是更有益的，介于约 100,000 ~ 约 300,000 是适宜的。就本发明使用的聚合物或聚合物共混物而言，重均分子量可采用如本文测试方法一段中  
30

所描述的方法测定。

还希望的是，第一及第二组分每一个中的聚(乳酸)聚合物的多分散指数值，都可有效地使第一及第二组分每一个表现出希望的熔体强度、纤维机械强度及纤维纺丝性能。本文所使用的术语“多分散指数”是指聚合物的重均分子量除以聚合物的数均分子量得到的数值。一般而言，若组分的多分散指数值过高，包含纺丝期间熔体强度性能较低的低分子量聚合物的组分区段将造成加工性能的不均一，从而使组分难以加工。因此，第一及第二组分每一个中的聚(乳酸)聚合物的多分散指数值，介于约 1~约 10 是有益的，介于约 1~约 4 是更有益的，介于约 1~约 3 是适宜的。就本发明使用的聚合物或聚合物共混物而言，数均分子量可采用本文测试方法一段中所描述的方法测定。

还希望的是，第一及第二组分每一个中的聚(乳酸)聚合物的“残余单体百分数”，可有效地使第一及第二组分每一个表现出希望的熔体强度、纤维机械强度及纤维纺丝性能。本文所使用的术语“残余单体百分数”，是指尚未起反应、仍旧窝藏在缠结的聚(乳酸)聚合物结构中的乳酸或丙交酯单体的量。一般而言，若组分中聚(乳酸)聚合物的残余单体百分数过高，则由于加工期间大量单体蒸汽的放出导致挤出压力波动，使加工性能不均一，从而难以进行加工。然而，组分中的聚(乳酸)聚合物中存在少量残余单体又可能是有益的，因为此种残余单体可在纺丝过程中起到增塑剂的作用。因此，第一及第二组分每一个中的聚(乳酸)聚合物包含的残余单体百分数，小于约 15% 是有益的，小于约 10% 是更有益的，小于约 7% 是适宜的。

还希望的是，第一及第二组分每一个中的聚(乳酸)聚合物具有基本类似的熔体流变特性且该特性可有效地使第一及第二组分合并在一起时表现出希望的熔体强度、纤维机械强度和纤维纺丝性能。聚(乳酸)聚合物的熔体流变特性可采用聚(乳酸)聚合物的表观粘度予以定量表示，在本文中，是指组分在它准备接受热加工，如当组分通过喷丝板加工时，所处的剪切速率及温度下的表观粘度。表观粘度差异显著的聚合物据发现不容易加工。尽管希望第一及第二组分表现出彼此基本相近的表观粘度，但是，此种表观粘度的一致性并非关键。而且，第一或第二组分中哪一个表观粘度值高，哪一个低，也并不重要。而希望的倒是，第一组分中的聚(乳酸)聚合物在第一组分准备接受热加

工的剪切速率和温度下测得的表观粘度值，与第二组分中的聚(乳酸)聚合物在第二组分准备接受热加工的剪切速率和温度下测得的表观粘度值之间的差值，小于约 250 Pa·s 是有益的，小于约 150 Pa·s 是更有益的，小于约 100 Pa·s 是适宜的，小于约 50 Pa·s 是更适宜的。

第一及第二组分热加工的典型条件包括：采用的剪切速率介于约 100 s<sup>-1</sup> ~ 约 10000 s<sup>-1</sup> 是有益的，介于约 500 s<sup>-1</sup> ~ 约 5000 s<sup>-1</sup> 是更有益的，介于约 1000 s<sup>-1</sup> ~ 2000 s<sup>-1</sup> 是适宜的，为约 1000 s<sup>-1</sup> 是最适宜的。第一及第二组分热加工的典型条件还包括：采用的温度介于约 100 °C ~ 约 500°C 是有益的，介于约 150°C ~ 约 300°C 是更有益的，介于约 175°C ~ 约 250°C 是适宜的。

制造多组分纤维的方法是众所周知的，因此，无需在此详述。要成形一种多组分纤维，一般将至少 2 种聚合物分别挤塑并喂入到聚合物分配系统中，由此聚合物再被喂入到一个划分为桔瓣状区间的纺丝板中。聚合物沿着分开的通道流经纤维纺丝板，然后在纺丝孔处才合在一起，每个纺丝孔或者包含许多由至少 2 个同心圆构成的孔从而提供皮芯型纤维，或者包含圆形纺丝孔，每孔沿直径分隔成至少 2 个部分从而提供并列型纤维。汇合后的聚合物随后经冷却，固化和拉伸，一般采用机械辊系统，拉伸到过渡的单丝直径并收集起来。随后，该丝束可在低于其软化点的温度经受“冷拉伸”，到要求的最终纤维直径，并接受卷曲或假捻，然后切断为要求的纤维长度。多组分纤维可切断为较短的长度，例如一般短纤维，其通常的长度范围在约 25 ~ 约 50 mm，而短切断长度的纤维则更短，通常长度小于约 18 mm。例如可参见授予 Taniguchi 等人的美国专利 4,789,592 及授予 Strack 等人的美国专利 5,336,552，这两篇均全文收作本文的参考。

聚(乳酸)聚合物是典型的、在下游热加工期间常常发生热收缩的、以聚酯为基础的材料。发生热收缩的主要原因在于无定形相和不完全结晶相内聚合物链段的热诱导链松弛。为克服这一问题，通常希望在粘合阶段之前使材料最大限度地结晶，以便让热能直接用在熔融上，而不是在链松弛或不完全结晶结构的二次有序化上。解决该问题的一个办法是对材料进行热定形处理。这样，经过热定形的纤维在到达粘合辊时，纤维将由于本身已完全或高度取向而基本上不再收缩。

譬如，在本发明的一个实施方案中，希望本发明多组分纤维接受

热定形。希望在此种热定形期间纤维受到至少 5% 的恒定应变，其间的温度，大于约 50℃ 是有益的，大于约 70℃ 是更有益的，大于约 90℃ 是适宜的。一般建议在不损害纤维的可加工性的前提下，采用尽可能高的热定形温度。然而，热定形温度过高，例如温度接近多组分纤维第一组分的熔融温度时，纤维强度可能下降，并可能出现纤维因发粘而难以操作的情况。

在本发明的一个实施方案中，希望的是，多组分纤维在约 70℃ 的温度表现出的收缩量小于约 10% 是有益的，小于约 5% 是更有益的，小于约 2% 是适宜的，小于约 1% 是更适宜的，其中收缩量是根据初始与最终长度之差除以初始长度再乘上 100 得出的。测定纤维收缩量的方法载于本文测试方法一段中。

本发明多组分纤维旨在适合用即弃制品的应用，包括用即弃吸收制品，如尿布、成人失禁用品以及床垫；月经用品，如卫生巾及止血塞；以及其他吸收制品，如揩布、围涎、伤口敷料以及手术帽或围裙。因此，在另一个方面，本发明涉及包含本发明多组分纤维的用即弃吸收制品。

在本发明的一个实施方案中，多组分纤维被制成准备包括到用即弃吸收制品中去的纤维基质。该纤维基质，例如可采取纤维非织造纤网的形式。纤维非织造纤网可完全由本发明多组分纤维制成或者它们可与其他纤维掺混起来使用。所用纤维的长度取决于预定的具体最终用途。在纤维准备放在水中降解的场合，例如在马桶中，有利的是长度维持在等于或小于约 15 mm.

在本发明的一个实施方案中，提供一种用即弃吸收制品，该用即弃吸收制品包含可透液的面层、固定在透液面层上的背面层及位于透液面层与背面层之间的吸收剂结构，其中可透液面层包含本发明多组分纤维。

用即弃吸收制品的例子概述于 US-A-4, 710, 187、US-A-4, 762, 521、US-A-4, 770, 656 以及 US-A-4, 798, 603 中，这些参考文献均收作本文的参考。

按照本发明所有方面的吸收制品及结构，使用期间一般地要受到多次体液的沾污。因此，该吸收制品和结构希望能吸收它们在使用期间将遭遇到的多次排出的体液量。这种排液一般在各次之间相隔一定

的时间。

### 测试程序

#### 熔融温度

材料熔融温度的测定采用差示扫描量热法。测定熔融温度使用的  
5 是一台差示扫描量热计，由 T.A. Instruments 公司，New Castle，  
Delaware 制造，名称为 Thermal Analyst 2910 差示扫描量热计  
(DSC)，外面配有液氮冷却辅助设施，并与 Thermal Analyst 2200  
分析软件程序配合使用。

测定的材料样品或者是纤维形式的，或者是树脂切片。最好不直  
10 接接触材料样品，而是采用镊子及其他器具，以便不引入任何可能产  
生错误结果的因素。将该材料样品，在纤维的情况下，切断，而在树  
脂切片的情况下置于铝盘中，然后在分析天平上称重至 0.01 mg 的精  
确度。需要的话，将材料样品用覆盖物包裹起来放到盘子上。

差示扫描量热计采用铟金属标准物标定并进行基线校准，具体按  
15 该差示扫描量热计手册做。将材料样品放入到差示扫描量热计的测试  
室中进行测定，并用空盘作为参照。全部测试均在以  $55 \text{ cm}^3/\text{min}$  氮  
气(工业级)吹洗下的测试室中进行。加热和冷却曲线为一个 2 次循环  
的试验：开始是让测试室平衡至  $-75^\circ\text{C}$ ；然后是加热周期，以  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  升温至  $220^\circ\text{C}$ ；接着是冷却周期，以  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  冷却至  $-75^\circ\text{C}$ ；再就是  
20 另一次以  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  加热至  $220^\circ\text{C}$  的循环。

结果采用分析软件程序评估，评估中找出拐点处的玻璃化转变温  
度( $T_g$ )、吸热及放热峰并予以定量。玻璃化转变温度是根据曲线的斜  
率出现明显改变的区域来识别的，随后，采用自动拐点计算(程序)  
确定熔融温度。

### 25 表观粘度

用以评估材料样品表观粘度流变特性的仪器是毛细管流变仪，由  
Göttfert 公司，Rock Hill，South Carolina 制造，名为 Göttfert  
Rheograph 2003 毛细管流变仪，使用时配合 WinRHEO(2.31 版)分析  
软件。毛细管流变仪的配置包括 2000 巴的压力传感器和 30/1:0/180  
30 圆孔毛细管口型。

若测试材料样品表明或已知对水敏感，便将材料样品置于温度高  
于其玻璃化转变温度的真空烘箱内，对聚(乳酸)材料来说，即在高于

55 或 60°C，并在以至少 30 标准立方英尺每小时 (SCFH) 通入氮气吹洗和至少 15 英寸汞柱真空下干燥至少 16 h.

5 仪器预热结束且压力传感器标定停当之后，将材料样品分次加入到柱中，其中每次加入均用柱塞杆将树脂捣实以保证测试期间熔体的均一熔融。材料样品加入之后，在每次开始测试之前先等待 2 min 的熔融时间以使材料样品在测试温度下完全熔融。毛细管流变仪在 7 个表观剪切速率 ( $s^{-1}$ ) : 50、100、200、500、1000、2000 及 5000 等级下，自动读取数据点并确定表观粘度(以 Pa. s 为单位)。在研究测得的曲线时，重要的是曲线应当相对平滑。如果存在与点和点之间构成的整个曲线有显著偏离的情况，那可能是由于柱内有空气所致，应当重复此次测试以确认该结果。  
10

15 获得的表观剪切速率对表观粘度的流变曲线，指示出材料样品在挤出过程中的温度下将会如何表现。在至少  $1000\text{ s}^{-1}$  的剪切速率下的表观粘度值具有特殊的意义，因为这是在工业纤维纺丝挤出机中所采用的典型条件。

#### 分子量

采用气体渗透色谱 (GPC) 法测定重均分子量 ( $M_w$ ) 在 800 ~ 400,000 范围的聚(乳酸)样品的分子量分布。

20 GPC 配备了 2 个 PLgel Mixed K 线性 5 微米， $7.5 \times 300\text{ mm}$  串联分析柱。分析柱和检测器温度是 30°C。移动相是 HPLC(高压液体色谱)级四氢呋喃 (THF)。泵供量是  $0.8\text{ mL/min}$ ，注入的体积是 25 微升。每次测试的总时间是 30 min. 重要的是要注意，每 4 个月必须另装一台新的分析柱，每个月安一台新的保护柱 (guard column)，每个月一台新的在线过滤器。

25 由 Aldrich 化学公司获得的聚苯乙烯聚合物的标准样品，与二氯甲烷 (DCM) : THF (10:90)，二者均为 HPLC 级，组成的溶剂相混合以获得  $1\text{ mg/mL}$  的浓溶液。多种聚苯乙烯标准样品可以合在一个标准溶液中，只要在进行色谱测定时它们的峰值不互相重叠。应制备分子量约 687 ~ 400,000 范围的一系列标准样品。重均分子量不同的 Aldrich  
30 聚苯乙烯标准混合物的例子包括：标准 1 (401, 340; 32, 660; 2, 727)、标准 2 (45, 730; 4, 075)、标准 3 (95, 800; 12, 860) 及标准 4 (184, 200; 24, 150; 687)。

接着，制备原料检验标准样。将 10 g 分子量 200,000 的聚(乳酸)标准样品，目录号 19245，综合科学公司提供，溶解到盛在带衬里盖子的玻璃瓶中的 100 ml HPLC 级 DCM 中，并采用(环状)轨道摇动器摇动至少 30 min. 将混合物倒到清洁、干燥的玻璃板上，并先等待其溶剂蒸发，然后置于 35°C 的预热真空烘箱中并在 25 mm 梅柱的真空下干燥约 14 h. 继而，从烘箱中取出聚(乳酸)并将薄膜切成小条。立即用研磨磨(带有 10 目筛网)将样品磨碎，此间注意不要加过多样品以致将磨冻结住。将数克研磨的样品存放在干燥皿中的干燥玻璃瓶中，而其余的样品可存放在冰箱内的类似的瓶中。

重要的是，在开始每个新的测试顺序之前都要制备一种新的检验标准样，因为，分子量在很大程度上受样品浓度的影响，在其称重和制备中应当特别小心。为制备检验标准样，向清洁、干燥的闪烁管中称重加入  $0.0800 \text{ g} \pm 0.0025 \text{ g}$  重均分子量 200,000 的聚(乳酸)参照标准样。然后，用容量吸移管或专用的多次吸移管(repipet)向闪烁管中加入 2 ml DCM 并将盖子旋紧。等待样品完全溶解。必要的话，在轨道摇动器，如 Thermolyne Roto Mix(型号 51300)或类似的混合器上摇动样品。为了判断它是否溶解了，将闪烁管保持为与光线成 45° 角。慢慢划圆晃动闪烁管并观察液体顺玻璃壁流下的情况。若闪烁管底部看上去不光滑，则说明样品没有完全溶解。样品的溶解需要几个小时。一旦溶解之后，用容量吸移管或专用的多次吸移管加入 18 ml THF，旋紧闪烁管的盖子并进行混合。

样品制备：首先，向清洁、干燥的闪烁管中称入  $0.0800 \text{ g} \pm 0.0025 \text{ g}$  样品(在其称重和制备中同样应特别小心)。用容量吸移管或专用多次吸移管向闪烁管中加入 2 ml DCM，并旋紧盖子。让样品完全溶解，此间采用的技术与上面检验标准样制备中所述相同。用容量吸液管或专用的多次吸液管加入 18 ml THF，旋紧闪烁管的盖子并进行混合。

评价过程，首先是做一次标准制剂的试验注入以检验系统的平衡。一旦确认到达了平衡，便注入标准制剂。完成了上述之后，注入检验标准制剂。然后是试验样品(试样)制剂。在每注入 7 个试验样品以及在测试结束之后，均注入检验标准制剂。确认，从任何一个闪烁管中抽取的量不应超过 2 次的注入量，而且这 2 次注入之间相隔不超过 4.5 h.

有 4 项质量控制参数用来评估结果。第一，对每个标准样算出的四阶回归相关系数不得小于 0.950 且不得大于 1.050。第二，所有检验标准制剂的重均分子量之间的相对标准偏差不得超过 5.0%。第三，各次注入的检验标准制剂的重均分子量平均值与第一次注入的检验 5 标准制剂重均分子量之间的差值，不超过后者的 10%。最后，在 SQC(统计品质因数)数据图上记录下 200 微克/毫升( $\mu\text{g/mL}$ )标准注入的丙交酯响应。利用该图的控制线，响应值必须在规定的 SQC 参数范围内。根据由聚苯乙烯标准制剂生成的标定曲线以及聚(乳酸)和聚苯乙烯 10 在 30 °C THF 中的常数进行分子统计计算。这些常数是：聚苯乙烯 ( $K=14.1 \times 10^5$ ,  $\alpha=0.700$ ), 聚(乳酸) ( $K=54.9 \times 10^5$ ,  $\alpha=0.639$ )。

#### 残余乳酸单体百分数

采用气体色谱(GC)法分析固体聚(乳酸)样品中的丙交酯单体含量。样品必须具有足以使聚(乳酸)从二氯甲烷/异丙醇溶液中沉淀出来的分子量。

15 设备的配置包括 HP5890A 气体色谱仪，配备有火焰离子化探测器(FID)、HP 7673A 自动取样器和 HP3393A 积分仪。使用的分析柱是 Restek Trx-5, 30 m, 0.32 mm 内径, 1.0 微米膜厚度。压缩载气应为：氮，4.5 级；氢，0 级；空气，0 级。氮气设定在 8 psig，设定线速度 $\geq 20$  cm/s(100 °C 时)，以分子筛和 OM-1 纳米化学树脂捕集器净化过的。注入器 B 设定在 300 °C，玻璃衬垫是杯形分流器式、以二甲基二氯硅烷惰性化的，隔离吹洗气为 4 mL/min，分流后的流量是 70 mL/min。探测器 B(FID)设定在 305 °C，其中氢气流量为 30 mL/min，不带净化捕集器，空气流量 400 mL/min，带有分子筛 S 捕集器，补充的氮气流量(从移动式气源出来后经过了净化)25 mL/min。烘箱的 20 测试方法如下：初始温度是 100 °C，即时间=0 min 时。第一段加热速率是 3 °C/min，至最终时间=3 min 时的 135 °C。下一段升温速率是 50 °C/min，至 300 °C，最终时间=5 min 截止。总测定时间是 22.97 min，平衡时间 0.5 min。积分仪设定在图纸速度 1.0 cm/min，衰减(ATN)为 2<sup>-3</sup>。AR 不合格限设定在 50. 门限值(THRSH)设定在 -4，峰值 WD 是 25 0.04。自动取样器的配置：INET 取样器控制设定在 YES; Inj/Bottle=1；样品洗涤#(次数)=5；泵送#=5；粘度=1；体积=1；溶剂 A 洗涤次数=2；溶剂 B 洗涤次数=2；样品优先等级=0；柱上毛细管=0。

每周应制备一批新的标准溶液，并贮存在冷冻至 4°C 的顶部空间很小的管形瓶中。开始时小心地在称重纸上称重  $0.200 \text{ g} \pm 0.0100 \text{ g}$  丙交酯参照标准样。定量地转移到 100 mL 容量烧瓶中，加入约 10 mL 乙腈并进行混合。用异丙醇（必须含有大于 150 ppm 的水并为 GC 或其他高纯度等级的）将烧瓶充满至一半的容积，然后等溶液暖至室温并等待烧瓶内表面变干。然后，用异丙醇冲稀至全容积并进行混合。利用下表制备工作标准物。

浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	等分试样 (mL)	容量瓶 (mL)
20	1	100
40	2	100
100	5	100
200	5	50
400	5	25
1000	5	10

从上面制备的丙交酯原料标准液中准确吸移规定的等分量到规定的容量烧瓶中，用异丙醇稀释并进行混合。将扣紧盖式 GC 管形瓶充至仅一半的容积并盖上带有硅橡胶隔膜的盖子。

试样的制备首先是，将  $1.000 \text{ g} \pm 0.0050 \text{ g}$  聚(乳酸)样品称重到配衡的闪烁管中。将 7 mL 二氯甲烷吸移到闪烁管中并重新旋紧盖子，然后让聚(乳酸)完全溶解。将 14.00 mL 异丙醇吸移到闪烁管中，吸移时要慢慢沿着闪烁管的侧壁流下。重新盖上盖子，并通过剧烈摇动闪烁管使聚(乳酸)发生沉淀。让闪烁管静置 10 min 并等待沉淀物完全沉降下来。继而，用针筒和 0.45 微米 GHPAcroDisc 针筒过滤器，将数毫升上层清液过滤到清洁的闪烁管中。将 2.00 mL 过滤的上层清液吸移到一个清洁、干燥的 10 mL 容量烧瓶中。用异丙醇充满至全容积并进行混合。最后，用针筒（带有 0.45 微米 GHP AroDisc 针筒过滤器）将约 1 mL 稀释的上层清液过滤到一清洁的扣紧盖式 GC 管形瓶中使管形瓶仅充满至一半，然后盖上带有硅橡胶隔膜的盖子。

开始测试：注入异丙醇空白液。接着，注入标准制剂，测试期间，先使用  $20 \mu\text{g/mL}$  标准制剂，而在结束时用  $2000 \mu\text{g/mL}$  的标准制剂。注入试验样品制剂（注入制剂的至少 10%，一式双份）。在每注入双份

试样制剂以及一个(自动)测试顺序结束后,一定要注入来自新的管形瓶的 400  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准样作为检验标准。

质量控制参数包括:1)每次检验标准注入的丙交酯结果应在真值的 $\pm 10\%$ 范围内; 2)对标准制剂注入,从浓度对面积算出的线性回归相关系数不得小于那个 0.990; 3)由占全部测试试样制剂的至少 10% 的双份注入获得的丙交酯结果应彼此相差不超过 10%; 4)在 SQC 数据图上记录下 200  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的丙交酯响应。利用该图的控制线,该响应值必须在规定的 SQC 参数范围内。

最终计算:首先,作出对丙交酯标准样的标定曲线,并进行浓度对面积响应数据的线性回归。由线性回归获得的斜率及截距可获得一条直线,将面积代入该直线方程中,可算出每  $\text{mL}$  中分析物的  $\mu\text{g}$  数。然后,利用上述线性回归得到的结果按如下公式计算试样制剂中的丙交酯(含量):残余丙交酯( $\mu\text{g}$ )/g 聚(乳酸)试样=丙交酯  $\mu\text{g}/\text{mL}$  制剂/试样重量(g)  $\times$  21  $\text{mL} \times 10 \text{ mL}/2 \text{ mL}$ .

#### 15 L:D 立体异构体比值

采用高压液体色谱(HPLC)程序,测定固体聚(乳酸)中 D-对映体和 L-对映体乳酸的浓度,精确至 0.1%D-对映体乳酸。HPLC 装置配备了 Chiral 青霉胺分析柱及二极管阵列或可变波长探测器,设定在 238 纳米(nm)。在试样制备中使用 HPLC 级的水。

20 按如下制备了系统适用性标准:将 0.2000 g ( $\pm 0.1000 \text{ g}$ ) D-L 乳酸糖浆(85%水溶液,包含大致等量的这 2 种异构体)溶解在 100  $\text{mL}$  水中。接着,制备质量控制标准样:将 2.2000 g ( $\pm 0.1000 \text{ g}$ ) -L 乳酸晶体,由 Fluka 公司提供,结晶度大于 99%,以及 0.0600g ( $\pm 0.1000 \text{ g}$ ) D-L 乳酸糖浆(85%水溶液)溶解在 100  $\text{mL}$  容量烧瓶中。

25 试验样品的制备过程是,将 2.20 g ( $\pm 0.05 \text{ g}$ ) 固体树脂样品与 1.40 g ( $\pm 0.02 \text{ g}$ ) 试剂级氢氧化钠(NaOH)及 50~70  $\text{mL}$  水在回流烧瓶中合在一起,并进行回流,直至全部聚合物耗尽,整个过程通常需要约 3 h。回流结束后,彻底朝下冲洗冷凝器,将它拆卸下来,并让烧瓶冷却至室温。检验溶液的 pH 值并用硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )将其调整到 pH4~7。将调整后的溶液转移到 100  $\text{mL}$  容量烧瓶中,一定要用水彻底冲洗样品烧瓶,然后,用水稀释到 100  $\text{mL}$  并进行混合。若试样制剂显浑浊,就取部分制剂通过诸如 Gelman Acrodisk CR(0.45 $\mu$  PTFE)或相

当的针筒过滤器进行过滤。

该实验方法，首先是注入系统适用性标准样以确保系统已达平衡。在每个(自动)顺序开始和结束以及在每注入了 5 个试样制剂之后，应注入质量控制标准样。一切就绪之后，就开始注入试样制剂。  
5 然后，在该(自动)顺序结束时，注入系统适用性标准样。在分析了所有的样品之后，以清洗用的移动相按  $0.2 \sim 0.5 \text{ ml/min}$  的速率清洗分析柱。

最终的计算根据 HPLC 生成的峰值面积来做。大致的停留时间是：对 D- 异构体， $20 \sim 24 \text{ min}$ ；对 L- 异构体， $24 \sim 30 \text{ min}$ 。分辨率( $R$ )是  $2 \times [(Rt_{L(+)} - Rt_{D(-)})] / [(W_{D(-)} / W_{L(+)})]$ ，其中  $W$  是校正的峰在基线处的宽度，单位为  $\text{min}$ ， $Rt$  是停留时间， $\text{min}$ 。理论板数( $N$ )是  $16 \times (Rt/W)^2$ 。D 乳酸百分数的计算方法是：D 乳酸峰面积除以 L 乳酸与 D 乳酸峰的面积之和，结果再乘上 100。

#### 纤维收缩

15 测定热收缩需要的设备包括：对流炉 (Thelco 160DM 实验室炉子)、 $0.5 \text{ g} (+/-0.06 \text{ g})$  垂重、 $1/2$  英寸胶粘带夹子、覆盖胶粘带、带有至少  $1/4$  方格的坐标纸、泡沫塑料广告板 ( $11 \times 14$  英寸) 或相当的底层物以固定坐标纸和样品。对流炉应能维持  $100^\circ\text{C}$  的温度。

20 在各自纺丝条件下熔融纺制出纤维样品，优选是 30 根单丝的丝束，并以机械方式拉伸以获得喷丝头牵伸为 224 或更高的纤维。只有喷丝头牵伸相同的纤维才能互相对比热收缩。纤维的喷丝头牵伸是拉伸辊速度除以熔融聚合物离开纺丝板的挤出线速度(距离/时间)的比值。纺出的纤维通常用卷绕机收集在筒管上。若 30 根单丝的一丝束尚未得到，将收集到的纤维束分离为 30 根单丝，然后切断成 9 英寸  
25 的长度。

30 将坐标纸粘贴到广告板上，其中坐标纸的一边与广告板的边缘对齐。将纤维束的一端在距离这端不超过 1 英寸处用胶粘带粘上去。将粘贴的一端夹紧在广告板边缘处，其中在保持纤维束原地不动(固定在夹子下面时，被粘住的一端应几乎看不到)的同时移动坐标纸进行对齐以便使夹子的一边正好压在坐标纸的横线上。将丝束的另一端绷紧，使之与坐标纸上的垂直线平行。接着，在自夹子夹住纤维的一点向下 7 英寸的地方围绕纤维束固定上  $0.5 \text{ g}$  的垂重。对每一个重复样

品重复这种固定(坠重)操作。通常，一次可固定3个重复样。可在坐标纸上标记出坠重的初始位置。将样品放入到100℃对流炉中，使样品垂直地悬吊着，不接触广告板。分别在5、10和15 min的时刻迅速(取出并)标记坠重在坐标纸上的新位置，并将样品重新放回炉内。

5 测试结束后，去掉广告板并用最小刻度为1/16英寸的尺子测量初始位置(夹子夹住纤维的地方)分别与5、10和15 min时的记号之间的距离。建议，每个样品做3次重复样试验。计算平均值、标准偏差及收缩百分数。收缩百分数的计算方法是，(初始长度-测量长度)除以初始长度并乘上100。

## 10 实施例

在下面的实施例中，使用了各种材料作组分制成多组分纤维。这些材料的名称和性能一并载于表1中。这些材料中几种的表观粘度数据总括在表2中。

试样1~6是聚(乳酸)聚合物，由Chronopol公司，Golden，  
15 Colorado提供。

一种聚(乳酸)聚合物是由Cargill公司，Wayzala，Minnesota提供，商品名Cargill-6902 Polylactide。

一种聚(乳酸)聚合物是由Aldrich化学公司，Milwaukee，Wisconsin提供，商品名Polylactide，目录号43,232-6。

20 一种聚琥珀酸丁二酯，由Showa Highpolymer公司，东京，日本，获得，商品名Bionolle 1020。

一种聚琥珀酸/己二酸丁二酯，由Showa Highpolymer公司，东京，日本，获得，商品名Bionolle 3020。

25 一种聚羟基丁酸/戊酸酯共聚物，由Zeneca Bio-Products公司，Wilmington，Delaware获得，商品名Biopol 600G。

表1

材料名称	L:D 比	熔融温度 (°C)	重均分子量	数均分子量	多分散指数	残余乳酸 单体
样品 1	100:0	175	211,000	127,000	1.66	5.5%
样品 2	95:5	~140	188,000	108,000	1.74	4.8%
样品 3	100:0	175	184,000	95,000	1.94	1.5%
样品 4	95:5	~140	140,000	73,000	1.92	3.4%
样品 5	100:0	175	181,000	115,000	1.57	2.3%
样品 6	95:5	~140	166,000	102,000	1.63	2.3%
Cargill 6902	94:6	~140	151,000	-	-	-
Aldrich PLA 43,232-6	94:6	~140	144,000	60,000	2.4	-
Bionolle 1020	N/A	114	-	-	-	N/A
Bionolle 3020	N/A	95	-	-	-	N/A
Biopol 600G	N/A	149, 161	-	-	-	N/A

表2

在180℃时的粘度(Pa·s)		
剪切速率 (1/s)	样品 6	样品 2
50	342	114
100	252.4	81.4
200	232.1	81.4
500	153.1	70
1000	119.7	65.1
2000	87.5	52.5
5000	51.5	34.2

在190℃时的粘度(Pa·s)			
剪切速率 (1/s)	样品 5	样品 6	样品 2
50	863.1	293.1	130.3
100	594.4	195.4	146.6
200	415.3	166.9	126.2
500	333.9	127	81.4
1000	223.1	105	67.6
2000	141.1	79.8	52.9
5000	71.2	47.1	34.5

在195℃时的粘度(Pa·s)						
剪切速率 (1/s)	Aldrich PLA	样品 5	样品 6	样品 2	Cargill 6902	
50	81.4	374.6	407.1	48.9	276.9	
100	57	293.1	309.4	44.8	195.4	
200	48.9	258.5	276.9	52.9	162.9	
500	40.7	198.7	229.8	51.3	123.8	
1000	36.6	153.9	165.3	46	96.1	
2000	37.8	107.9	116.4	39.3	70.8	
5000	23.8	59.9	61.2	28.8	43.2	

在200℃时的粘度(Pa·s)				
剪切速率 (1/s)	样品 5	样品 1	Cargill 6902	
50	228	1091.1	162.9	
100	203.6	912	122.1	
200	158.8	659.5	105.9	
500	136.8	400.6	86.3	
1000	111.5	268.7	72.5	
2000	87.5	153.9	56.6	
5000	51	79.6	35.7	

5

表2  
(续)

剪切速率 (1/s)	粘度 (Pa*s)	
	Bionolle 1020 (218°C)	Cargill 6902 (221°C)
50	65.1	16.3
100	89.6	24.4
200	97.7	24.4
500	101	27.7
1000	97.7	25.2
2000	74.9	22.8
5000	51.1	18.2

10

15

## 实例 1 ~ 10

使用的挤塑机每台具有 3/4 英寸直径、24:1(长度:直径)的螺杆并具有 3 个加热区。从挤塑机到纺丝组件之间有输送管道，构成第 4 加热区。随后，第 5 加热区是纺丝组件，它采用 16 孔 (0.6 mm 直径的孔) 纺丝板生产纤维。这 5 个区的温度依次列在表中的挤塑机温度的标题下。这些多组分纤维的制备中没有使用油剂。生成的纤维通过一空气驱动的拉伸装置收集起来，以便干燥并成形为非织造布材料。每一试样使用的材料、加工条件及收集到的非织造布材料的品质指标 (若有的话) 总括在表 3 中。

25

30

表3

样品	聚合物		纤维X - 部分的 %	挤出机温度 (°C)	注释
*例 1	芯	Cargill 6902	50	177/216/221/211/207	形成纤维，但是熔体强度太低而不能被拉伸进纤维拉伸装置
	皮	Bionolle #3020	50	149/204/216/211/210	
*例 2	芯	Cargill 6902	50	149/204/216/221/207	由于熔体强度差，纤维不能被拉细
	皮	Bionolle #1020	50	177/216/221/211/209	
*例 3	芯	Cargill 6902/Bionolle 1020(50:50)	50	182/204/216/221/217	不能形成纤维，熔体从模中滴出
	皮	Bionolle #1020	50	149/210/216/216/214	
*例 4	芯	Cargill 6902	50	182/204/216/221/221	熔体强度差，纤维粘在一起
	皮	Bionolle #1020	50	149/210/216/218/218	
*例 5	芯	Biopol 600G	70	182/198/207/212/200	熔体强度差，形成高挤出机压力
	皮	Bionolle #1020	30	149/210/221/217/216	
*例 6	芯	Cargill 6902/Biopol 600G(50:50)	50	181/208/213/219/204	熔体强度差，形成高挤出机压力
	皮	Bionolle #1020	50	149/210/221/217/215	

例 7	芯	样品 1	60	154/198/199/199/199	基于PLA的纤维，具有相匹配的流变性
	皮	样品 2	40	149/185/188/188/188	
例 8	部分 1	样品 1	70	171/199/202/201/201	基于PLA，桔瓣状，具有相匹配的流变性
	部分 2	样品 2	30	149/188/188/188/188	
例 9	芯	样品 1	50	170/193/193/193/199	基于PLA的纤维，具有相匹配的流变性
	皮	Cargill 6902	50	182/195/182/182/193	
例 10	芯	样品 1	50	171/193/193/193/199	基于PLA的纤维，具有相匹配的流变性
	皮	Aldrich PLA (43,232-6)	50	182/195/182/182/193	

25

### 实例 11

挤塑机设置类似于实例 1~10。在本实例中使用了 A621H 纺丝板和 0.6% Chisso P 型油剂水溶液。纺制了由试样 3 作为芯和试样 4 作为皮构成的单丝约 4 旦的双组分纤维，在 60°C 轧筒上热定形并在干燥器上在 90°C 卷曲，然后分别切成普通短纤维和短切断纤维。拉伸后纤维的纤维强度为 1.98 克/旦，伸长 80%。每一试样使用的材料、加

工条件及收集到的纤维品质指标总括在表 4 中。

### 实例 12

制备了用试样 3 作为芯和试样 4 作为皮的皮芯结构双组分纤维。挤塑机设置类似于实例 1~10，只是没有输送管道。而是，挤塑机直 5 接向纺丝组件供料。使用了 288 孔(孔径 0.35 mm)的纺丝板。使用了 12 wt%Lurol PS-6004(Goulston Technology)油剂水溶液。卷取辊以 1070 m/min 转动，同时上油辊的速度是 130 m/min。获得的纤维，对单丝为 2.7 旦的情况，伸长为 84%，强度 1.5 g/旦。纤维收集在筒管上，并切断为 1.5 和 0.25 英寸长的短纤维。然后，将这些纤维转 10 化为粘合梳理纤网非织造布。使用的材料、加工条件及收集到的纤维品质指标总括在表 4 中。

表4

例 11	芯	样品 3	50	185/215/215/200/200	基于PLA，具有相匹配的流变性，进行热定形
	皮	样品 4	50	160/200/200/200/200	
例 12	芯	样品 3	50	155/200/200/200	基于PLA，具有相匹配的流变性，不进行热定形
	皮	样品 4	50	115/178/185/190	

20 本领域技术人员将会懂得，根据本发明尚能作出许多修改和变化而仍不偏离本发明的范围。因此，上面给出的详述和实施例仅为举例说明的目的而为之，不拟以任何方式构成对本发明的限定，本发明的范围应按照所附权利要求界定。