



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102046860 A

(43) 申请公布日 2011.05.04

(21) 申请号 200980120628.2

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

(22) 申请日 2009.03.19

72001

(30) 优先权数据

61/041699 2008.04.02 US

代理人 段晓玲 林毅斌

12/199304 2008.08.27 US

(51) Int. Cl.

D01F 6/62 (2006.01)

(85) PCT申请进入国家阶段日

D01F 6/84 (2006.01)

2010.12.02

D01F 8/14 (2006.01)

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2009/001717 2009.03.19

(87) PCT申请的公布数据

W02009/123678 EN 2009.10.08

(71) 申请人 伊士曼化工公司

地址 美国田纳西州

(72) 发明人 R·K·古普塔 D·W·科洛斯维

M·G·米切尔

权利要求书 4 页 说明书 52 页

(54) 发明名称

从多组分纤维生产的非织造织物

(57) 摘要

提供包括至少一种水不可分散的聚合物的水不可分散的聚合物微纤维，其中水不可分散的聚合物微纤维具有低于 5 微米的等效直径和低于 25 毫米的长度。还提供生产水不可分散的聚合物微纤维的方法，该方法包括：a) 将多组分纤维切成短切多组分纤维；b) 让含纤维的原料与水接触以生产纤维混合淤浆；其中含纤维的原料包括短切多组分纤维；c) 加热该纤维混合淤浆，生产加热的纤维混合淤浆；d) 任选地，在剪切区段中混合该纤维混合淤浆；e) 从多组分纤维中除去至少一部分的磺基聚酯，生产出包括磺基聚酯分散体和水不可分散性聚合物微纤维的淤浆混合物；和 f) 从该淤浆混合物中分离出水不可分散性聚合物微纤维。还提供生产非织造制品的方法。

1. 包括至少一种水不可分散的聚合物的水不可分散的聚合物微纤维，其中该水不可分散的聚合物微纤维具有低于 5 微米的等效直径和低于 25 毫米的长度。

2. 根据权利要求 1 的水不可分散的聚合物微纤维，其中该水不可分散的聚合物微纤维具有低于 3 微米的等效直径和选自于低于 25 毫米、低于 10 毫米、低于 6.5 毫米和低于 3.5 毫米的长度。

3. 根据权利要求 1 或 2 的水不可分散的聚合物微纤维，它是由包括以下步骤的方法制备的：

a) 提供具有异形横截面的短切多组分纤维，该多组分纤维包括：

至少一种水可分散的磺基聚酯；和

包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域，其中该微纤维区域基本上被介入在该微纤维区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；和

b) 将该水不可分散的聚合物微纤维与该水可分散的磺基聚酯分离开。

4. 根据权利要求 3 的水不可分散的聚合物微纤维，其中该多组分纤维具有异形的横截面，该微纤维包括：

(A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

(B) 包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域，其中该微纤维区域基本上被介入在这些微纤维区域之间的磺基聚酯彼此分隔开，

其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240 °C 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度，和其中，以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础，该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基。

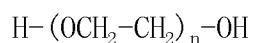
5. 根据权利要求 3 的水不可分散的聚合物微纤维，其中该多组分纤维具有异形横截面，该微纤维包括：

(A) 具有至少 57 °C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的水可分散的磺基聚酯，该磺基聚酯包括：

(i) 一种或多种二羧酸的残基；

(ii) 基于总重复单元约 4- 约 40mol% 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；

(iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少 25mol% 是具有下面结构的聚 (乙二醇)：



其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和

(iv) 基于总重复单元的 0- 约 25mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中官能团是羟基、羧基或它们的结合；和

(B) 包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域，其中该微纤维区域基本上被介入在这些微纤维区域之间的磺基聚酯彼此分隔开。

6. 根据权利要求 3 的水不可分散的聚合物微纤维，其中该多组分纤维具有异形横截面，该微纤维包括：

(A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

(B) 包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域，

其中该微纤维区域基本上被介入在这些微纤维区域之间的磺基聚酯彼此分隔开，

其中该纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数；和

其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240°C 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度，和其中，以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础，该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基=。

7. 包括权利要求 1 或 2 的该水不可分散的聚合物微纤维的非织造制品。

8. 权利要求 7 的非织造制品，其中非织造制品是通过干法铺网法或湿法铺网法生产的。

9. 权利要求 8 的非织造制品，其中至少 1% 的该水不可分散的聚合物微纤维包含在该非织造制品中。

10. 权利要求 8 的非织造制品，其中至少 25% 的该水不可分散的聚合物微纤维包含在该非织造制品中。

11. 权利要求 8 的非织造制品，其中至少 50% 的该水不可分散的聚合物微纤维包含在该非织造制品中。

12. 根据权利要求 7 的非织造制品，其中该水不可分散的聚合物微纤维包括选自聚烯烃，聚酯，聚酰胺，聚交酯，聚己酸内酯，聚碳酸酯，聚氨酯，纤维素酯，和聚氯乙烯中的至少一种聚合物。

13. 根据权利要求 7 的非织造制品，其中该非织造制品是选自过滤介质，非织造织物，非织造网幅，食品制备用的过滤介质，医用过滤介质，和纸的制品。

14. 根据权利要求 7 的非织造制品，进一步包括至少一种其它纤维。

15. 根据权利要求 7 的非织造制品，进一步包括至少一种添加剂。

16. 生产非织造制品的方法，该方法包括：

a) 提供从多组分纤维生产的水不可分散的聚合物微纤维；

b) 利用湿法成网法或干法成网法生产该非织造制品。

17. 根据权利要求 16 的方法，其中该多组分纤维是具有异形横截面的多组分纤维，该多组分纤维包括：

A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域，其中该微纤维区域基本上被介入在该微纤维区域之间的该磺基聚酯彼此分隔开。

18. 根据权利要求 16 的方法，其中该多组分纤维具有异形横截面，该方法包括：

(A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

(B) 包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域，其中该微纤维区域基本上被介入在该微纤维区域之间的该磺基聚酯彼此分隔开，

其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240°C 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度，和其中，以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础，该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基。

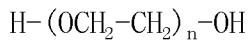
19. 根据权利要求 16 的方法，其中该多组分纤维具有异形横截面，该方法包括：

(A) 具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的水可分散的磺基聚酯，该磺基聚酯包括：

(i) 一种或多种二羧酸的残基；

(ii) 基于总重复单元约 4- 约 40mol% 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

(iii) 一种或多种二醇残基, 其中基于总二醇残基至少 25mol% 是具有下面结构的聚(乙二醇):



其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数; 和

(iv) 基于总重复单元 0- 约 25mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合; 和

(B) 包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域, 其中该微纤维区域基本上被介入在该微纤维区域之间的该磺基聚酯彼此分隔开。

20. 根据权利要求 16 的方法, 其中该多组分纤维具有异形横截面, 该方法包括:

(A) 至少一种水可分散的磺基聚酯; 和

(B) 包括与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个微纤维区域, 其中该微纤维区域基本上被介入在该微纤维区域之间的该磺基聚酯彼此分隔开,

其中该纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数; 和

其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240°C 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度, 和其中, 以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础, 该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基。

21. 生产水不可分散的聚合物微纤维的方法, 该方法包括:

a) 将多组分纤维切成短切多组分纤维;

b) 让含纤维的原料与水接触以生产纤维混合淤浆; 其中该含纤维的原料包括短切多组分纤维;

c) 加热该纤维混合淤浆, 以生产加热的纤维混合淤浆;

d) 任选地, 在剪切区段中混合该纤维混合淤浆;

e) 从该多组分纤维中除去至少一部分的该磺基聚酯, 以生产出包括磺基聚酯分散体和水不可分散性聚合物微纤维的淤浆混合物; 和

f) 从该淤浆混合物中分离该水不可分散的聚合物微纤维。

22. 根据权利要求 21 的方法, 其中该水不可分散的聚合物微纤维用于湿法成网方法或干法成网方法中。

23. 根据权利要求 21 的方法, 其中该水不可分散的聚合物微纤维淤浆进一步包括选自纤维素纤维浆料, 玻璃纤维, 聚酯纤维, 尼龙纤维, 聚烯烃纤维, 人造丝纤维和纤维素酯纤维中的至少一种纤维。

24. 根据权利要求 21 的方法, 其中步骤 16b 该水包括至少一种水软化剂。

25. 根据权利要求 21 的方法, 其中该水软化剂是螯合剂或钙离子多价螯合剂。

26. 根据权利要求 25 的方法, 其中该水软化剂选自聚丙烯酸钠盐; 马来酸或丁二酸的钠盐; 二亚乙基三胺五乙酸; 二亚乙基三胺-N, N, N', N', N"-五乙酸; 喷替酸; N, N- 双(2-(双-(羧甲基)氨基)乙基)-甘氨酸; 二亚乙基三胺五乙酸; [[(羧甲基)亚胺基]双(亚乙基次氮基)]-四乙酸; 依地酸; 乙二胺四乙酸; EDTA, 游离碱; EDTA 游离酸; 乙二

胺 -N,N,N',N' - 四乙酸 ; 乙二胺四乙酸 ; 乙二胺四乙酸 ; N,N' -1,2- 乙烷二基双 -(N-(羧甲基) 甘氨酸 ) ; 乙二胺四乙酸 ; N,N- 双 ( 羧甲基 ) 甘氨酸 ; 次氨基三乙酸 ; 次氨基三乙酸 ;  $\alpha$ , $\alpha'$ , $\alpha''$ - 三甲基胺三羧酸 ; 三 ( 羧甲基 ) 胺 ; 次氨基三乙酸 ; 次氨基三乙酸 ; 次氨基 -2, $2',2''$ - 三乙酸 ; 次氨基三乙酸二钠 ; 次氨基三乙酸 ; 和它们的混合物。

27. 生产非织造制品的湿法成网方法, 该湿法成网方法包括 :

- a) 任选, 漂洗该水不可分散的聚合物微纤维 ;
- b) 将水添加到水不可分散的聚合物微纤维中以生产水不可分散的聚合物微纤维淤浆 ;
- c) 任选, 将其它纤维和 / 或添加剂添加到该水不可分散的聚合物微纤维或水不可分散的聚合物微纤维淤浆中 ; 和
- d) 将该含有水不可分散的聚合物微纤维的淤浆转移到湿法成网非织造区段中以生产非织造制品。

## 从多组分纤维生产的非织造织物

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请是要求了 2008 年 4 月 2 日申请的临时申请序列号 No. 61/041,699 的优先权的部分继续申请和 2007 年 1 月 3 日申请的申请序列号 No. 11/648,955 的部分继续申请，后者是 2006 年 1 月 31 日申请的申请序列号 No. 11,344,320 的部分继续申请，此申请又是 2005 年 8 月 16 日申请的申请序列号 No. 11/204,868 的部分继续申请，该申请又是 2004 年 5 月 20 日申请和现在作为美国专利 No. 6,989,193 公布的申请序列号 No. 10/850,548 的分案，该申请序列号又是 2003 年 6 月 19 日申请的申请序列号 No. 10/465,698 的部分继续。上述申请因此引入供参考。

[0003] 本发明的领域

[0004] 本发明涉及包括磺基聚酯的水可分散性纤维和纤维制品。本发明进一步涉及包括磺基聚酯的多组分纤维以及从该纤维制备的微旦尼尔纤维 (microdenier fibers) 和纤维制品。本发明还涉及水可分散性、多组分和微旦尼尔纤维的制备方法和涉及从其制备的非织造织物。该纤维和纤维制品可用于可冲洗的 (flushable) 个人护理产品和医用产品。

[0005] 本发明的背景

[0006] 纤维，熔喷网幅和其它熔纺纤维制品已经从热塑性聚合物如聚（丙烯），聚酰胺和聚酯制造。这些纤维和纤维制品的一种普通应用是非织造织物和尤其用于个人护理产品如擦拭纸巾，女性卫生保健产品，婴儿尿布，成人尿失禁针织三角裤，医院 / 外科用品和其它医用一次用品，保护织物和层，土工织物，工业擦拭纸巾，和过滤介质。不幸地，从普通的热塑性聚合物生产的个人护理产品难以废弃处理并且通常置于填埋场中。一个有希望的废弃处理替代方法是使得这些产品或它们的组分变成“可冲洗”，即，与公共污水处理系统相容。水可分散性或水溶性材料的使用还改进个人护理产品的可回用性和再生性。现在用于个人护理产品中的各种热塑性聚合物不是固有地水可分散性或可溶性的，因此，无法生产出容易崩解和能够抛弃在污水处理系统中或容易回用的制品。

[0007] 可冲洗个人护理产品的客观需要已经导致了对具有各种程度的水响应性的纤维、非织造织物和其它纤维制品的需要。满足这些需要的各种途径例如已描述在美国专利 No. 6,548,592 ;6,552,162 ;5,281,306 ;5,292,581 ;5,935,880 ;和 5,509,913 中 ;美国专利申请序列号 No. 09/775,312 ;和 09/752,017 中 ;和 PCT 国际的出版物 No. WO 01/66666A2 中。然而，这些途径会遭遇许多的缺点并且无法获得具有各种特性的令人满意的平衡的纤维制品如纤维或非织造织物，如拉伸强度，吸收率，挠性，和在湿或干燥条件下的织物完整性。

[0008] 例如，典型的非织造织物技术是以纤维的多向沉积为基础的，该纤维用树脂粘结用粘合剂处理以形成具有强完整性和其它令人想望的性能的纸幅。然而，所得到的组件一般具有弱的水响应性和不适合于可冲洗应用。粘结剂的存在也会导致在最终产品中不希望有的性能，如降低的纸片可润湿性，提高的劲度，粘性，和更高的生产成本。还难以生产出在使用过程中显示出足够的湿强度且在废弃处理时可迅速分散的一种粘结剂。因此，使用这些粘结剂的非织造织物组件可以在环境条件下慢慢地崩解或在体液存在下具有不够的湿强度性能。为了解决该问题，pH 和离子敏感的水可分散性粘结剂，如添加或没有添加

盐的含丙烯酸或甲基丙烯酸的乳胶,是已知的并且例如已描述在美国专利 No. 6, 548, 592B1 中。然而,在公共污水和住宅腐败物系统中的离子浓度和 pH 水平能够在不同的地理位置中广泛地变化并且不足以让粘结剂变成可溶性的并分散。在这种情况下,在废弃处理之后纤维制品不会崩解并且能够堵塞排放口或下水道支渠。

[0009] 含有水可分散性组分和热塑性水不可分散性组分的多组分纤维已经描述在例如美国专利 No. 5, 916, 678 ;5, 405, 698 ;4, 966, 808 ;5, 525282 ;5, 366, 804 ;5, 486, 418 中。例如,这些多组分纤维可以是双组分纤维,它具有各种形状或工程设计的横截面例如海岛型、皮芯型、并列型或桔瓣型 (segmented pie) 构型。多组分纤维能够接受水或稀碱性溶液,其中水可分散性组分溶解掉而留下水不可分散的组分,为极小细度的分离开、独立的纤维。然而,具有良好水分散性的聚合物为所得多组分纤维赋予粘性,这会引起纤维在几天之后的卷绕或贮存过程中粘在一起、粘连或熔合,尤其在热而湿的条件下。为了防止熔合,常常将脂肪酸或油性整理剂施加于纤维的表面上。另外,大比例的颜料或填料有时被添加到水可分散的聚合物中以防止纤维的熔合,正如在例如美国专利 No. 6, 171, 685 中所述。此类油性整理剂,颜料和填料需要附加的加工步骤并且为最终纤维赋予不希望有的性能。许多水可分散性聚合物也为了除去它们而需要碱性溶液,后者会引起纤维的其它聚合物组分的降解,如特性粘度、韧性和熔体强度的下降。此外,一些水可分散性聚合物在水刺 (hydroentangling) 过程中无法承受水的接触,因此不适合于非织造网幅和织物的制造。

[0010] 另外地,水可分散性组分可用作在非织造网幅中热塑性纤维的粘结剂。在接触到水之后,纤维与纤维粘结结构会瓦解,使得无纺网幅丧失它的完整性并且分解为单根纤维。然而,这些非织造网幅的热塑性纤维组分不是水可分散性的并且仍然存在于含水介质中,因此必须最终从城市废水处理厂中除去。水刺法可用来生产可崩解的非织造织物,它没有或有极低水平 (< 5wt %) 的所添加的粘结剂来将纤维保持在一起。虽然这些织物可以在废弃处理中崩解,但是它们常常采用不是水溶性或水可分散性的纤维并且导致在污水管道系统中的缠结和栓塞。任何所添加的水可分散的粘结剂也必须最低限度地受到水刺的影响并且不形成凝胶状的聚集物或交联,并且因此有助于织物处置或下水道相关的问题(解决)。

[0011] 一些水溶性或水可分散性聚合物是可获得的,但是一般不适用于一般的熔喷纤维形成操作或熔融纺丝。聚合物如聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮和聚丙烯酸不是可熔融加工的,归因于在低于达到合适熔体粘度时的那一温度点的温度下所发生的热分解。高分子量聚氧化乙烯可具有合适的热稳定性,但是在聚合物界面上提供高粘度溶液,导致有缓慢的崩解速率。水可分散性磺基聚酯已经描述在例如美国专利 No. 6, 171, 685 ;5, 543, 488 ;5, 853, 701 ;4, 304, 901 ;6, 211, 309 ;5, 570, 605 ;6, 428, 900 ;和 3, 779, 993 中。然而,典型的磺基聚酯是低分子量热塑性塑料,它是脆性和缺乏挠性来承受绕线操作,无法得到不断裂或破碎的卷绕材料。磺基聚酯也能够在加工成膜或纤维的过程中显示出粘连或熔合,这可能需要使用油整理剂或需要避免大量的颜料或填料。低分子量聚氧化乙烯(更通常已知为聚乙二醇)是弱 / 脆性聚合物,它还不没有为纤维应用所需要的物理性能。通过溶液技术从已知的水溶性聚合物形成纤维是备选方案,但是除去溶剂(尤其水)的增加复杂性则提高制造成本。

[0012] 因此,仍然需求在水分存在下、尤其在接触到人体液时显示出足够的拉伸强度、吸

收性、挠性和织物完整性的水可分散性纤维和从该纤维制备的纤维制品。另外，需要纤维制品，它不需要粘结剂且完全地分散或溶于住宅或城市污水工程系统中。潜在的应用包括，但不限于，熔喷网幅，纺粘织物，水刺的织物，湿法成网非织造织物，干法成网非织造织物，双组分纤维组分，粘合促进层，用于纤维素制品 (cellulosics) 的粘结剂，可冲洗的非织造织物和膜，可溶解的粘结剂纤维，保护层，以及需要释放或溶于水中的活性成分所用的载体。还需要具有水可分散性组分的多组分纤维，该组分没有显示出在纺丝操作中长丝的过分粘连或熔合，在中性或稍微酸性 pH 下容易被热水除去，并且适合于为制造非织造织物所使用的水刺方法。这些多组分纤维能够用于生产微纤维，后者可用于生产各种制品。其它可挤出的和熔纺的纤维状材料也是可能的。

[0013] 本发明的概述

[0014] 我们已经出乎意料地发现，柔性、水可分散的纤维可以从磺基聚酯制备。因此本发明提供水可分散性纤维，它包括：

[0015] (A) 具有至少 25°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的磺基聚酯，该磺基聚酯包括：

[0016] (i) 一种或多种二羧酸的残基；

[0017] (ii) 基于总重复单约 4- 约 40mol% 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；

[0018] (iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总二醇残基至少 25mol% 是具有下面结构的聚 (乙二醇)：



[0020] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和

[0021] (iv) 基于总重复单元 0- 约 25mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；

[0022] (B) 任选的，与该磺基聚酯共混的水可分散性聚合物；和

[0023] (C) 任选的，与磺基聚酯共混的水不可分散性聚合物，前提条件是该共混物是不混溶的共混物；

[0024] 其中，以该纤维的总重量为基础，该纤维含有低于 10wt% 的颜料或填料。

[0025] 本发明的纤维可以是在水中快速地分散或溶解的单组分纤维并且可通过熔喷法或熔纺法生产。该纤维可以从单种磺基聚酯或该磺基聚酯与水可分散性或水不可分散性的聚合物的共混物制备。因此，本发明的纤维任选地可以包括与该磺基聚酯共混的水可分散性聚合物。另外，该纤维可以任选地包括与磺基聚酯共混的水不可分散性聚合物，前提条件是该共混物是不混溶的共混物。我们的发明还包括包括本发明的水可分散性纤维的纤维制品。因此，本发明的纤维可以用于制备各种纤维制品，如纱线，熔喷网幅，纺粘网幅，和非织造织物，它们进而是水可分散性的或可冲洗的。本发明的短纤维也能够与天然或合成纤维共混在纸、非织造网幅和纺织品纱线中。

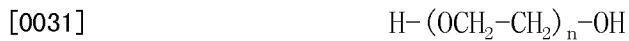
[0026] 本发明的另一个方面是水可分散性纤维，它包括：

[0027] (A) 具有至少 25°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的磺基聚酯，该磺基聚酯包括：

[0028] (i) 以总酸残基为基础，约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基；

[0029] (ii) 以总酸残基为基础, 约 4- 约 30mol % 的磺酸钠间苯二甲酸(sodiosulfoisophthalic acid)的残基;

[0030] (iii) 一种或多种二醇残基, 其中, 基于总二醇残基, 至少 25mol % 是具有下面结构的聚(乙二醇):



[0032] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数;

[0033] (iv) 以总重复单元为基础, 0- 约 20mol % 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0034] (B) 任选的, 与磺基聚酯共混的第一种水可分散性聚合物; 和

[0035] (C) 任选的, 与磺基聚酯共混以形成共混物的水不可分散性聚合物, 前提条件是该共混物是不混溶的共混物;

[0036] 其中, 以纤维的总重量为基础, 该纤维含有低于 10wt % 的颜料或填料。

[0037] 本发明的水可分散性纤维制品包括个人护理制品, 例如抹布(wipe), 纱布(gauze), 薄纸(tissue), 尿布, 训练裤, 卫生巾, 绷带, 伤口护理材料(wound care), 和外科敷料(surgical dressing)。除水可分散的之外, 本发明纤维制品是可冲洗的, 即与在住宅和城市污水工程系统中的处理相容并适合于该处理。

[0038] 本发明还提供多组分纤维, 后者包括水可分散性磺基聚酯和一种或多种水不可分散性的聚合物。该纤维具有工程设计的几何结构, 使得水不可分散性的聚合物作为基本上被介入磺基聚酯彼此分隔开的节段(segment)而存在, 该介入磺基聚酯作为水不可分散性的节段的粘结剂或包封基质。因此, 本发明的另一个方面是具有异形横截面(shaped cross section)的多组分纤维, 它包括:

[0039] (A) 具有至少 57°C 的玻璃化转变温度(Tg)的水可分散的磺基聚酯, 该磺基聚酯包括:

[0040] (i) 一种或多种二羧酸的残基;

[0041] (ii) 基于总重复单元约 4- 约 40mol % 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0042] (iii) 一种或多种二醇残基, 其中基于总二醇残基至少 25mol % 是具有下面结构的聚(乙二醇):



[0044] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数; 和

[0045] (iv) 基于总重复单元 0- 约 25mol % 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合; 和

[0046] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物的多个节段, 其中该节段基本上被介入在该节段之间的该磺基聚酯彼此分隔开; 其中, 以纤维的总重量为基础, 该纤维含有低于 10wt % 的颜料或填料。

[0047] 磺基聚酯具有至少 57°C 的玻璃化转变温度, 这大大减少了在卷绕和长期储存过程中纤维的粘连(blocking)和融合(fusion)。

[0048] 该磺基聚酯可以通过让多组分纤维与水接触被除去, 而留下作为微旦尼尔纤维的

水不可分散性节段。本发明因此还提供微旦尼尔纤维的制备方法,该方法包括:

[0049] (A) 将具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的水可分散的磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物纺丝成多组分纤维,该磺基聚酯包括:

[0050] (i) 以总酸残基为基础,约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

[0051] (ii) 以总酸残基为基础,约 4- 约 30mol% 的磺酸钠间苯二甲酸的残基;

[0052] (iii) 一种或多种二醇残基,其中基于总二醇残基至少 25mol% 是具有下面结构的聚(乙二醇):

[0053]  $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$

[0054] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数;和

[0055] (iv) 以总重复单元为基础 0- 约 20mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基,其中官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0056] 其中该纤维具有包括水不可分散性聚合物的多个节段,其中该节段基本上被介入在该节段之间的磺基聚酯彼此分隔开并且,以纤维的总重量为基础,该纤维含有低于 10wt% 的颜料或填料;和

[0057] (B) 让该多组分纤维与水接触以去除该磺基聚酯,由此形成微旦尼尔纤维。

[0058] 该水不可分散性聚合物可以是可生物崩解的(根据 DIN Standard 54900 测定)和 / 或是可生物降解的(根据 ASTM 标准方法, D6340-98 测定)。该多组分纤维也可用来制备纤维制品如纱线,织物,熔喷网幅,纺粘网幅,或非织造织物并且它可包括一层或多层的纤维。具有多组分纤维的纤维制品进而可以与水接触,以生产含有微旦尼尔纤维的纤维制品。

[0059] 因此,本发明的另一个方面是微旦尼尔纤维网幅的生产方法,该方法包括:

[0060] (A) 将具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的水可分散的磺基聚酯和与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物纺丝成多组分纤维,该磺基聚酯包括:

[0061] (i) 以总酸残基为基础,约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

[0062] (ii) 以总酸残基为基础,约 4- 约 30mol% 的磺酸钠间苯二甲酸的残基;

[0063] (iii) 一种或多种二醇残基,其中,基于总二醇残基,至少 25mol% 是具有下面结构的聚(乙二醇):

[0064]  $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$

[0065] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数;和

[0066] (iv) 以总重复单元为基础 0- 约 20mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基,其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0067] 其中该多组分纤维具有包括水不可分散性聚合物的多个节段,和该节段基本上被介入在节段之间的该磺基聚酯彼此分隔开,并且,以纤维的总重量为基础,该纤维含有低于 10wt% 的颜料或填料;

[0068] (B) 堆叠 (overlapping) 并收集步骤 A 的该多组分纤维以形成非织造网幅;和

[0069] (C) 让该非织造网幅与水接触以除去磺基聚酯,因为形成微旦尼尔纤维网幅。

[0070] 本发明还提供制造水可分散性非织造织物的方法,该方法包括:

[0071] (A) 将水可分散性聚合物组合物加热到高于其流动点 (flow point) 的温度,其中

该聚合物组合物包括

- [0072] (i) 具有至少 25°C 的玻璃化转变温度 (T<sub>g</sub>) 的磺基聚酯, 该磺基聚酯包括：  
[0073] (a) 一种或多种二羧酸的残基；  
[0074] (b) 基于总重复单元约 4- 约 40mol% 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个金属磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；  
[0075] (c) 一种或多种二醇残基, 其中基于总二醇残基至少 20mol% 是具有下面结构的聚(乙二醇)：



[0077] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；

[0078] (d) 基于总重复单元 0- 约 25mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；

[0079] (ii) 任选的, 与磺基聚酯共混的水可分散性聚合物；和

[0080] (iii) 任选的, 与磺基聚酯共混以形成共混物的非水分散性聚合物, 前提条件是该共混物是不混溶的共混物；

[0081] 其中, 基于该聚合物组合物的总重量, 该聚合物组合物含有低于 10wt% 的颜料或填料。

[0082] (B) 熔融纺丝出长丝 (filament)；和

[0083] (C) 堆叠并收集步骤 B 的长丝以形成非织造网幅。

[0084] 在本发明的另一个方面中, 提供具有异形横截面的多组分纤维, 该纤维包括：

[0085] (A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

[0086] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物的多个微纤维区域 (domain), 其中该区域基本上被介入在该区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；

[0087] 其中该纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数 (as-spun denier)；

[0088] 其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240°C 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度, 和其中, 以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础, 该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基。

[0089] 在本发明的另一个方面中, 提供具有异形横截面的多组分挤出物, 它包括：

[0090] (A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

[0091] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物的多个区域, 其中该区域基本上被介入在该区域之间的磺基聚酯彼此分隔开, 其中该挤出物能够在至少约 2000m/min 的速度下进行熔融拉伸。

[0092] 在本发明的另一个方面中, 提供制造具有异形横截面的多组分纤维的方法, 该方法包括将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物进行纺丝, 其中该多组分纤维具有包括水不可分散性聚合物的多个区域, 并且这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；其中该多组分纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数；其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240°C 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度, 和其中, 以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础计, 该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基。

[0093] 在本发明的另一个方面，提供制造具有异形横截面的多组分纤维的方法，该方法包括将至少一种水可分散的磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物挤出以生产多组分挤出物，其中该多组分挤出物具有包括水不可分散性聚合物的多个区域，并且这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；然后在至少约 2000m/min 的速度下熔融拉伸该多组分挤出物而生产该多组分纤维。

[0094] 在另一个方面，本发明提供生产微旦尼尔纤维的方法，该方法包括：

[0095] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该水可分散的磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物纺丝成多组分纤维，其中该多组分纤维具有包括水不可分散性聚合物的多个区域，其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；其中该多组分纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数；其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240℃ 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度，和其中，以二酸或二醇残基的总摩尔为基础计，该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基；和

[0096] (B) 让该多组分纤维与水接触以除去该水可分散的磺基聚酯，因此形成水不可分散性聚合物的微旦尼尔纤维。

[0097] 在另一个方面，本发明提供生产微旦尼尔纤维的方法，该方法包括：

[0098] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该水可分散的磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物挤出以生产多组分挤出物，其中该多组分挤出物具有包括该水不可分散性聚合物的多个区域，其中这些区域基本上彼此被介入在这些区域之间的磺基聚酯分隔开；

[0099] (B) 在至少约 2000m/min 的速度下将多组分挤出物熔融拉伸，以形成多组分纤维；和

[0100] (C) 让该多组分纤维与水接触以除去水可分散的磺基聚酯，因此形成水不可分散性聚合物的微旦尼尔纤维。

[0101] 在本发明的另一个方面，提供制造微旦尼尔纤维网幅的方法，该方法包括：

[0102] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物纺丝成多组分纤维，其中该多组分纤维具有包括水不可分散性聚合物的多个区域，其中这些区域基本上彼此被介入在这些区域之间的该水可分散的磺基聚酯分隔开；其中该多组分纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数；其中该水可分散的磺基聚酯具有在 1 拉德 / 秒的应变速率下在 240℃ 下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度，和其中，以二酸或二醇残基的总摩尔为基础计，该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基单体的残基；

[0103] (B) 收集步骤 (A) 的该多组分纤维以形成非织造网幅；和

[0104] (C) 让该非织造网幅与水接触以除去该磺基聚酯，因为形成微旦尼尔纤维网幅。

[0105] 在本发明的另一个方面，提供制造微旦尼尔纤维网幅的方法，该方法包括：

[0106] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物挤出以生产多组分挤出物，其中该多组分挤出物具有包括水不可分散性聚合物的多个区域，其中这些区域基本上彼此被介入在这些区域之间的该磺基聚酯分隔开；

[0107] (B) 在至少约 2000m/min 的速度下将多组分挤出物熔融拉伸，以形成多组分纤维；

[0108] (C) 收集步骤 (B) 的该多组分纤维以形成非织造网幅；和

[0109] (D) 让该非织造网幅与水接触以除去磺基聚酯，因为形成微旦尼尔纤维网幅。

[0110] 在本发明的另一个实施方案中，提供生产水不可分散性聚合物微纤维的方法，该方法包括：

[0111] a) 将多组分纤维切成短切多组分纤维 (cut multicomponent fiber)；

[0112] b) 让含纤维的原料与水接触以生产纤维混合淤浆；其中含纤维的原料包括短切多组分纤维；

[0113] c) 加热该纤维混合淤浆，以生产加热的纤维混合淤浆；

[0114] d) 任选地，在剪切区段中混合该纤维混合淤浆；

[0115] e) 从该多组分纤维中除去至少一部分的该磺基聚酯，以生产出包括磺基聚酯分散体和水不可分散性聚合物微纤维的淤浆混合物；和

[0116] f) 从该淤浆混合物中分离出该水不可分散性聚合物微纤维。

[0117] 在本发明的另一个实施方案中，提供包括至少一种水不可分散性聚合物的水不可分散性聚合物微纤维，其中水不可分散性聚合物微纤维具有低于 5 微米的等效直径和低于 25 毫米的长度。

[0118] 在本发明的另一个实施方案中，提供从水不可分散性聚合物微纤维生产非织造制品的方法，该方法包括：

[0119] a) 提供从多组分纤维生产的水不可分散性聚合物微纤维；和

[0120] b) 采用湿法成网法或干法成网法生产非织造制品。

[0121] 详细说明

[0122] 本发明提供在水分存在下，尤其在暴露于人体流体之后显示出拉伸强度、吸收率、柔性和织物完整性的水可分散性纤维和纤维制品。本发明的纤维和纤维制品不需要油、蜡或脂肪酸整理剂的存在、或大量（典型地 10wt % 或更多）的颜料或填料的使用来防止在加工过程中纤维的粘连或熔合。另外，从本发明的新型纤维制备的纤维制品不需要粘结剂并且容易地分散或溶于家庭或公众污水工程系统中。

[0123] 在一般的实施方案中，本发明提供包括具有至少 25 °C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的磺基聚酯的水可分散性纤维，其中该磺基聚酯包括：

[0124] (A) 一种或多种二羧酸的残基；

[0125] (B) 约 4- 约 40mol% (基于总重复单元) 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；

[0126] (C) 一种或多种二醇残基，其中至少 25mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚(乙二醇)：

[0127]  $\text{H}-\left(\text{OCH}_2-\text{CH}_2\right)_n-\text{OH}$

[0128] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和 (iv) 以总重复单元为基础，0- 约 25mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合物。我们的纤维可以任选包括与磺基聚酯共混的水可分散性聚合物，和任选的，与磺基聚酯共混的水不可分散的聚合物，前提条件是该共混物是不混溶的共混物。我们的纤维含有以纤维的总重量为基础低于 10wt % 的颜料或填料。本发明还包括包含这些纤维的纤维

制品以及可以包括个人护理产品如抹布、纱布、薄纸、尿布、成人尿失禁针织三角裤 (adult incontinence briefs)、卫生巾、绷带和外科敷料。纤维制品可具有纤维的一个或多个吸收性层。

[0129] 本发明的纤维可以是单组分纤维，双组分或多组分纤维。例如，本发明的纤维可通过将单种磺基聚酯或磺基聚酯共混物熔融纺丝来制备并且包括具有异形 (shaped) 横截面的短纤维、长丝和复丝纤维。另外，本发明提供多组分纤维，如描述在例如美国专利 No. 5, 916, 678 中的纤维，它可以通过将该磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的的一种或多种水不可分散的聚合物单独经由具有异形或工程设计的横向几何结构（例如，海 - 岛型，皮 - 芯型，并列型，或桔瓣构型）的喷丝板挤出来制备。该磺基聚酯可以随后通过溶解界面层或瓣节段 (pie segments) 和留下该水不可分散的聚合物的较小长丝或微旦尼尔纤维而被除去。该水不可分散的聚合物的这些纤维在除去该磺基聚酯之前可具有远小于该多组分纤维的纤维尺寸。例如，磺基聚酯和水不可分散的聚合物可以被进给到聚合物分配系统中，其中该聚合物被引入分段的 (segmented) 喷丝板中。聚合物按照单独的通路进入到纤维喷丝板并且在该中合并 (combine)，该喷丝板孔包括两个同心圆孔的，由此得到皮 - 芯型纤维，或包括沿着直径分成多个部件的圆形喷丝板孔，由此得到具有并列型的纤维。另外地，该不混溶的水可分散的磺基聚酯和水不可分散的聚合物可以单独地被引入到具有多个径向通道的喷丝板中以生产具有桔瓣横截面的多组分纤维。典型地，该磺基聚酯将形成皮芯构型的“皮”组分。在具有多个节段的纤维横截面中，该水不可分散的节段典型地基本上被磺基聚酯彼此分隔开。另外地，通过在单独的挤出机中熔化该磺基聚酯和水不可分散的聚合物、和将该聚合物流引导至具有多个分布流路（呈现小薄管或节段的形式）的一个喷丝板中，得到具有“海 - 岛”异形横截面的纤维来形成多组分纤维。此类喷丝板的例子已描述在美国专利 No. 5, 366, 804 中。在本发明中，典型地，磺基聚酯将形成“海”组分和该水不可分散的聚合物将形成“岛”组分。

[0130] 除非另有说明，用于说明书和权利要求中的表达成分用量、性能（如分子量）、反应条件等等的全部数值被理解为在全部情况下被术语“约”修饰。因此，除非有相反的指示，否则，在下面的说明书中和所附权利要求中阐述的数值参数是依赖于本发明寻求获得的所需性能而发生变化的近似值。至少，每一个数值参数应该根据所报道的有效数字的数量和通过采用寻常的舍入技术来解释。此外，在本公开物和权利要求中所述的范围希望具体地包括整个范围并且不只是端点。例如，描述为 0-10 的范围用来公开在 0 和 10 之间的全部整数，例如 1、2、3、4 等等，在 0 和 10 之间的全部分数，例如 1.5, 2.3, 4.57, 6.1113, 等等，以及端点 0 和 10。同样，与化学取代基相关的范围，例如“C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub> 烃”用于特意包括并公开 C<sub>1</sub> 和 C<sub>5</sub> 烃类以及 C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> 和 C<sub>4</sub> 烃类。

[0131] 尽管阐述本发明的宽范围的数值范围和参数是近似的，但是在特定的实施例中阐述的数值尽可能精确地报道。然而，任何数值固有地含有某些误差，这些必然地从它们各自的试验测定中发现的标准偏差所产生。

[0132] 从本发明的单组分纤维生产的单组分纤维和纤维制品是水可分散的和典型地在室温下完全分散。较高的水温可用于促进它们的分散性或从该非织造织物或多组分纤维中的除去速率。在这里相对于从单组分纤维制备的单组分纤维和纤维制品所使用的术语“水可分散性”被认为是与术语“水可消散的”，“水可崩解的”，“水可溶解的”，“水可消除的”，

“水溶性”,“水可除去的”,“水溶性的”,和“水可分散的”同义并且用于指利用水的作用分散或溶解在其中的纤维或纤维制品。术语“分散”,“可分散的”,“消散”,或“可消散的”是指,通过使用足够量的去离子水(例如,100:1水:纤维重量比)在约60°C的温度下和在至多5天的时间内形成纤维或纤维制品的疏松悬浮液或淤浆,该纤维或纤维制品溶解、崩解或分离成多个的或多或少分布在介质中的不连贯的片或颗粒物,使得在例如通过过滤或蒸发除去水之后无法从介质中回收到可辨认的长丝。因此,在这里使用的“水可分散性”不希望包括:缠结或结合的、但另外水不溶性或水不可分散的纤维的聚结体(assembly)的简单离解,其中该聚结体在水中简单地分裂,产生纤维在水中的淤浆,该纤维能够通过水的除去来回收。在本发明的范围中,全部的这些术语是指水或水与水混溶性助溶剂的混合物对于这里所述的磺基聚酯的活性。此类水混溶性助溶剂的例子包括醇类,酮类,二醇醚,酯类等等。希望该术语包括其中磺基聚酯溶解形成真实溶液的一些条件以及其中磺基聚酯分散在含水介质内的那些条件。常常,归因于磺基聚酯组合物的统计性质,当单个磺基聚酯样品置于含水介质中时,有可能具有可溶部分和分散部分。

[0133] 类似地,这里对于作为多组分纤维或纤维制品的一种组分的磺基聚酯所使用的术语“水可分散性”也希望是与术语“水可消散的”,“水可崩解”,“水可溶解的”,“水可消除”,“水可溶性”,“水可除去的”,“水溶性”和“水可分散的”同义并且希望指该磺基聚酯组分利用水的作用从多组分纤维中充分地除去并且分散或溶解,以使得在其中所含的水不可分散的纤维的被释放和分离。该术语“分散”,“可分散的”,“消散”,或“可消散的”意指,通过使用足够量的去离子水(例如,100:1水:纤维重量比)在约60°C的温度下和在至多5天的时间内形成该纤维或纤维制品的疏松悬浮液或淤浆,磺基聚酯组分从该多组分纤维中溶解、崩解或分离,从水不可分散的节段中留下多个的微旦尼尔纤维。

[0134] 当用于描述多组分纤维的异形横截面时,术语“节段(segment)”或“区域(domain)”或“区段(zone)”是指在包括水不可分散的聚合物的横截面内的区域,在这些区域中这些区域或节段基本上彼此被介入在该节段或区域之间的该水可分散性磺基聚酯分隔开。在这里使用的术语“基本上分隔开”用于指该节段或区域彼此被分隔开,在磺基聚酯的除去之后让该节段或区域形成单根纤维。节段或区域或区段能够具有类似的尺寸和形状或变化的尺寸和形状。再次,节段或区域或区段能够按照任何构型来排列。这些节段或区域或区段在沿着多组分挤出物或纤维的长度上是“基本上连续的”。该术语“基本上连续”意指沿着该多组分纤维的至少10cm长度是连续的。当除去该水可分散的磺基聚酯时,该多组分纤维的这些节段、区域或区段产生水不可分散的聚合物微纤维。

[0135] 正如在本公开物中所述,多组分纤维的异形横截面能够例如是皮芯,海岛,桔瓣,空心桔瓣;偏离中心的桔瓣等等的形式。

[0136] 本发明的水可分散性纤维是从聚酯或更具体地说从包括二羧酸单体残基、磺基化单体残基、二醇单体残基和重复单元的磺基聚酯所制备的。该磺基化单体可以是二羧酸,二醇,或羟基羧酸。因此,在这里使用的术语“单体残基”是指二羧酸,二醇或羟基羧酸的残基。在这里使用的“重复单元”是指具有2个经由羰基氧基键接的单体残基的有机结构。本发明的磺基聚酯基本上含有等摩尔比例的酸残基(100mol%)和二醇残基(100mol%),两者是按照基本上相等的比例所反应的,以使得重复单元的总摩尔数等于100mol%。所以,在本公开物中给出的摩尔百分数可以是以酸残基的总摩尔数,二醇残基的总摩尔数,或重复单

元的总摩尔数为基础的。例如，含有 30mol%（基于总重复单元）的磺基化单体（它可以是二羧酸、二醇或羟基羧酸）的磺基聚酯是指该磺基聚酯含有在总共 100mol% 重复单元当中的 30mol% 磺基化单体。因此，在每 100 摩尔的重复单元当中有 30 摆尔的磺基化单体残基。类似地，含有 30mol%（基于总酸残基）的二羧酸磺基化单体的磺基聚酯是指该磺基聚酯含有在总共 100mol% 酸残基当中的 30mol% 磺基化单体。因此，在后一种情况下，在每 100 摆尔的酸残基之中有 30 摆尔的磺基化单体残基。

[0137] 在这里描述的磺基聚酯具有在苯酚 / 四氯乙烷溶剂的 60/40 重量份溶液中在 25°C 下和在约 0.5g 磺基聚酯 / 100ml 溶剂的浓度下测量的至少约 0.1dL/g、优选约 0.2-0.3dL/g 和最优选大于约 0.3dL/g 的特性粘度（下面简写为“*Ih. V.*”）。在这里使用的术语“聚酯”同时包括“均聚酯”和“共聚酯”并指通过双官能羧酸类与双官能羟基化合物的缩聚反应制备的合成聚合物。在这里使用的，该术语“磺基聚酯”指包括磺基化单体的任何聚酯。典型地，双官能的羧酸是二羧酸和双官能的羟基化合物是二元醇如例如甘醇和二醇。另外地，双官能羧酸可以是羟基羧酸，例如对 - 羟基苯甲酸，和该双官能羟基化合物可以是带有 2 个羟基取代基的芳香核例如氢醌。在这里使用的术语“残基”指通过缩聚反应从相应单体引入到聚合物中的任何有机结构。因此，二羧酸残基可以从二羧酸单体或其相关的酰卤，酯，盐，酸酐，和 / 或它们的混合物衍生而来。因此在这里使用的术语“二羧酸”用来包括可与二醇用于缩聚反应过程中制备高分子量聚酯的二羧酸和二羧酸的任何衍生物，其中包括其相关的酰卤、酯、半酯、盐、半盐、酸酐、混合酐和 / 或它们的混合物。

[0138] 本发明的磺基聚酯包括一种或多种二羧酸残基。取决于磺基化单体的类型和浓度，该二羧酸残基可以包括约 60- 约 100mol% 的酸残基。二羧酸残基的浓度范围的其它例子是约 60mol% - 约 95mol%，和约 70mol% - 约 95mol%。可以使用的二羧酸的例子包括脂族二羧酸，脂环族二羧酸，芳族二羧酸，或这些酸当中两种或多种的混合物。因此，合适二羧酸包括，但不限于：丁二酸；戊二酸；己二酸；壬二酸；癸二酸；富马酸；马来酸；衣康酸；1,3-环己烷二羧酸；1,4-环己烷二羧酸；二羟乙酸；2,5-降冰片烷二羧酸；邻苯二甲酸；对苯二甲酸；1,4-萘二羧酸；2,5-萘二羧酸；联苯酸；4,4'-氧基二苯甲酸；4,4'-磺基二苯甲酸；和间苯二酸。优选的二羧酸残基是间苯二甲酸、对苯二甲酸和 1,4-环己烷二羧酸，或如果使用二酯，则是对苯二甲酸二甲酯，间苯二甲酸二甲酯和 1,4-环己烷二羧酸二甲基酯，其中间苯二甲酸和对苯二甲酸的残基是尤其优选的。虽然二羧酸甲酯是最优选的实例案，但是也可接受的是包括更高级烷基酯，如乙基、丙基、异丙基、丁基等等。另外，芳族酯（特别地苯基酯）也可以使用。

[0139] 该磺基聚酯包括约 4- 约 40mol%（基于总重复单元）的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基化单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合物。磺基化单体残基的浓度范围的附加例子是，以总重复单元为基础，约 4- 约 35mol%，约 8- 约 30mol% 和约 8- 约 25mol%。该磺基化单体可以是含有磺酸盐基团的二羧酸或它的酯，含有磺酸盐基团的二醇，或含有磺酸盐基团的羟基酸。该术语“磺酸盐”指具有结构“-SO<sub>3</sub>M”的磺酸盐，其中 M 是磺酸盐的阳离子。磺酸盐的阳离子可以是金属离子如 Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Mg<sup>++</sup>, Ca<sup>++</sup>, Ni<sup>++</sup>, Fe<sup>++</sup> 等等。另外地，磺酸盐的阳离子可以是非金属的离子如含氮碱，正如例如在美国专利 No. 4,304,901 中所述。基于氮的 (nitrogen-based) 阳离子是从含氮的碱形成的，后者可以是脂肪族，脂环族或芳族化合物。此类含氮碱的例子

包括氨,二甲基乙醇胺,二乙醇胺,三乙醇胺,吡啶,吗啉,和哌啶。因为含有基于氮的磺酸盐的单体典型地在熔体中制备聚合物所需要的条件下不是热稳定的,制备含有基于氮的磺酸盐基团的磺基聚酯的本发明方法是将含有所需量的呈现其碱金属盐的形式的磺酸盐基团的聚合物分散、消散或溶解在水中,然后将碱金属阳离子与氮型阳离子进行交换。

[0140] 当一价碱金属离子用作磺酸盐的阳离子时,所得磺基聚酯以取决于在聚合物中磺基化单体的含量、水的温度、磺基聚酯的表面面积 / 厚度等等的分散速率完全地分散在水中。当使用二价金属离子时,所得磺基聚酯不容易被冷水分散,但是更容易被热水分散。在单种聚合物组合物中多于一种的反荷离子 (counterion) 的使用是可能的并且可提供定制 (tailor) 或微调 (fine-tune) 所得制品的水响应性 (water-responsivity) 的方式。磺基化单体残基的例子包括其中磺酸盐基团连接于芳族酸核上的单体残基,例如苯;萘;联苯;氧基二苯基;磺基二苯基;和亚甲基二苯基,或脂环族环,例如环己基;环戊基;环丁基;环庚基;和环辛基。可用于本发明中的磺基化单体残基的其它实例是磺基邻苯二甲酸、磺基对苯二甲酸、磺基间苯二甲酸或它们的结合的金属磺酸盐。可使用的磺基化单体的其它实例是 5-磺酸钠间苯二甲酸和它的酯。如果磺基化单体残基来自 5-磺酸钠间苯二甲酸,则以酸残基的总摩尔数为基础,典型的磺基化单体浓度范围是约 4- 约 35mol%, 约 8- 约 30mol%, 和约 8-25mol%。

[0141] 用于磺基聚酯的制备中的磺基化单体是已知的化合物并且可通过使用现有技术中公知的方法来制备。例如,其中磺酸盐基团连接于芳族环上的磺基化单体可通过用发烟硫酸将芳族化合物磺化以获得相应磺酸,和随后与金属氧化物或碱例如乙酸钠反应制备磺酸盐而制得。各种磺基化单体的制备程序例如已描述在美国专利 No. 3,779,993; 3,018,272 和 3,528,947 中。

[0142] 当聚合物是分散形式时,还有可能通过使用例如磺酸钠盐和离子交换法,以用不同的离子如锌置换该钠来制备该聚酯。这一类型的离子交换程序一般优于用二价盐制备聚合物,只要该钠盐通常更可溶于聚合物反应物熔融相中就行。

[0143] 磺基聚酯包括一种或多种二醇残基,后者可包括脂肪族,脂环族和芳烷基二醇。脂环族二醇例如 1,3- 和 1,4- 环己烷二甲醇可以作为它们的纯顺式或反式异构体或作为顺式和反式异构体的混合物而存在。在这里使用的术语“二元醇 (diol)”与术语“二醇 (glycol)”是同义的并且指任何二元醇。二醇的例子包括,但不限于,乙二醇;二甘醇;三甘醇;聚乙二醇;1,3-丙二醇;2,4-二甲基-2-乙基己烷-1,3-二醇;2,2-二甲基-1,3-丙二醇;2-乙基-2-丁基-1,3-丙二醇;2-乙基-2-异丁基-1,3-丙二醇;1,3-丁二醇;1,4-丁二醇;1,5-戊二醇;1,6-己二醇;2,2,4-三甲基-1,6-己二醇;硫代乙二醇;1,2-环己烷二甲醇;1,3-环己烷二甲醇;1,4-环己烷二甲醇;2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁烷二醇;对-亚二甲苯基二醇,或一种或多的这些二醇的结合物。

[0144] 二醇残基可以包括约 25mol% 到约 100mol% (以总二醇残基为基础) 的具有以下结构的聚 (乙二醇) 的残基:

[0145]  $\text{H}-\left(\text{OCH}_2-\text{CH}_2\right)_n-\text{OH}$

[0146] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数。较低分子量聚乙二醇的非限制性例子,例如,其中 n 是 2 到 6,是二甘醇,三甘醇和四甘醇。在这些较低分子量二醇当中,二甘醇和三甘醇是最优选的。更高分子量聚乙二醇 (这里缩写为“PEG”),其中 n 是 7 到约 500,包括以商品

名 CARBOWAX ®已知的商品, Dow Chemical Company(以前 Union Carbide) 的产品。典型地, PEG 与其它二醇例如二甘醇或乙二醇相结合使用。以 n 的值为基础, 它在大于 6 至 500 的范围内, 分子量可以是大于 300 至约 22,000g/mol。分子量和 mol% 彼此成反比; 具体地说, 随着分子量提高, mol% 将减少, 以便达到所指定的亲水程度。例如, 作为这一概念的举例可以认为, 具有 1000 的分子量的 PEG 可以占总二醇的至多 10mol%, 而具有 10,000 的分子量的 PEG 典型地以低于总二醇的 1mol% 的量引入。

[0147] 某些二聚体、三聚物和四聚物二醇可以因为副反应而就地形成, 该副反应可通过改变工艺条件来控制。例如, 不同量的二甘醇, 三甘醇和四甘醇的可以通过酸催化脱水反应从乙二醇形成, 当在酸性条件下进行缩聚反应时该脱水反应容易发生。本领域中的那些技术人员公知的缓冲溶液的存在可以被添加到反应混合物中以便延迟这些副反应。然而, 如果缓冲剂被省略并且二聚、三聚和四聚反应允许进行, 则附加的组成宽容范围是可能的。

[0148] 本发明的磺基聚酯可以包括 0- 约 25mol% (以总重复单元为基础) 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合。文化单体的非限制性例子是 1,1,1- 三羟甲基丙烷, 1,1,1- 三羟甲基乙烷, 甘油, 季戊四醇, 赤藓醇, 苏糖醇 (threitol), 二季戊四醇, 山梨糖醇, 偏苯三酸酐, 均苯四酸二酐, 二羟甲基丙酸, 或它们的结合物。文化单体浓度的其它例子是 0- 约 20mol% 和 0- 约 10mol%。文化单体的存在会导致对本发明磺基聚酯的多个可能益处, 其中包括但不限于, 定制流变性、溶解度和拉伸性能的能力。例如, 在恒定的分子量下, 与线性类似物相比, 文化的磺基聚酯将会还具有更高浓度的促进聚合后交联反应的端基。然而在高浓度的文化剂下, 该磺基聚酯可以有凝胶化倾向。

[0149] 用于本发明纤维的磺基聚酯具有通过使用标准技术如所属技术领域的专业人员公知的差示扫描量热法 (“DSC”) 针对干燥聚合物所测量的至少 25°C 的玻璃化转变温度 (缩写为 T<sub>g</sub>)。本发明的磺基聚酯的 T<sub>g</sub> 测量是通过使用“干燥聚合物”来进行的, 即这样的聚合物样品, 其中通过将聚合物加热至约 200°C 的温度和然后让样品回到室温来驱除外来的水或吸收的水。典型地, 通过进行其中样品被加热至高于水蒸发温度的温度的第一次热扫描, 在该温度下保持该样品直至吸收在聚合物中的水的蒸发已完全 (由大而宽的吸热峰表示) 为止, 冷却样品至室温, 和然后进行第二次热扫描以获得 T<sub>g</sub> 测量值, 来将磺基聚酯在 DSC 装置中进行干燥。由磺基聚酯显示出的玻璃化转变温度的其它例子是至少 30°C, 至少 35°C, 至少 40°C, 至少 50°C, 至少 60°C, 至少 65°C, 至少 80°C, 和至少 90°C。虽然其它 T<sub>g</sub> 是可能的, 但是本发明的干燥磺基聚酯的典型玻璃化转变温度是大约 30°C, 约 48°C, 约 55°C, 约 65°C, 约 70°C, 约 75°C, 约 85°C, 和约 90°C。

[0150] 我们的新型纤维可以由以上所述的磺基聚酯组成或主要由以上所述的磺基聚酯组成。然而在另一个实施方案中, 本发明的磺基聚酯可以是单种聚酯或可以与一种或多种补充的聚合物共混以改性所得纤维的性能。补充的聚合物可以是或不是水可分散的, 这取决于应用, 并且可以与磺基聚酯可混溶或不混溶。如果补充的聚合物是水不可分散的, 则优选的是它与磺基聚酯的共混物是不混溶的。在这里使用的术语“混溶的”是指该共混物具有单个、均匀的无定形相, 它可由单个组成依赖性 T<sub>g</sub> (single composition-dependent T<sub>g</sub>) 来显示。例如, 与第二种聚合物可混溶的第一种聚合物可用于“增塑”该第二种聚合物, 正如在例如美国专利 No. 6,211,309 中所述。相反, 在这里使用的术语“不混溶的”表示显示有至

少 2 个无规混合的相并且具有多于 1 个的 T<sub>g</sub> 的共混物。一些聚合物可以是不混溶的, 但仍然与该磺基聚酯相容。可混溶的和不混溶的聚合物共混物的其它一般叙述以及它们表征的各种分析技术可以在 Polymer Blends Volumes 1 and 2, 由 D. R. Paul and C. B. Bucknall 编辑, 2000, John Wiley&Sons, Inc 中找到。

[0151] 可以与磺基聚酯共混的水可分散性聚合物的非限制性例子是聚甲基丙烯酸, 聚乙烯基吡咯烷酮, 聚乙烯 - 丙烯酸共聚物, 聚乙烯基甲基醚, 聚乙烯醇, 聚氧化乙烯, 羟丙基纤维素, 羟丙基甲基纤维素, 甲基纤维素, 羟乙基纤维素乙基醚 (ethyl hydroxyethyl cellulose), 异丙基纤维素, 甲基醚淀粉, 聚丙烯酰胺, 聚 (N- 乙烯基己内酰胺), 聚乙基𫫇唑啉, 聚 (2- 异丙基 -2- 呕唑啉), 聚乙烯基甲基𫫇唑烷酮 (polyvinyl methyl oxazolidone), 水可分散性磺基聚酯, 聚乙烯基甲基𫫇唑烷酮 (polyvinyl methyl oxazolidimone), 聚 (2,4- 二甲基 -6- 三嗪基乙烯), 和环氧乙烷 - 环氧丙烷共聚物。可以与磺基聚酯共混的是水不可分散的聚合物的例子不可, 但不限于, 聚烯烃, 如聚乙烯和聚丙烯的均聚物和共聚物; 聚 (对苯二甲酸乙二醇酯); 聚 (对苯二甲酸丁二醇酯); 和聚酰胺, 如尼龙 -6; 聚交酯; 己内酯; Eastar Bio® [聚 (己二酸 -co- 对苯二甲酸丁二醇酯), Eastman Chemical Company 的产品]; 聚碳酸酯; 聚氨酯; 和聚氯乙烯。

[0152] 依据本发明, 多于一种的磺基聚酯的共混物可用于定制所得纤维或纤维制品(例如非织造织物或网幅)的最终使用性能。一种或多种磺基聚酯的共混物对于水可分散性、单组分的纤维将具有至少 25°C 的 T<sub>g</sub> 以及对于多组分纤维具有至少 57°C 的 T<sub>g</sub>。因此, 共混物也可用于改变磺基聚酯的加工性能, 有利于非织造的制造。在另一个实施例中, 聚丙烯和磺基聚酯的不混溶的共混物可以获得普通的非织造网幅, 它将分裂和完全分散在水中, 因为真实的溶解度是不需要的。在后一种例子中, 所需特性涉及到保持聚丙烯的物理性能, 而磺基聚酯是在该产品的实际使用过程中的唯一旁观者 (spectator), 或另外, 磺基聚酯是易消失的并且在使用该产品的最终形式之前被除去。

[0153] 磺基聚酯和补充的聚合物可以在间歇的, 半连续式的, 或连续过程中被共混。小规模的批料可以在熔纺纤维之前在本领域中的那些技术人员公知的任何高强度混合设备如班伯里密炼机中容易地制备。这些组分也可在合适溶剂中形成的溶液中进行共混。熔融共混方法包括将磺基聚酯和补充的聚合物在足以熔化该聚合物的温度下进行共混。该共混物可以被冷却和制粒以供其它使用, 或熔化共混物可以直接从该熔化共混物进行熔体纺丝, 得到纤维形式。在这里使用的术语“熔化”包括, 但不限于, 仅仅软化该聚酯。对于聚合物领域中一般已知的熔体混合方法, 参见 Mixing and Compounding of Polymers (I. Manas-Zloczower & Z. Tadmor editors, Carl Hanser Verlag Publisher, 1994, New York, N. Y.)。

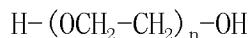
[0154] 本发明还提供包括具有至少 25°C 的玻璃化转变温度 (T<sub>g</sub>) 的磺基聚酯的水可分散性纤维, 其中该磺基聚酯包括:

[0155] (A), 以总酸残基为基础, 约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

[0156] (B) 以总酸残基为基础, 约 4- 约 30mol% 的磺酸钠间苯二甲酸的残基;

[0157] (C) 一种或多种二醇残基, 其中至少 25mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚 (乙二醇):

[0158]



[0159] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数 ; 和 (iv) 以总重复单元为基础, 0- 约 20mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合。正如以上所述, 该纤维可以任选地包括与该磺基聚酯共混的第一种水可分散的聚合物 ; 和任选地, 与该磺基聚酯共混并使得该共混物是不混溶的共混物的水不可分散的聚合物。我们的纤维含有以纤维的总重量为基础低于 10wt % 的颜料或填料。第一种水可分散的聚合物是如以上所述。该磺基聚酯应该具有至少 25°C 的玻璃化转变温度 (Tg), 但是可具有例如约 35°C, 约 48°C, 约 55°C, 约 65°C, 约 70°C, 约 75°C, 约 85°C 和约 90°C 的 Tg。磺基聚酯可以含有其它浓度的间苯二酸残基, 例如约 60- 约 95mol%, 和约 75- 约 95mol%。间苯二酸残基浓度范围的其它例子是约 70- 约 85mol%, 约 85- 约 95mol% 和约 90- 约 95mol%。该磺基聚酯还可包括约 25- 约 95mol% 的二甘醇的残基。二甘醇残基浓度范围的其它例子包括约 50- 约 95mol%, 约 70- 约 95mol%, 和约 75- 约 95mol%。该磺基聚酯还可包括乙二醇和 / 或 1,4- 环己烷二甲醇 (这里缩写为“CHDM”) 的残基。CHDM 残基的典型浓度范围是约 10- 约 75mol%, 约 25- 约 65mol%, 和约 40- 约 60mol%。乙二醇残基的典型浓度范围是约 10- 约 75mol%, 约 25- 约 65mol%, 和约 40- 约 60mol%。在另一个实施方案中, 该磺基聚酯包括约 75- 约 96mol% 的间苯二酸的残基和约 25- 约 95mol% 的二甘醇的残基。

[0160] 本发明的磺基聚酯能够通过使用典型的缩聚反应条件, 容易从合适的二羧酸, 酯, 酸酐, 或盐, 磺基化单体, 以及合适的二醇或二醇混合物制备。它们可以通过连续, 半连续和间歇操作的模式来进行并且可以采用各种的反应器类型。合适反应器类型的例子包括, 但不限于, 搅拌釜, 连续搅拌釜, 淀浆反应器, 管式反应器, 刮膜 (wiped-film) 反应器, 降膜 (falling film) 反应器或挤出反应器。在这里使用的术语“连续”是指一种方法, 其中同时按照连续方式反应物被引入和产物被排出。对于“连续”是指, 该方法是基本上或完全的连续操作并且与“间歇”方法形成对比。“连续”无论如何不是指禁止由于例如启动、反应器维护或日程表规定的停工期所导致的在方法的连续性上的正常中断。在这里使用的术语“间歇”过程是指某方法, 在该方法中全部的反应物被添加到反应器, 然后根据反应的预定过程进行加工, 在该方法中没有原料加入到或排出到反应器中。该术语“半连续”是指某方法, 其中在该方法的开始加入一些的反应物, 然后随着反应进展连续加入剩下的反应物。另外地, 半连续方法也可包括与间歇方法类似的方法, 其中在该方法的开始添加全部的反应物, 只是随着反应进展, 一种或多种的产物连续地排出。由于经济上的原因该方法理想地作为连续方法来操作并且导致聚合物的优异着色, 因为如果在反应器中在升高的温度下停留太长的时间, 磺基聚酯在外观上会变差。

[0161] 本发明的磺基聚酯是通过所属技术领域的专业人员已知的程序制备的。磺基化单体最常常被直接添加到反应混合物 (从它制备聚合物) 中, 尽管其它方法是已知的并且也可使用, 例如在 US 专利 No. 3, 018, 272, 3, 075, 952 和 3, 033, 822 中所述。磺基化单体、二醇组分和二羧酸组分的反应可通过使用普通的聚酯聚合条件来进行。例如, 当利用酯交换反应制备磺基聚酯, 即从二羧酸组分的酯形式制备时, 反应过程可以包括两个步骤。在第一步骤中, 二醇组分和二羧酸组分例如间苯二甲酸二甲酯在升高的温度下, 典型地约 150°C - 约 250°C, 在约 0.0kPa 表压 (gauge) 到约 414kPa 表压 (60 磅 / 平方英寸, " psig" ) 的压力下反应约 0.5- 约 8 小时。优选, 酯交换反应的温度是约 180°C - 约 230°C 进行约 1- 约 4 小

时,而优选的压力是约 103kPa 表压 (15psig) 到约 276kPa 表压 (40psig)。此后,反应产物在更高温度下和在降低的压力下加热以形成磺基聚酯且伴有二醇的释放,该二醇在这些条件下容易蒸发并且从体系中除去。该第二步骤或缩聚步骤在更高的真空和温度下继续进行,该温度一般是约 230°C - 约 350°C,优选约 250°C - 约 310°C 和最优选约 260°C - 约 290°C,进行约 0.1- 约 6 小时,或优选,进行约 0.2- 约 2 小时,直到获得具有所需聚合度(由特性粘度测定)的聚合物为止。该缩聚步骤可以在约 53kPa(400 毛) 到约 0.013kPa(0.1 毛) 范围内的低压下进行。搅拌或合适的条件用于两个阶段中以确保足够的热传递和反应混合物的表面更新。两个阶段的反应是通过合适的催化剂来促进,例如烷氧基钛化合物,碱金属氢氧化物和醇化物,有机羧酸的盐,烷基锡化合物,金属氧化物,等等。三阶段的制造程序,与在美国专利 No. 5,290,631 中所述的类似,也可使用,特别当使用酸和酯的混合单体原料时。

[0162] 为了确保二醇组分和二羧酸组分之间利用酯交换反应机理所进行的反应被驱动至完成,优选的是使用约 1.05- 约 2.5 摩尔的二醇组分 /1 摩尔二羧酸组分。然而,本领域中技术人员将会理解,二醇组分与二羧酸组分的比率一般是由其中进行反应过程的反应器的设计所决定的。

[0163] 在利用直接酯化制备磺基聚酯的方法中(即从二羧酸组分的酸形式制备),磺基聚酯是通过二羧酸或二羧酸的混合物与二醇组分或二醇组分的混合物进行反应来生产。反应是在约 7kPa 表压 (1psig)- 约 1379kPa 表压 (200psig),优选低于 689kPa(100psig) 的压力下进行以生产具有约 1.4- 约 10 的平均聚合度的低分子量、线性或支化的磺基聚酯产物。在直接酯化反应过程中使用的温度典型地是约 180°C - 约 280°C,更优选约 220°C - 约 270°C。该低分子量聚合物然后通过缩聚反应来聚合。

[0164] 本发明的水可分散的和多组分的纤维和纤维制品也可含有不损害它们的最终用途的其它普通添加剂和成分。例如,诸如填料,表面摩擦改性剂,光和热稳定剂,挤出助剂,抗静电剂,着色剂,染料,颜料,荧光增白剂,抗微生物剂,防伪标记物,疏水性和亲水性增强剂,粘度调节剂,滑动剂,增韧剂,粘合促进剂等等之类的添加剂都可以使用。

[0165] 本发明的纤维和纤维制品不需要添加剂例如颜料、填料、油,蜡或脂肪酸整理剂的存在来防止在加工过程中纤维的粘连或熔合。在这里使用的术语“粘连或熔合”是指纤维或纤维制品粘在一起或熔合成团块,使得纤维不能加工或不能用于其预期用途。粘连和熔合将会在纤维或纤维制品的加工过程中发生或在几天或几个星期的贮存时间中发生,并且在热、潮湿的条件下加剧。

[0166] 在本发明的一个实施方案中,以纤维或纤维制品的总重量为基础,该纤维和纤维制品将含有低于 10wt% 的此类防粘连添加剂。例如,纤维和纤维制品可以含有低于 10wt% 的颜料或填料。在其它实例中,以该纤维的总重量为基础,该纤维和纤维制品可以含有低于 9wt%,低于 5wt%,低于 3wt%,低于 1wt%,和 0wt% 的颜料或填料。着色剂(有时称为调色剂(toner))可以被添加,为磺基聚酯赋予所需中性色调(neutral hue)和 / 或明亮度。当有色纤维是所希望的时,颜料或着色剂可以在二醇单体和二羧酸单体的反应过程中包括在该磺基聚酯反应混合物中、或它们与预先形成的磺基聚酯进行熔融共混。包括着色剂的优选方法是使用具有含反应活性基团的热稳定性有机着色化合物的着色剂,使得该着色剂被共聚合和引入到该磺基聚酯中以改进它的色调。例如,着色剂如具有反应性羟基和 / 或

羧基的染料，其中包括但不限于，蓝色和红色的取代蒽醌，可以共聚合到聚合物链中。当染料用作着色剂时，它们可以在酯交换或直接酯化反应之后被添加到共聚酯反应过程中。

[0167] 对于本发明的目的，术语“纤维”指能够形成为二维或三维制品如机织物或非织造的高长宽比率的聚合物体。在本发明的背景中，该术语“纤维（单数）”与“纤维（复数）”同义，并且是指一根或多根纤维。本发明的纤维可以是单组分纤维，双组分或多组分纤维。在这里使用的术语“单组分纤维”是指通过将单种磺基聚酯、一种或多种磺基聚酯的共混物、或一种或多种磺基聚酯与一种或多种其它聚合物的共混物熔融纺丝所制备的纤维，并且包括短纤维，长丝纤维和复丝纤维。“单组分 (unicomponent)”与术语“单组分 (monocomponent)”同义且包括“双成分 (biconstituent)”或“多成分 (multiconstituent)”纤维，并且指从作为共混物从同一台挤出机挤出的至少两种聚合物所形成的纤维。单组分或双成分纤维不具有在纤维的整个横截面积中的相对固定位置的不同区段中排列的各种聚合物组分，以及该各种聚合物沿着纤维的整个长度通常不是连续的，而是通常形成随意起始和终止的原纤维或原纤丝 (protofibrils)。因此，该术语“单组分”不希望排除从聚合物或一种或多种聚合物的共混物形成的纤维，为了着色、抗静电性能、润滑、亲水性等目的可以在聚合物或聚合物共混物中添加少量的添加剂。

[0168] 相反，在这里使用的术语“多组分纤维”是指，通过在单独的各挤出机中熔化两种或多种的纤维形成用聚合物，将所得多个聚合物流股引入到具有许多个分配流路的一个喷丝板中但被一起纺丝以形成一根纤维所制备的纤维。多组分纤维也有时称为共轭或双组分纤维。这些聚合物在共轭纤维的整个横截面中的基本上固定位置的不同节段或区段中排列，并且沿着共轭纤维的长度连续地延伸。该多组分纤维的构型可以是，例如皮 / 芯型排列，其中一种聚合物被另一种包围，或可以是并列型排列，桔瓣 (pie) 型排列或“海 - 岛”型排列。例如，多组分纤维可以通过将磺基聚酯和一种或多种水不可分散的聚合物单独经由具有异形或工程设计的横向几何结构（例如“海 - 岛”构型或桔瓣构型）的喷丝板挤出来制备。多组分纤维典型地是具有异形或圆形横截面的短纤维，长丝纤维或复丝纤维。大部分的纤维形式是热定形 (heatset) 的。该纤维可以包括这里所述的各种抗氧化剂，颜料和添加剂。

[0169] 长丝纤维一般具有约 15- 约 8000 旦尼尔数 / 长丝（下面缩写为“d/f”）的尺寸。本发明的新型纤维典型地具有在约 40 至约 5000 之间的 d/f 值。长丝可以是单组分或多组分纤维的形式。本发明的复丝纤维优选具有对于熔喷网幅而言的约 1.5 微米的尺寸，对于短纤维而言约 0.5- 约 50d/f 的尺寸，和对于长丝纤维而言至多约 5000d/f 的尺寸。复丝纤维也可用作卷曲的 (crimped) 或未卷曲的纱和丝束。用于熔喷网幅和熔纺织物中的纤维可以按照微旦尼尔尺寸来生产。在这里使用的术语“微旦尼尔”是指 1d/f 或更低的 d/f 值。例如，本发明的微旦尼尔纤维典型地具有 1 或更低，0.5 或更低，或 0.1 或更低的 d/f 值。纳米纤维也能够通过静电纺丝 (electrostatic spinning) 来生产。

[0170] 如以上所述，磺基聚酯对于具有异形横截面的双组分和多组分纤维的制备也是有利的。我们发现，具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的磺基聚酯或磺基聚酯的共混物特别可用于多组分纤维，以防止在纺丝和卷取过程中纤维的粘连和熔合。因此，本发明提供具有异形横截面的多组分纤维，它包括：

[0171] (A) 具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的水可分散的磺基聚酯，该磺基聚酯包

括：

- [0172] (i) 一种或多种二羧酸的残基；  
[0173] (ii) 基于总重复单元约 4- 约 40mol% 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；  
[0174] (iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总二醇残基至少 25mol% 是具有下面结构的聚（乙二醇）：



[0176] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和

[0177] (iv) 基于总重复单元 0- 约 25mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中官能团是羟基、羧基或它们的结合；和

[0178] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物的多个节段，其中该节段基本上被介入在节段之间的磺基聚酯彼此分隔开；

[0179] 其中该纤维具有“海 - 岛”或桔瓣横截面，并且含有以纤维的总重量为基础低于 10wt% 的颜料或填料。

[0180] 二羧酸，二醇，磺基聚酯，磺基化单体和文化单体残基与前面对于本发明的其它实施方案所述的相同。对于多组分纤维，理想的是该磺基聚酯具有至少 57°C 的 Tg。由我们的多组分纤维的磺基聚酯或磺基聚酯共混物所显示出的玻璃化转变温度的其它例子是至少 60°C，至少 65°C，至少 70°C，至少 75°C，至少 80°C，至少 85°C，和至少 90°C。此外，为了获得具有至少 57°C 的 Tg 的磺基聚酯，一种或多种磺基聚酯的共混物能够以不同比例使用以获得具有所需 Tg 的磺基聚酯共混物。磺基聚酯共混物的 Tg 可以通过使用磺基聚酯组分的 Tg 的重均值来计算。例如，具有 48°C 的 Tg 的磺基聚酯按照与具有 65°C 的 Tg 的另一种磺基聚酯按照 25 : 75wt : wt 比率掺混，得到具有大约 61°C 的 Tg 的磺基聚酯共混物。

[0181] 在本发明的另一个实施方案中，多组分纤维的水可分散的磺基聚酯组分可具有允许至少一种的下列情况出现的一些性能：

[0182] (A) 该多组分纤维纺丝到所希望的低旦尼尔数，

[0183] (B) 在这些多组分纤维中的磺基聚酯在从纤维形成的网幅的水刺过程中对于去除是抵抗的，但是在水刺之后在升高的温度下可有效地除去，和

[0184] (C) 该多组分纤维是加热可定形的，以得到稳定的、强韧 (strong) 的织物。在使用具有一定的熔体粘度和一定水平的磺基化单体残基的磺基聚酯实现这些目的时获得了令人惊讶的和出乎意外的结果。

[0185] 因此，在本发明的这些实施方案中，提供具有异形横截面的多组分纤维，它包括：

[0186] (A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

[0187] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个区域，其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开，

[0188] 其中该纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数；

[0189] 其中水可分散的磺基聚酯显示出在 240°C 下和在 1 拉德 / 秒的应变速率下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度，和

[0190] 其中，以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础，该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至

少一种磺基化单体的残基。

[0191] 用于这些多组分纤维中的磺基聚酯具有一般低于约 12,000 泊的熔体粘度。优选，根据在 240°C 和 1 拉德 / 秒剪切速率下所测量，磺基聚酯的熔体粘度是低于 10,000 泊，更优选低于 6,000，和最优选低于 4,000 泊。在另一个方面，该磺基聚酯显示出在 240°C 和 1 拉德 / 秒剪切速率下所测量的在约 1000–12000 泊之间，更优选在 2000–6000 泊之间，和最优选在 2500–4000 泊之间的熔体粘度。在测定该粘度之前，样品在 60°C 下在真空烘箱中干燥 2 天。通过使用 25mm 直径平行板几何结构，在 1mm 缝隙设定值下，在流变仪上测量熔体粘度。在 1–400 拉德 / 秒和 10% 应变振幅的应变速率范围内进行动态频率扫描。然后在 240°C 和 1 拉德 / 秒的应变速率下测量粘度。

[0192] 在根据本发明的这一方面所使用的磺基聚酯聚合物中，作为在磺基聚酯中的总二酸或二醇残基的百分数报道，该磺基化单体残基的量一般是低于约 25mol%，和优选低于 20mol%。更优选，该水平是在约 4–约 20mol% 之间，甚至更优选在约 5–约 12mol% 之间，和最优选在约 7–约 10mol% 之间。本发明所使用的磺基化单体具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团，其中官能团是羟基、羧基或它们的结合物。磺酸钠间苯二酸单体是特别优选的。

[0193] 除前面所述的磺基化单体之外，磺基聚酯优选包括一种或多种二羧酸的残基，一种或多种二醇残基，其中至少 25mol%（以总二醇残基为基础）是具有以下结构的聚（乙二醇）：



[0195] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和以总重复单元为基础 0–约 20mol% 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合物。

[0196] 在特别优选的实施方案中，该磺基聚酯包括约 80–96mol% 二羧酸残基，约 4–约 20mol% 磺基化单体残基，和 100mol% 二醇残基（有 200% 的总 mol%，即，100mol% 二酸和 100mol% 二醇）。更具体地说，该磺基聚酯的二羧酸部分包括约 60–80mol% 对苯二甲酸，约 0–30mol% 间苯二酸，和约 4–20mol% 5–磺酸钠间苯二甲酸（5-SSIPA）。二醇部分包括约 0–50mol% 二甘醇和约 50–100mol% 乙二醇。根据本发明的这一实施方案的示例性配方随后进行阐述。

		粗略估计 mol% (基于二醇或 二酸残基的总摩尔数)
[0197]	对苯二甲酸	71
	间苯二甲酸	20
	5-SSIPA	9
	二甘醇	35
	乙二醇	65

[0198] 多组分纤维的水不可分散的组分可包括这里所述的那些水不可分散的聚合物中

的任何一种。纤维的纺丝也可根据这里所述的任何方法来进行。然而，根据本发明的这一方面的多组分纤维的改进流变性质用于增进的拉伸速度。当该磺基聚酯和水不可分散的聚合物被挤出以生产多组分挤出物时，该多组分挤出物能够通过使用这里所述的方法中的任何一种，在至少约 2000m/min, 更优选至少约 3000m/min, 甚至更优选至少约 4000m/min, 和最优选至少约 4500m/min 的速度下进行熔体拉伸以生产多组分纤维。虽然不希望受理论束缚，在这些速度下多组分挤出物的熔体拉伸会导致在多组分纤维的水不可分散组分中的至少一些取向的结晶度。该取向结晶度能够提高在后续加工过程中从多组分纤维制造的非织造材料的尺寸稳定性。

[0199] 多组分挤出物的另一个优点是，它能够熔体拉伸成具有低于 6 旦尼尔 / 每根长丝的初纺旦尼尔数的多组分纤维。多组分纤维尺寸的其它范围包括低于 4 旦尼尔数 / 长丝和低于 2.5 旦尼尔 / 长丝的初纺旦尼尔数。

[0200] 因此，在本发明的另一个实施方案中，具有异形横截面的多组分挤出物包括：

[0201] (A) 至少一种水可分散的磺基聚酯；和

[0202] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个区域，其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开，

[0203] 其中该挤出物能够在至少约 2000m/min 的速度下进行熔体拉伸。

[0204] 该多组分纤维包括由与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物的多个节段或区域，其中该节段或区域基本上被介入在节段或区域之间的磺基聚酯彼此分隔开。在这里使用的术语“基本上分离开”是指，该节段或区域彼此分隔开，在该磺基聚酯除去之后让该节段或区域形成单根纤维。例如，这些节段或区域可以在例如桔瓣构型中彼此接触，但是通过冲击或当除去磺基聚酯时能够被分隔开。

[0205] 在本发明的多组分纤维中该磺基聚酯与水不可分散的聚合物组分的重量比一般是在约 60 : 40 至约 2 : 98 或之间，在另一个实例中，在约 50 : 50 至约 5 : 95 之间。典型地，该磺基聚酯占多组分纤维总重量的 50wt % 或更低。

[0206] 多组分纤维的节段或区域可以包括一种或多种水不可分散的聚合物。用于多组分纤维的节段中的水不可分散的聚合物的例子包括，但不限于，聚烯烃，聚酯，聚酰胺，聚交酯，聚己酸内酯，聚碳酸酯，聚氨酯，纤维素酯，和聚氯乙烯。例如，水不可分散的聚合物可以是聚酯，如聚对苯二甲酸乙二醇酯，聚对苯二甲酸丁二醇酯，聚环己烷二羧酸环己二醇酯，聚对苯二甲酸环己二醇酯，聚对苯二甲酸丙二醇酯，等等。在另一个实施例，水不可分散的聚合物能够是由 DIN Standard 54900 测定的生物可崩解的和 / 或由 ASTM 标准方法，D6340-98 测定的可生物降解的。可生物降解的聚酯和聚酯共混物的例子已公开在美国专利 No5, 599, 858 ;5, 580, 911 ;5, 446, 079 ; 和 5, 559, 171 中。这里对于本发明的水不可分散的聚合物所使用的术语“生物可降解的”被理解为指，聚合物在环境影响下，例如在堆肥处理环境中，在合适的和可证明的时间跨度中降解，例如按照 ASTM Standard Method, D6340-98, 标题为“Standard Test Methods for Determining Aerobic Biodegradation of Radiolabeled Plastic Materials in an Aqueous or Compost Environment”所定义。本发明的水不可分散的聚合物也可以是“生物可崩解的”，意指聚合物在堆肥处理环境中容易断链，正如例如 DIN Standard 54900 所定义。例如，可生物降解的聚合物最初在环境中利用热，水，空气，微生物和其它因素的作用在分子量上降低。分子量的降低导致物理性能

(韧性)的损失和常常导致纤维断裂。一旦尼尔聚合物的分子量是足够的低,单体和低聚物然后被微生物消化。在含氧环境中,这些单体或低聚物最终氧化成 CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, 和新的细胞生物质。在缺氧环境中,单体或低聚物最终转化成 CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, 乙酸酯, 甲烷, 和细胞生物质。

[0207] 例如,水不可分散的聚合物可以是脂肪族 - 芳族聚酯,在这里缩写为“AAPE”。在这里使用的术语“脂肪族 - 芳族聚酯”是指,包括从脂肪族或脂环族二羧酸或二醇和芳族二羧酸或二醇形成的残基的混合物的聚酯。在这里对于本发明的二羧酸和二醇单体所使用的术语“非芳族”是指该单体的羧基或羟基没有经由芳香核连接。例如,己二酸在它的骨架即连接羧酸基团的碳原子链中不含芳族核,因此是“非芳族的”。相反,术语“芳族”是指在骨架中含有芳族核的二羧酸或二醇,例如对苯二甲酸或 2,6- 萘二甲酸。“非芳族”因此希望同时包括脂肪族和脂环族结构,例如二醇和二羧酸,其含有组成碳原子的直链或支链或环状排列作为骨架,该骨架可以是饱和的或链烷烃性质的;不饱和的,即含有非芳族碳 - 碳双键,或炔属的,即含有碳 - 碳叁键。因此,在说明书和本发明权利要求的范围内,非芳族希望包括线性和支化的链结构(这里称作“脂肪族”)和环状结构(这里称为“脂环族”或“环脂族”)。然而,术语“非芳族”不希望排除连接于脂肪族或脂环族二醇或二羧酸的骨架上的任何芳族取代基。在本发明中,双官能的羧酸典型是脂族二羧酸例如己二酸,或芳族二羧酸例如对苯二甲酸。双官能的羟基化合物可以是脂环族二醇,例如 1,4- 环己烷二甲醇,线性或支化的脂肪族二醇,例如 1,4- 丁二醇,或芳族二醇例如氢醌。

[0208] AAPE 可以是包括二醇残基的线性或支化的无规共聚酯和 / 或扩链的共聚酯,该二醇残基包括选自含有 2- 约 8 个碳原子的脂肪族二醇、含有 2-8 个碳原子的聚亚烷基醚二醇、和含有约 4- 约 12 个碳原子的脂环族二醇中的一种或多种取代或未被取代的线性或支化二醇的残基。取代的二醇典型地包括 1- 约 4 个独立地选自卤素、C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> 芳基和 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 烷氧基中的取代基。可以使用的二醇的例子包括,但不限于,乙二醇,二甘醇,丙二醇,1,3- 丙二醇,2,2- 二甲基-1,3- 丙二醇,1,3- 丁二醇,1,4- 丁二醇,1,5- 戊二醇,1,6- 己二醇,聚乙二醇,二甘醇,2,2,4- 三甲基-1,6- 己二醇,硫代乙二醇,1,3- 环己烷二甲醇,1,4- 环己烷二甲醇,2,2,4,4- 四甲基-1,3- 环丁烷二醇,三甘醇,和四甘醇,其中优选的二醇包括选自 1,4- 丁二醇;1,3- 丙二醇;乙二醇;1,6- 己二醇;二甘醇;或 1,4- 环己烷二甲醇中的一种或多种二醇。该 AAPE 也包括二酸残基,后者含有约 35- 约 99mol% (基于二酸残基的总摩尔数) 的一种或多种取代或未被取代的线性或支化的非芳族二羧酸的残基,该非芳族二羧酸选自含有 2- 约 12 个碳原子的脂族二羧酸和含有约 5- 约 10 个碳原子的脂环族酸。取代的非芳族二羧酸典型地含有 1- 约 4 个选自卤素, C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> 芳基和 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 烷氧基中的取代基。非芳族二酸的非限制性例子包括丙二酸,丁二酸,戊二酸,己二酸,庚二酸,壬二酸,癸二酸,富马酸,2,2- 二甲基戊二酸,辛二酸,1,3- 环戊烷二羧酸,1,4- 环己烷二羧酸,1,3- 环己烷二羧酸,二羟乙酸,衣康酸,马来酸,和 2,5- 降冰片烷二羧酸。除非芳族二羧酸之外,该 AAPE 包括约 1- 约 65mol% (基于二酸残基的总摩尔) 的含有 6- 约 10 个碳原子的一种或多种取代或未被取代的芳族二羧酸的残基。当使用取代的芳族二羧酸时,它们典型地含有 1- 约 4 个选自卤素, C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> 芳基和 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 烷氧基中的取代基。可以用于本发明的 AAPE 中的芳族二羧酸的非限制性例子是对苯二甲酸,间苯二甲酸,5- 碘基间苯二甲酸的盐,和 2,6- 萘二甲酸。更优选,该非芳族二羧酸包括己二酸,该芳族二羧酸包括对苯二甲酸,和二醇包括 1,4- 丁二醇。

[0209] 本发明的 AAPE 的其它可能组成是按照下列摩尔百分数的下列二醇和二羧酸(或

它的聚酯形成用等同物如二酯) 制备的那些,以 100mol% 的二酸组分和 100mol% 的二醇组分为基础:

[0210] (1) 戊二酸(约 30- 约 75%) ;对苯二甲酸(约 25- 约 70%) ;1,4- 丁二醇(约 90-100%) ;和改性用二醇(0- 约 10%) ;

[0211] (2) 丁二酸(约 30- 约 95%) ;对苯二甲酸(约 5- 约 70%) ;1,4- 丁二醇(约 90-100%) ;和改性用二醇(0- 约 10%) ;和

[0212] (3) 己二酸(约 30- 约 75%) ;对苯二甲酸(约 25- 约 70%) ;1,4- 丁二醇(约 90-100%) ;和改性用二醇(0- 约 10%) 。

[0213] 该改性用二醇优选地选自 1,4- 环己烷二甲醇,三甘醇,聚乙二醇和新戊二醇。最优选的 AAPE 是包括约 50- 约 60mol% 己二酸残基,约 40- 约 50mol% 对苯二甲酸残基,和至少 95mol% 1,4- 丁二醇残基的线性、支化或扩链的共聚酯。甚至更优选,己二酸残基包括约 55- 约 60mol%,对苯二甲酸残基包括约 40- 约 45mol%,和二醇残基包括约 95mol% 的 1,4- 丁二醇残基。该组合物是以商标 EASTAR BI0 **®** 共聚酯从 Eastman Chemical Company, Kingsport, TN 和以商标 ECOFLEX **®** 从 BASF Corporation 商购的。

[0214] 优选的 AAPE 的另外特定例子包括:聚(戊二酸-co- 对苯二甲酸丁二醇酯)(poly(tetramethylene glutarate-co-terephthalate)),它含有(a)50mol% 戊二酸残基,50mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基,(b)60mol% 戊二酸残基,40mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基或(c)40mol% 戊二酸残基,60mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基;聚(丁二酸-co- 对苯二甲酸丁二醇酯),它含有(a)85mol% 丁二酸残基,15mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基或(b)70mol% 丁二酸残基,30mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基;聚(丁二酸-co- 对苯二甲酸乙二醇酯),它含有 70mol% 丁二酸残基,30mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 乙二醇残基;和聚(己二酸-co- 对苯二甲酸丁二醇酯),它含有(a)85mol% 己二酸残基,15mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基;或(b)55mol% 己二酸残基,45mol% 对苯二甲酸残基,和 100mol% 1,4- 丁二醇残基。

[0215] AAPE 优选包括约 10- 约 1,000 个重复单元和优选约 15- 约 600 个重复单元。该 AAPE 可具有约 0.4- 约 2.0dL/g,或更优选约 0.7- 约 1.6dL/g 的特性粘度,该粘度是通过使用 0.5 克共聚酯在 100ml 的苯酚 / 四氯乙烷的 60/40 重量比的溶液中的浓度、在 25°C 的温度下测量的。

[0216] 该 AAPE 任选地可以含有支化剂的残基。以二酸或二醇残基的总摩尔数为基础(取决于支化剂是否含有羧基或羟基),支化剂的摩尔百分数范围是约 0- 约 2mol%,优选约 0.1- 约 1mol% 和最优选约 0.1- 约 0.5mol% 。支化剂优选具有约 50- 约 5000,更优选约 92- 约 3000 的重均分子量,和约 3- 约 6 的官能度。支化剂例如可以是具有 3-6 个羟基的多元醇、具有 3 或 4 个羧基(或酯形成用等同物基团)的多羧酸或具有总共 3-6 个羟基和羧基的羟基酸的酯化残基。另外,该 AAPE 可以通过在反应性挤出过程中过氧化物的添加而支化。

[0217] 水不可分散的聚合物的各节段可以在细度上彼此不同,并且能够按照所属技术领域的专业人员已知的任何的异形的(shaped)或工程设计的横截面几何结构来排列。例如,水不可分散的聚合物的磺基聚酯可用于制备具有工程设计的几何结构的双组分纤维,例

如，并列型，“海 - 岛”型，桔瓣型，其它可分裂的形式 (splittables)，皮 / 芯型，或所属技术领域的专业人员已知的其它构型。其它多组分构型也是可能的。侧部 (side)，“海”，或“桔瓣 (pie)”的一部分的除去能够导致形成非常细的纤维。制备双组分纤维的方法也是所属技术领域的专业人员公知的。在双组分纤维中，本发明的磺基聚酯纤维能够以约 10- 约 90wt % 的量存在和一般用于皮 / 芯纤维的皮部分中。典型地，当使用水不溶性或水不可分散的聚合物时，所得到的双组分或多组分纤维不是完全水可分散性的。在热收缩上有重大差别的并列型结合能够用于螺旋形卷曲的产生。如果卷曲是所希望的，锯齿形卷曲或填塞箱法卷曲 (stuffer box crimp) 一般适合于许多应用。如果第二种聚合物组分是在皮 / 芯构型的芯中，该芯任选地可以是稳定化的。

[0218] 与有时为了从多组分纤维中除去其它水可分散的聚合物所需要的含苛性碱的溶液相比较，该磺基聚酯特别可用于具有“海 - 岛”型或“桔瓣”型横截面的纤维，因为它们仅仅需要中性或稍微酸性（即，“软”水）就分散。在本公开物中使用的术语“软水”是指具有至多 5 个  $\text{CaCO}_3$  微粒 (grains) / 加仑的水 (1 个  $\text{CaCO}_3$  微粒 / 每加仑等于 17.1 ppm)。本发明的另一个方面是多组分纤维，包括：

[0219] (A) 具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 ( $T_g$ ) 的水可分散的磺基聚酯，该磺基聚酯包括：

[0220] (i) 以总酸残基为基础，约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基；

[0221] (ii) 以总酸残基为基础约 4- 约 30mol% 的磺酸钠间苯二甲酸的残基；

[0222] (iii) 一种或多种二醇残基，其中至少 25mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚 (乙二醇)：



[0224] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；

[0225] (iv) 0- 约 20mol% (基于总重复单元) 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中官能团是羟基，羧基或它们的结合；和

[0226] (B) 包括与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物的多个节段，其中该节段基本上彼此被介入在该节段之间的磺基聚酯分开；

[0227] 其中该纤维具有“海 - 岛”型或桔瓣型横截面，并且，以纤维的总重量为基础，含有低于 10wt % 的颜料或填料。

[0228] 该二羧酸，二醇，磺基聚酯，磺基化单体，文化单体残基，和水不可分散的聚合物与前面所述的相同。对于多组分纤维，有利的是磺基聚酯具有至少 57°C 的  $T_g$ 。该磺基聚酯可以是单种磺基聚酯或一种或多种磺基聚酯聚合物的共混物。由磺基聚酯或磺基聚酯共混物所显示的玻璃化转变温度的其它例子是至少 65°C，至少 70°C，至少 75°C，至少 85°C，和至少 90°C。例如，该磺基聚酯可以包括约 75- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基和约 25- 约 95mol% 的二甘醇的残基。如以上所述，水不可分散的聚合物的例子是聚烯烃，聚酯，聚酰胺，聚交酯，聚己酸内酯，聚碳酸酯，聚氨酯，纤维素酯，和聚氯乙烯。另外，水不可分散的聚合物可以是可生物降解的或可生物崩解的。例如，水不可分散的聚合物可以是前面所述的脂肪族 - 芳族聚酯。

[0229] 我们的新型多组分纤维可以通过所属技术领域的专业人员已知的许多方法来制

备。本发明因此提供了具有异形横截面的多组分纤维的制备方法,该方法包括:将具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水可分散的磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的的一种或多种水不可分散的聚合物纺丝成纤维,该磺基聚酯包括:

[0230] (i) 一种或多种二羧酸的残基;

[0231] (ii) 约4-约40mol% (基于总重复单元) 的具有2个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基,其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0232] (iii) 一种或多种二醇残基,其中至少25mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚(乙二醇):

[0233]  $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$

[0234] 其中n是在2至约500之间的整数;和

[0235] (iv) 0-约25mol% (基于总重复单元) 的具有3个或更多个官能团的支化单体的残基,其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0236] 其中该纤维具有包括水不可分散的聚合物的多个节段,和该节段基本上被介入在这些节段之间的磺基聚酯彼此分离开,以及,以纤维的总重量为基础,该纤维含有低于10wt%的颜料或填料。例如,多组分纤维可以通过将磺基聚酯和一种或多种水不可分散的聚合物在单独的挤出机中熔化,并将各自聚合物流引入到具有多个分配流路的一个喷丝板或挤出模头中,使得水不可分散的聚合物组分形成基本上被介入的磺基聚酯彼此分隔开的小的节段或薄的股线而最终制备。此类纤维的横截面可以是,例如,桔瓣型排列或“海-岛”型排列。在另一个实例中,该磺基聚酯和一种或多种水不可分散的聚合物单独加入到喷丝板细孔中和然后以皮芯形式挤出,其中该水不可分散的聚合物形成基本上被该磺基聚酯“皮”聚合物包围的芯。对于这些同中心纤维而言,提供“芯”聚合物的孔是在纺丝孔出口的中心,并且芯聚合物流体的流动条件严格地控制以便维持在纺丝时两种组分的同心。在喷丝板细孔中的改进允许在纤维截面内获得不同形状的芯和/或皮。在又一个实例中,具有并列式横截面或构型的多组分纤维可通过以下方式来制备:(1) 将水可分散的磺基聚酯和水不可分散的聚合物单独经由孔挤出和将基本上相同速度的单独聚合物流股汇合,以便以并列方式汇合成在喷丝板的表面以下的合并流股;或(2) 将两个聚合物流股单独经由孔进料,两者在喷丝板的表面上在基本上相同的速度下汇合以便以并列型方式汇合成在该喷丝板的表面上的合并流股。在两种情况下,各聚合物流股在汇合点处的速度是通过它的计量泵速度、孔的数量、和孔的尺寸来确定的。

[0237] 该二羧酸,二醇,磺基聚酯,磺基化单体,支化单体残基,和水不可分散的聚合物与前面所述的相同。该磺基聚酯具有至少57°C的玻璃化转变温度。由磺基聚酯或磺基聚酯共混物所显示的玻璃化转变温度的其它例子是至少65°C,至少70°C,至少75°C,至少85°C,和至少90°C。在一个实例中,磺基聚酯可以包括基于总酸残基约50-约96mol%的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;和约4-约30mol% (基于总酸残基) 的磺酸钠间苯二甲酸的残基;和0-约20mol% (以总重复单元为基础) 的具有3个或更多个官能团的支化单体的残基,其中官能团是羟基、羧基或它们的结合物。在另一个实例中,该磺基聚酯可以包括约75-约96mol%的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基和约25-约95mol%的二甘醇的残基。如以上所述,水不可分散的聚合物的例子是聚烯烃,聚酯,聚酰胺,聚交酯,聚

己酸内酯，聚碳酸酯，聚氨酯，和聚氯乙烯。另外，水不可分散的聚合物可以是可生物降解的或可生物离解的。例如，水不可分散的聚合物可以是前面所述的脂肪族 - 芳族聚酯。异形横截面的例子包括，但不限于，海岛型，并列型，皮 - 芯型，或桔瓣型构型。

[0238] 在本发明的另一个实施方案中，提供制造具有异形横截面的多组分纤维的方法，该方法包括：将至少一种水可分散的磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物纺丝以生产多组分纤维，其中该多组分纤维具有包括水不可分散的聚合物的多个区域和这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；其中该水可分散的磺基聚酯具有在240°C下和在1拉德 / 秒的应变速率下测量的低于约12,000泊的熔体粘度，和其中该磺基聚酯包括低于约25mol%（基于二酸或二醇残基的总摩尔数）的至少一种磺基化单体的残基；和其中该多组分纤维具有低于约6旦尼尔 / 长丝的初纺旦尼尔数。

[0239] 用于这些多组分纤维中的磺基聚酯以及水不可分散的聚合物已经在本公开物中前面进行了讨论。

[0240] 在本发明的另一个实施方案中，提供制造具有异形横截面的多组分纤维的方法，该方法包括：

[0241] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物挤出以生产多组分挤出物，其中该多组分挤出物具有多个的包括水不可分散聚合物的区域，并且这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；和

[0242] (B) 在至少约2000m/min的速度下将多组分挤出物进行熔体拉伸以生产多组分纤维。

[0243] 也是本发明的这一实施方案的特征是，该方法包括在至少约2000m/min，更优选至少约3000m/min，和最优选至少4500m/min的速度下熔体拉伸多组分挤出物的步骤。

[0244] 典型地，在离开该喷丝板之后，该纤维用空气的交叉气流骤冷，据此纤维固化。在这一阶段中各种整理剂和施胶剂可以施涂于纤维上。冷却了的纤维典型地随后被拉伸并缠绕在卷取轴上。其它添加剂能够以有效量引入到整理剂中，如乳化剂，抗静电剂，抗微生物剂，防沫剂，润滑剂，热稳定剂，紫外线稳定剂等等。

[0245] 任选地，拉伸纤维可以是变形的(textured)并缠绕，以形成体积大的连续长丝。该单步骤技术在现有技术中已知为纺丝 - 拉伸 - 变形。其它实施方案包括扁平长丝(非变形)纱，或短切纤维，它们是卷曲的或非卷曲的。

[0246] 该磺基聚酯可以随后通过溶解界面层或桔瓣节段和留下水不可分散的聚合物的较小长丝或微旦尼尔纤维而被除去。本发明因此提供微旦尼尔纤维的制备方法，该方法包括：

[0247] (A) 将具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水可分散的磺基聚酯和与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物纺丝成多组分纤维，该磺基聚酯包括：

[0248] (i) 约50-约96mol%的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基，以总酸残基为基础；

[0249] (ii) 以总酸残基为基础，约4-约30mol%的磺酸钠间苯二甲酸的残基；

[0250] (iii) 一种或多种二醇残基，其中至少25mol%（基于总二醇残基）是具有下面结构的聚(乙二醇)：

[0251] 
$$\text{H}-\left(\text{OCH}_2-\text{CH}_2\right)_n-\text{OH}$$

[0252] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数 ; 和

[0253] (iv) 0- 约 20mol% (以总重复单元为基础) 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基, 其中官能团是羟基、羧基或它们的结合 ;

[0254] 其中该纤维具有包括水不可分散性聚合物的多个节段, 其中该节段基本上彼此被介入在节段之间的该磺基聚酯分隔开, 并且, 以纤维的总重量为基础, 该纤维含有低于 10wt% 的颜料或填料 ; 和

[0255] (B) 让该多组分纤维与水接触以除去该磺基聚酯, 因此形成微旦尼尔纤维。

[0256] 典型地, 该多组分纤维与水在约 25°C - 约 100°C, 优选约 50°C - 约 80°C 的温度下接触约 10- 约 600 秒的时间, 由此该磺基聚酯消散或溶解。在该磺基聚酯的除去后, 剩余的水不可分散的聚合物微纤维典型地将具有 1d/f 或更低, 典型地, 0.5d/f 或更低, 或典型地, 0.1d/f 或更低的平均细度。这些剩余的水不可分散的聚合物微纤维的典型应用包括非织造织物, 例如人造革, 绒面革, 抹布, 和过滤介质。从这些这些微纤维生产的过滤介质能够用于过滤空气或液体。过滤介质适用的液体包括, 但不限于, 水, 体液, 溶剂, 和烃类。磺基聚酯的离子性能也导致在盐水介质如体液中理想的弱“溶解度”。此类性能是在可冲洗或其它可丢弃在生活污水系统 (sanitary sewage system) 中的个人护理产品和清洁用抹布中所希望拥有的。所选择的磺基聚酯也已经作为分散剂用于染料浴中和用于在洗涤周期中的污垢再沉积预防性试剂 (soil redeposition preventative agents) 中。

[0257] 在本发明的另一个实施方案中, 提供制造微旦尼尔纤维的方法, 该方法包括将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该水可分散的磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物纺丝成多组分纤维, 其中该多组分纤维具有多个的包括水不可分散的聚合物的区域, 其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开 ; 其中该纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 长丝的初纺旦尼尔值 ; 其中水可分散的磺基聚酯具有在 240°C 和 1 拉德 / 秒的应变速率下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度, 和其中该磺基聚酯包括低于约 25mol% (基于二酸或二醇残基的总摩尔数) 的至少一种磺基化单体的残基 ; 然后让多组分纤维与水接触以除去该水可分散的磺基聚酯, 因此形成微旦尼尔纤维。

[0258] 在本发明的另一个实施方案中, 提供制造微旦尼尔纤维的方法, 该方法包括 :

[0259] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该水可分散的磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物挤出以生产多组分挤出物, 其中该多组分挤出物具有多个的包括水不可分散的聚合物的区域, 其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开 ;

[0260] (B) 将多组分挤出物在至少约 2000m/min 的速度下进行熔体拉伸, 形成多组分纤维 ; 和

[0261] (C) 让该多组分纤维与水接触以除去该水可分散的磺基聚酯, 因此形成微旦尼尔纤维。

[0262] 优选的是多组分挤出物在至少约 2000m/min, 更优选至少约 3000m/min, 和最优选至少 4500m/min 的速度下的熔体拉伸。

[0263] 适合于本发明使用的此类磺基化单体和磺基聚酯是如以上所述。

[0264] 因为根据本发明的这一方面所使用的优选的磺基聚酯一般在后续水刺过程中对于去除是抵抗的, 优选的是用于从该多组分纤维中除去该磺基聚酯的水是高于室温, 更优

选该水是至少约 45°C,甚至更优选至少约 60°C,和最优选至少约 80°C。

[0265] 在本发明的另一个实施方案中,提供生产水不可分散的聚合物微纤维的另一种方法。该方法包括:

[0266] a) 将多组分纤维切成短切多组分纤维;

[0267] b) 让含纤维的原料与水接触以产生纤维混合淤浆;其中含纤维的原料包括短切多组分纤维;

[0268] c) 加热该纤维混合淤浆,以产生加热的纤维混合淤浆;

[0269] d) 任选地,在剪切区段中混合该纤维混合淤浆;

[0270] e) 从该多组分纤维中除去至少一部分的磺基聚酯,以产生包括磺基聚酯分散体和水不可分散性聚合物微纤维的淤浆混合物;和

[0271] f) 从该淤浆混合物中分离出水不可分散性聚合物微纤维。

[0272] 该多组分纤维能够被切成可用于生产非织造制品的任何长度。在本发明的一个实施方案中,该多组分纤维被切成约 1mm 到约 50mm 的长度。在本发明的另一个方面,该多组分纤维能够被切成不同长度的混合物。

[0273] 含纤维的原料能够包括任何其它类型的纤维,后者可用于非织造制品的生产中。在一个实施方案中,含纤维的原料进一步包括选自纤维素纤维浆料,玻璃纤维,聚酯纤维,尼龙纤维,聚烯烃纤维,人造丝纤维和纤维素酯纤维中的至少一种纤维。

[0274] 含纤维的原料与水混合以产生纤维混合淤浆。优选,为了促进该水可分散性磺基聚酯的除去,所使用的水能够是软水或去离子水。软水已经预先在本公开物中定义。在本发明的一个实施方案中,至少一种水软化剂可用于促进该水可分散性磺基聚酯从该多组分纤维中的除去。现有技术中已知的任何水软化剂都能够使用。在一个实施方案中,该水软化剂是螯合剂或钙离子多价螯合剂。可采用的螯合剂或钙离子多价螯合剂是每分子含有多个羧酸基团的化合物,其中在螯合剂的分子结构中的羧酸基团被 2-6 个原子分开。乙二胺四乙酸四钠 (EDTA) 是最常用螯合剂的例子,每个分子结构含有四个羧酸结构部分,在相邻的羧酸基团之间有 3 个原子的间距。聚丙烯酸钠盐是含有(在羧基之间被 2 个原子分开)羧酸基团的钙多价螯合剂的例子。马来酸或丁二酸的钠盐是最基本 (the most basic) 融合剂化合物的例子。可采用的融合剂的其它例子包括通常在分子结构中有多个羧酸基团存在的化合物,其中这些羧酸基团被所需的距离 (2-6 个原子单元) 分离开,这导致与具有二价或多价阳离子如钙之间的有利的空间相互作用,从而引起融合剂优先结合于二价或多价阳离子上。此类化合物包括,但不限于,二亚乙基三胺五乙酸;二亚乙基三胺-N,N,N',N',N"-五乙酸;喷替酸 (pentetic acid);N,N-双(2-(双-(羧甲基)氨基)乙基)-甘氨酸;二亚乙基三胺五乙酸;[(羧甲基)亚胺基]双(亚乙基次氨基)]-四乙酸;依地酸 (edetic acid);乙二胺四乙酸 (ethylenedinitrilotetraacetic acid);EDTA,游离碱;EDTA 游离酸;乙二胺-N,N,N',N"-四乙酸;乙二胺四乙酸(hampene);乙二胺四乙酸(versene);N,N'-1,2-乙烷二基双-(N-(羧甲基)甘氨酸);乙二胺四乙酸;N,N-双(羧甲基)甘氨酸;次氨基三乙酸 (triglycollamic acid);次氨基三乙酸 (trilone A); $\alpha$ , $\alpha'$ , $\alpha''$ -三甲基胺三羧酸;三(羧甲基)胺;次氨基三乙酸;次氨基三乙酸 (hampshire NTA acid);次氨基-2,2',2"-三乙酸;次氨基三乙酸二钠 (titriplex I);次氨基三乙酸;和它们的混合物。

[0275] 水软化剂的需要量取决于按  $\text{Ca}^{++}$  和其它多价离子计算的所使用的水的硬度。

[0276] 纤维混合淤浆被加热,以产生加热的纤维混合淤浆。温度是足以从该多组分纤维中除去一部分的该磺基聚酯的温度。在本发明的一个实施方案中,该纤维混合淤浆被加热至在约 50°C 到约 100°C 范围的温度。其它温度是约 70°C – 约 100°C, 约 80°C – 约 100°C, 和约 90°C 到约 100°C。

[0277] 任选地,该纤维混合淤浆在剪切区段中进行混合。混合的量是足以从该多组分纤维中分散和除去一部分的该水可分散的磺基聚酯并且分离该水不可分散的聚合物微纤维的量。在本发明的一个实施方案中,除去 90% 的该磺基聚酯。在另一个实施方案中,除去 95% 的磺基聚酯,和在又一个实施方案中,除去 98% 或更多的磺基聚酯。该剪切区段能够包括可以提供为了从该多组分纤维中分散和除去一部分的该水可分散的磺基聚酯并分离该水不可分散的聚合物所需要的剪切作用的任何类型的设备。此类设备的例子包括,但不限于,制浆机 (pulpers) 和匀浆机 (refiners)。

[0278] 在与水接触和加热之后在该多组分纤维中的该水可分散的磺基聚酯与该水不可分散的聚合物纤维分散和分离,以产生包含磺基聚酯分散体和水不可分散的聚合物微纤维的淤浆混合物。该水不可分散的聚合物微纤维然后利用现有技术中已知的任何方式与磺基聚酯分散体分离。例如,该淤浆混合物能够穿过分离设备例如筛网和过滤器。任选地,该水不可分散的聚合物微纤维可以洗涤一次或多次,以除去更多的水可分散性磺基聚酯。

[0279] 水可分散性磺基聚酯的除去能够通过淤浆混合物的物理观察来确定。如果水可分散性磺基聚酯大部分已除去,则用于漂洗该水不可分散的聚合物微纤维的水是透明的。如果该水可分散性磺基聚酯仍然在被除去,则用于漂洗水不可分散的聚合物微纤维的水能够是混浊的 (milky)。此外,如果水可分散性磺基聚酯保留在该水不可分散的聚合物微纤维上,则该微纤维在触摸时是稍微粘性的。

[0280] 该水可分散性磺基聚酯能够通过现有技术中已知的任何方法从磺基聚酯分散体中回收。

[0281] 在本发明的另一个实施方案中,提供包括至少一种水不可分散的聚合物的水不可分散的聚合物微纤维,其中该水不可分散的聚合物微纤维具有低于 5 微米的等效直径和低于 25 毫米的长度。该水不可分散的聚合物微纤维是通过前面描述的用于生产微纤维的方法所生产的。在本发明的另一个方面,该水不可分散的聚合物微纤维具有低于 3 微米的等效直径和低于 25 毫米的长度。在本发明的其它实施方案中,该水不可分散的聚合物微纤维具有低于 5 微米或低于 3 微米的等效直径。在本发明的其它实施方案中,水不可分散的聚合物微纤维能够具有低于 12 毫米;低于 10 毫米,低于 6.5 毫米,和低于 3.5 毫米的长度。在该多组分纤维中的该区域或节段一旦分离,得到水不可分散的聚合物微纤维。

[0282] 本发明还包括包含以上所述的水可分散性纤维、多组分纤维、微旦尼尔纤维或水不可分散的聚合物微纤维的纤维制品。该术语“纤维制品”被理解为指具有纤维或类似纤维的任何制品。纤维制品的非限制性例子包括复丝纤维,纱线,绳索 (cord), 胶带, 织物, 湿法成网网幅, 干法成网网幅, 熔喷网幅, 纺粘网幅, 热粘合网幅, 水刺网幅, 非织造网幅和织物, 和它们的结合; 具有一个或多个纤维层的物品, 例如多层非织造织物, 层压件, 和从此类纤维形成的复合材料, 纱布, 绷带, 尿布, 训练裤, 止血塞 (tampon), 外科长袍和面具, 女性卫生巾; 等等。另外,水不可分散的微旦尼尔纤维能够用于过滤介质中,后者用于空气过滤,液

体过滤，食品制备用的过滤，医用的过滤，和用于造纸过程和纸产品的过滤。此外，该纤维制品可以包括各种个人卫生和清洁产品的替换插件 (replacement inserts)。本发明的纤维制品可以粘结于、层压于、附着于可以是或不是水可分散性的其它材料上或与该其它材料相结合使用。该纤维制品例如非织造织物层可以粘结于挠性塑料膜上或粘结于水不可分散的材料如聚乙烯的背衬上。该组件例如能够用作一次性尿布的一种组分。另外，该纤维制品可以通过将纤维吹到另一种基材上形成工程设计的熔喷，纺粘，膜或膜结构的高度配合 (highly assorted) 的结合物而制得。

[0283] 本发明的纤维制品包括非织造织物和网幅。非织造织物被定义为在没有机织或针织操作的情况下直接从纤维网幅制成的织物。纺织学会 (the Textile Institute) 将非织造织物定义为直接从纤维而不是纱制备的纺织品结构。这些织物通常是从连续长丝制备的或从通过使用各种技术进行粘结而加固 (strengthen) 的纤维网幅或毡 (batts) 制备的，这些技术包括，但不限于，粘合剂粘结，通过用针刺 (needling) 或流体射流缠结所实现的机械互锁 (mechanical interlocking)，热粘结，和缝编加固 (stitch bonding)。例如，本发明的多组分纤维可以通过任何已知的织物形成方法被形成为织物。通过施加足够的力引起多组分纤维分裂、或通过让网幅与水接触以除去磺基聚酯留下剩余微旦尼尔纤维，来将所得织物或网幅转变成微旦尼尔纤维网幅。

[0284] 本发明因此提供了制造微旦尼尔纤维网幅的方法，该方法包括：

[0285] (A) 将具有至少 57°C 的玻璃化转变温度 (Tg) 的水可分散的磺基聚酯和与磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散性聚合物纺丝成多组分纤维，该磺基聚酯包括：

[0286] (i) 约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基，以总酸残基为基础；

[0287] (ii) 以总酸残基为基础，约 4- 约 30mol% 的磺酸钠间苯二甲酸的残基；

[0288] (iii) 一种或多种二醇残基，其中至少 25mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚 (乙二醇)：

[0289]  $\text{H}-\left(\text{OCH}_2-\text{CH}_2\right)_n-\text{OH}$

[0290] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和

[0291] (iv) 0- 约 20mol% (以总重复单元为基础) 的具有 3 个或更多个官能团的支化单体的残基，其中官能团是羟基，羧基或它们的结合；

[0292] 其中多组分纤维具有包括水不可分散的聚合物的多个节段，其中该节段基本上被介入在这些节段之间的磺基聚酯彼此分隔开；以及，以纤维的总重量为基础，该纤维含有低于 10wt% 的颜料或填料；

[0293] (B) 重叠并收集步骤 A 的该多组分纤维以形成非织造网幅；和

[0294] (C) 让非织造网幅与水接触以除去磺基聚酯，因为形成微旦尼尔纤维网幅。

[0295] 在本发明的另一个实施方案中，提供微旦尼尔纤维网幅的制备方法，该方法包括：

[0296] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物纺丝成多组分纤维，该多组分纤维具有多个的包括水不可分散的聚合物的区域，其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的磺基聚酯彼此分隔开；其中该纤维具有低于约 6 旦尼尔 / 长丝的纺丝旦尼尔值；其中该水可分散的磺基聚酯具有在 240°C 和 1 拉

德 / 秒的应变速率下测量的低于约 12,000 泊的熔体粘度, 和其中该磺基聚酯包括低于约 25mol% 的至少一种磺基化单体的残基, 基于二酸或二醇残基的总摩尔数;

[0297] (B) 收集步骤 A) 的多组分纤维以形成非织造网幅; 和

[0298] (C) 让非织造网幅与水接触以除去该磺基聚酯, 因此形成微旦尼尔纤维网幅。

[0299] 在本发明的另一个实施方案中, 提供微旦尼尔纤维网幅的制备方法, 该方法包括:

[0300] (A) 将至少一种水可分散的磺基聚酯和与该水可分散的磺基聚酯不混溶的一种或多种水不可分散的聚合物纺丝成多组分挤出物, 该多组分挤出物具有多个的包括水不可分散的聚合物的区域, 其中这些区域基本上被介入在这些区域之间的水可分散的磺基聚酯彼此分隔开;

[0301] (B) 在至少约 2000m/min 的速度下将多组分挤出物进行熔体拉伸, 以生产多组分纤维;

[0302] (C) 收集步骤 (B) 的该多组分纤维以形成非织造网幅; 和

[0303] (D) 让非织造网幅与水接触以除去该磺基聚酯, 因此形成微旦尼尔纤维网幅。

[0304] 该方法还优选包括在步骤 (C) 之前的非织造网幅的多组分纤维的水刺步骤。也优选的是, 该水刺步骤导致低于约 20wt% 的在该多组分纤维中所含的该磺基聚酯的损失, 更优选该损失是低于 15wt%, 和最优选是低于 10wt%。为了实现减少在水刺过程中该磺基聚酯的损失的目标, 在该方法中所使用的水优选具有低于约 45°C, 更优选低于约 35°C 和最优选低于约 30°C 的温度。优选的是, 在水刺过程中所使用的水尽可能接近于室温以便最低程度减少该磺基聚酯从多组分纤维中的损失。相反地, 在步骤 (C) 中该磺基聚酯聚合物的除去优选通过使用具有至少约 45°C, 更优选至少约 60°C, 和最优选至少约 80°C 的温度的水来进行。

[0305] 在水刺之后和在步骤 (C) 之前, 非织造网幅可以经历热定形步骤, 该步骤包括将非织造网幅加热到至少约 100°C, 和更优选至少约 120°C 的温度。该热定形步骤将内部纤维应力松弛掉并且有助于生产尺寸稳定的织物产品。优选的是, 当该热定形材料再加热到在热定形步骤中所加热到的温度时, 它显示出低于其原始表面面积的约 5% 的表面面积收缩率。更优选, 该收缩率是低于原始表面面积的约 2%, 和最优选该收缩率是低于约 1%。

[0306] 用于多组分纤维中的磺基聚酯能够是这里所述的那些中的任何一种, 然而, 优选的是该磺基聚酯具有在 240°C 和 1 拉德 / 秒的应变速率下测量的低于约 6000 泊的熔体粘度, 并且包括低于约 12mol% (以总重复单元为基础) 的至少一种磺基化单体的残基。这些类型的磺基聚酯在前面已描述。

[0307] 此外, 本发明的方法优选包括在至少 2000m/min, 更优选至少约 3000m/min, 甚至更优选至少约 4000m/min, 和最优选至少约 5000m/min 的纤维速度下拉伸该多组分纤维的步骤。

[0308] 在本发明的另一个实施方案中, 能够生产出包括水不可分散的聚合物微纤维的非织造制品。该非织造制品包括水不可分散的聚合物微纤维并且通过选自干法成网方法和湿法成网方法中的一种方法来生产。多组分纤维和生产水不可分散的聚合物微纤维的方法在前面已公开在本说明书中。

[0309] 在本发明的一个实施方案中, 至少 1% 的该水不可分散的聚合物微纤维包含在

该非织造制品中。在该非织造制品中所含的水不可分散的聚合物微纤维的其它量是至少10%，至少25%，和至少50%。

[0310] 在本发明的另一个方面，该非织造制品能够进一步包括至少一种其它纤维。其它纤维能够是现有技术中已知的任何纤维，这取决于所要生产的非织造制品的类型。在本发明的一个实施方案中，其它纤维能够选自于纤维素纤维浆料，玻璃纤维，聚酯纤维，尼龙纤维，聚烯烃纤维，人造丝纤维，纤维素酯纤维，和它们的混合物。

[0311] 非织造制品还可以进一步包括至少一种添加剂。添加剂包括，但不限于，淀粉，填料，和粘结剂。其它添加剂在本公开物的其它部分中已讨论。

[0312] 一般，从多组分纤维生产的水不可分散的微纤维制备这些非织造制品的制造方法能够分成以下各组：干法成网法，湿法成网法，以及这些方法彼此之间或与其它非织造方法之间的结合。

[0313] 一般，干法成网非织造制品是用短纤维加工机械制造的，该机械被设计来处置干燥状态的纤维。这些包括机械加工过程，如梳理、气动(aerodynamic)、和其它气流成网方法。也包括在这一类别中的是从丝束形式的长丝制造的非织造制品，和由短纤维和缝编(stitching)长丝或纱线(yard)组成的织物(即缝编加固的非织造织物)。梳理是将纤维解缠结、清洁和混合(intermix)以制造网幅的过程，该网幅进一步加工成非织造制品。该过程主要使纤维定向排列，通过机械缠结和纤维-纤维摩擦将纤维保持在一起成为网幅。梳理机经过构型设计具有一个或多个主滚筒(main cylinder)、辊或固定的盖板(stationary top)，一个或多个道夫(doffer)，或这些主要的组件的不同组合。梳理机的一个例子是罗拉梳理机。梳理作用是在系列的互相配合的梳理辊上在该梳理机的各点之间该水不可分散的聚合物微纤维的梳理或处理。其它类型的梳理机包括毛纺梳理机，棉纺梳理机，和无规梳理机。回丝机(Garnetts)也能够用于将这些纤维定向排列。

[0314] 在干法成网方法中的水不可分散的聚合物微纤维也能够通过气流成网法来定向排列。这些纤维被气流引导至收集器，后者能够是平的传送带或滚筒(drum)。

[0315] 挤出形成的网幅也能够从本发明的多组分纤维生产。实例包括纺粘和熔喷。挤出技术用来生产纺粘，熔喷，和多孔膜非织造制品。这些非织造制品是用与聚合物挤出方法如熔体纺丝、膜铸塑(film casting)和挤出涂覆法相关的机器制备的。该非织造制品然后与水接触以除去该水可分散的磺基聚酯，因此生产包含水不可分散的聚合物微纤维的非织造制品。

[0316] 在纺粘过程中，水可分散的磺基聚酯和水不可分散的聚合物是通过挤出多组分长丝，将这些长丝作为纤维束(bundles)或纤维丛(groupings)取向，将它们层铺在传输的筛网上，并互锁它们而直接转化成织物。该互锁能够通过热熔合，机械缠结，水刺，化学粘结剂，或这些方法的结合来进行。

[0317] 熔喷的织物也直接从水可分散的磺基聚酯和水不可分散的聚合物制备。该聚合物被熔化和挤出。一旦熔体通过挤出孔，它用高温的空气吹气。该气流使该熔化聚合物变细和固化。该多组分纤维然后作为网幅从气流中分离出来并在加热辊之间压缩。

[0318] 结合的纺粘和熔粘方法也能够用于生产非织造制品。

[0319] 湿法成网方法包括造纸技术的使用，以生产非织造制品。这些非织造制品是用与纸浆纤维化相关的机器如锤磨机和纸张形成机制备的。例如，淤浆被泵抽到连续的筛网上，

后者经过设计可处置在流体中的短纤维。

[0320] 在湿法成网方法的一个实施方案中,水不可分散的聚合物微纤维悬浮于水中,引导至形成设备,在这里水经由形成筛网被滤除,然后纤维沉积在该网线上。

[0321] 在湿法成网方法的另一个实施方案中,该水不可分散的聚合物微纤维在筛网或丝网上脱水,该筛网或丝网在至多 1500 米 / 每分钟的高速下在脱水模块 (吸水箱、箔和 curatures) 上的水力成形器 (hydraulic formers) 的起始处发生转动。纸片然后在该丝网上定形,和脱水进行到大约 20–30% 的固体含量。纸片然后压制和干燥。

[0322] 在湿法成网方法的另一个实施方案中,提供包括以下步骤的方法:

[0323] a) 任选,用水漂洗水不可分散的聚合物微纤维;

[0324] b) 将水添加到水不可分散的聚合物微纤维中以生产水不可分散的聚合物微纤维淤浆;

[0325] c) 任选地,将其它纤维和 / 或添加剂添加到水不可分散的聚合物微纤维或淤浆中;和

[0326] d) 将含有水不可分散的聚合物微纤维的淤浆转移到湿法成网非织造区段中,以生产非织造制品。

[0327] 在步骤 a) 中,漂洗的次数取决于对于水不可分散的聚合物微纤维所选择的具体应用。在步骤 b) 中,将足够的水添加到该微纤维中,让它们通入到湿法成网非织造织物区段。

[0328] 湿法成网非织造织物区段包括在现有技术中已知的任何设备,以生产湿法成网非织造制品。在本发明的一个实施方案中,湿法成网非织造区段包括至少一个丝网,织网(mesh),或筛网,以便从水不可分散的聚合物微纤维淤浆中除去水。

[0329] 在本发明的另一个实施方案中,在转移到湿法成网非织造区段中之前,该水不可分散的聚合物微纤维淤浆进行混合。

[0330] 网幅粘结方法也能够用于生产非织造制品。这些能够分成化学和物理方法。化学粘结指使用水型和溶剂型聚合物将该纤维和 / 或纤维网幅粘结在一起。这些粘结剂能够通过饱和,浸渍,喷雾,印刷,或作为泡沫的施涂法来进行施加。物理粘结方法包括热方法如压延和热空气粘结,和机械方法如用针刺和水刺。针刺方法 (needling or needle-punching processes) 通过将一些的纤维从近水平位置物理移动至接近垂直位置来以机械方式互锁这些纤维。针刺能够通过针刺机来进行。针刺机一般包括网幅进给机构,其包括夹持这些刺针的针板的针板横梁、剥网板 (stripper plate)、托网板 (bed plate)、和织物卷取机构。

[0331] 缝编加固是使用针织元件,在有或没有纱的情况下,互锁该纤维网幅的机械加固 (mechanical bonding) 方法。缝编加固机器的例子包括,但不限于, Maliwatt, Arachne, Malivlies, 和 Arabeva 缝编机。

[0332] 该非织造制品能够通过以下方式保持在一起:1) 在网幅或毡垫 (matt) 中机械纤维内聚和互锁;2) 纤维熔合的各种技术,其中包括粘结剂纤维的使用,其利用某些聚合物和聚合物共混物的热塑性;3) 粘结树脂如淀粉、酪蛋白、纤维素衍生物或合成树脂如丙烯酸胶乳或聚氨酯 (urethane) 的使用;4) 粉末粘结剂;或 5) 它们的结合。纤维常常以无规的方式被沉积,虽然在一个方向上的取向是可能的,随后使用以上所述的方法当中的一种来固结。

[0333] 本发明的纤维制品还可包括一个或多个层的水可分散性纤维,多组分纤维,或微旦尼尔纤维。该纤维层可以是一个或多个非织造织物层,松散结合的重叠纤维的层,或它们的结合。另外,该纤维制品可包括个人护理和保健用品,例如但不限于,儿童护理产品,如幼儿尿布;儿童训练裤;成人护理产品,如成人尿布和成人失禁垫片;女性护理产品,如女性卫生巾,内裤衬层,和止血塞;抹布;含纤维的清洁用产品;医用和外科用品,如医用抹布,薄纸,纱布,诊察床覆盖物,外科口罩,长袍,绷带,和伤口敷料;织物;弹性纱线,抹布,带材,其它保护性阻隔层,和包装材料。该纤维制品可用于吸收液体,或用各种液体组合物预润湿并用于将这些组合物分配到一个表面上。该液体组合物的非限制性例子包括洗涤剂;润湿剂;清洗剂;皮肤护理产品,如化妆品,膏剂,药物,润肤剂,和香料。该纤维制品也可包括各种的粉末和颗粒以改进吸收性或作为输送载体。粉末和颗粒的例子包括,但不限于,滑石,淀粉,各种吸水材料,水可分散性或水可溶胀的聚合物,如超吸收性聚合物,磺基聚酯,和聚(乙烯醇),硅石,颜料,和微胶囊。添加剂也可存在,但不是要求的,仅仅是特定应用所需要的。添加剂的例子包括,但不限于,氧化稳定剂,UV吸收剂,着色剂,颜料,遮光剂,荧光增白剂,填料,成核剂,增塑剂,粘度调节剂,表面改性剂,抗微生物剂,消毒剂,冷流抑制剂,文化剂,和催化剂。

[0334] 除了是水可分散的之外,如上所述的纤维制品是可冲洗的。在这里使用的术语“可冲洗”是指能够在普通的卫生间中冲洗,并且被引入到城市污水或住宅腐败物处理系统(septic system)中,但不会引起在卫生间或污水系统中的阻塞或堵塞。

[0335] 该纤维制品可以进一步包括水可分散性膜,该膜包括第二种水可分散的聚合物。第二种水可分散性聚合物可以与在本发明的纤维和纤维制品中所使用的前述水可分散性聚合物相同或不同。在一个实施方案中,例如,第二种水可分散性聚合物可以是另外的磺基聚酯,后者进而包括:

[0336] (A) 以总酸残基为基础,约 50- 约 96mol% 的间苯二酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

[0337] (B) 以总酸残基为基础,约 4- 约 30mol% 的磺酸钠间苯二甲酸的残基;

[0338] (C) 一种或多种二醇残基,其中至少 15mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚(乙二醇):

[0339]  $\text{H}-\left(\text{OCH}_2-\text{CH}_2\right)_n-\text{OH}$

[0340] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数;

[0341] (D) 0- 约 20mol% (以总重复单元为基础) 的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基,其中官能团是羟基,羧基或它们的结合。该另外的磺基聚酯可以与以上所述的一种或多种补充的聚合物共混,以改进所得纤维制品的性能。该补充的聚合物可以是或不是水可分散的,这取决于应用。该补充聚合物可以与该另外的磺基聚酯混溶或不混溶。

[0342] 该另外的磺基聚酯可以含有其它浓度的间苯二酸残基,例如约 60- 约 95mol%, 和约 75- 约 95mol%。间苯二酸残基浓度范围的其它例子是约 70- 约 85mol%, 约 85- 约 95mol% 和约 90- 约 95mol%。该另外的磺基聚酯还可包括约 25- 约 95mol% 的二甘醇的残基。二甘醇残基浓度范围的其它例子包括约 50- 约 95mol%, 约 70- 约 95mol%, 和约 75- 约 95mol%。该另外的磺基聚酯还可包括乙二醇和 / 或 1,4- 环己烷二甲醇的残基。CHDM 残基的典型浓度范围是约 10- 约 75mol%, 约 25- 约 65mol%, 和约 40- 约 60mol%。乙二醇残基

的典型浓度范围是约 10- 约 75mol%，约 25- 约 65mol%，和约 40- 约 60mol%。在另一个实施方案中，该另外的磺基聚酯包括约 75- 约 96mol% 的间苯二酸的残基和约 25- 约 95mol% 的二甘醇的残基。

[0343] 根据本发明，纤维制品的磺基聚酯膜可作为单层或多层膜来生产。该单层膜可以通过普通的铸塑技术来生产。该多层膜可以通过普通的层压方法或类似方法来生产。膜可以具有任何适宜的厚度，但是总厚度通常是在约 2 和约 50 密耳之间。

[0344] 含膜的纤维制品可以包括一层或多层的以上所述的水可分散性纤维。该纤维层可以是一个或多个非织造织物层，松散结合的重叠纤维的层，或它们的结合。另外，含膜的纤维制品可以包括以上所述的个人护理产品和保健用品。

[0345] 如以上所述，该纤维制品也可包括各种的粉末和颗粒物，以改进吸收性或作为输送载体。因此，在一个实施方案中，本发明的纤维制品包括包含第三种水可分散的聚合物的粉末，该聚合物可以与前面描述的水可分散性聚合物组分相同或不同。粉末和颗粒的其它例子包括，但不限于，滑石，淀粉，各种吸水材料，水可分散性或水可溶胀的聚合物，如聚(丙烯腈)，磺基聚酯，和聚(乙烯醇)，硅石，颜料，和微胶囊。

[0346] 本发明的新型纤维和纤维制品除了具有以上所述的应用之前，还具有许多可能的用途。一种新型的应用包括将膜或非织造织物熔喷到平的、弯曲的或异形的表面上以提供保护层。一种此类的层可以在运输过程中为耐用设备提供表面保护。在目的地，在将设备投入服务之前，磺基聚酯的外层能够被洗掉。该一般应用概念的其它实施方案能够包括个人防护制品，以便为一些可再用的或有限使用的衣装或覆盖物提供暂时性阻隔层。对于军事应用，活性炭和化学吸收剂能够被喷到刚好在收集器 (collector) 之前的衰减的 (attenuating) 长丝图案上，以便让熔喷基质将这些物质 (entities) 锚固在暴露表面上。该化学吸收剂甚至能够在向前操作区域 (forward operations area) 中被改变，因为通过熔喷在另一个层上危险会演变。

[0347] 磺基聚酯固有的主要优点是通过添加离子结构部分 (即盐)，经由絮凝或沉淀作用从水分散体中除去或回收聚合物的容易能力。其它方法如 pH 调节，添加非溶剂，冷冻等等都可以使用。因此，在成功的保护性阻隔使用之后和甚至聚合物表现为有害废物，纤维制品如外衣保护性衣装能够通过使用授受的规程如焚烧在废弃处理所需的低得多的体积下潜在性地安全处置。

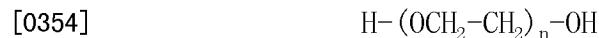
[0348] 未溶解的或干燥的磺基聚酯已知在许多的基材上形成强力粘结作用，这些基材包括但不限于短纤浆，棉，丙烯酸树脂，人造纤维，溶解性纤维 (lyocell)，PLA(聚交酯)，乙酸纤维素，乙酸丙酸纤维素，聚对苯二甲酸乙二醇酯，聚对苯二甲酸丁二醇酯，聚对苯二甲酸丙二醇酯，聚对苯二甲酸环己二醇酯，共聚酯，聚酰胺 (尼龙)，不锈钢，铝，处理的聚烯烃，PAN(聚丙烯腈)，和聚碳酸酯。因此，本发明的非织造织物可以用作层压粘合剂或粘结剂，它们可以通过已知的技术如加热，射频 (RF)，微波，和超声波方法来粘结。磺基聚酯的调整以便能够 RF 活化的一些方法已经公开在许多的新近专利中。因此，本发明的新型非织造织物除粘合性能之外还可具有双重或或甚至多重功能。例如，当本发明的非织造织物同时用作水响应性粘合剂以及最后组件的流体控制组件时，能够获得一次性婴儿尿布。

[0349] 本发明也提供制备水可分散性纤维的方法，该方法包括：

[0350] (A) 将水可分散性聚合物组合物加热到高于其流动点的温度，其中聚合物组合物

包括：

- [0351] (i) 一种或多种二羧酸的残基；
- [0352] (ii) 约 4- 约 40mol% (基于总重复单元) 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个金属磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合；和
- [0353] (iii) 一种或多种二醇残基，其中至少 20mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚(乙二醇)：



[0355] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数；和 (iv) 0- 约 25mol%，以总重复单元为基础，的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基，其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合物；其中，基于聚合物组合物的总重量，聚合物组合物含有低于 10wt% 的颜料或填料；和 (II) 熔体纺丝的长丝。如以上所述，水可分散性聚合物任选地可以与磺基聚酯共混。另外，水不可分散的聚合物任选地可以与磺基聚酯共混，以形成共混物，使得共混物是不混溶的共混物。在这里使用的术语“流动点”是指聚合物组合物的粘度允许穿过喷丝板或挤出模头进行挤出或其它形式的加工的那一温度。二羧酸残基可以包括约 60- 约 100mol% 的酸残基，这取决于磺基化单体的类型和浓度。二羧酸残基的浓度范围的其它例子是约 60mol% - 约 95mol%，和约 70mol% - 约 95mol%。优选的二羧酸残基是间苯二甲酸、对苯二甲酸和 1,4- 环己烷二羧酸，或如果使用二酯，则是对苯二甲酸二甲酯，间苯二甲酸二甲酯和 1,4- 环己烷二羧酸二甲基酯，其中间苯二甲酸和对苯二甲酸的残基是尤其优选的。

[0356] 该磺基化单体可以是含有磺酸酯基团的二羧酸或它的酯，含有磺酸盐基团的二醇，或含有磺酸盐基团的羟基酸。磺基化单体残基的浓度范围的附加例子是，以总重复单元为基础，约 4- 约 25mol%，约 4- 约 20mol%，约 4- 约 15mol%，约 4- 约 10mol%。磺酸盐的阳离子可以是金属离子如  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Ni}^{++}$ ,  $\text{Fe}^{++}$  等等。另外地，磺酸盐的阳离子可以是非金属如前面所述的含氮碱。可用于本发明的方法中的磺基化单体残基的其它实例是磺基邻苯二甲酸、磺基对苯二甲酸、磺基间苯二甲酸或它们的结合物的金属磺酸盐。可使用的磺基化单体的其它实例是 5- 磺酸钠间苯二甲酸或它的酯。如果磺基化单体残基是从 5- 磺酸钠间苯二甲酸形成的，则典型的磺基化单体浓度范围是，以总酸残基为基础，约 4- 约 35mol%，约 8- 约 30mol%，和约 10-25mol%。

[0357] 本发明的磺基聚酯包括一种或多种二醇残基，后者可包括脂肪族，脂环族和芳烷基二醇。脂环族二醇例如 1,3- 和 1,4- 环己烷二甲醇可以作为它们的纯顺式或反式异构体或作为顺反异构体的混合物而存在。较低分子量聚乙二醇的非限制性例子，例如，其中 n 是 2 到 6，是二甘醇，三甘醇和四甘醇。在这些较低分子量二醇当中，二甘醇和三甘醇是最优选的。该磺基聚酯可以任选地包括文化单体。文化单体的例子与以上所述的相同。文化单体浓度的其它例子是 0- 约 20mol% 和 0- 约 10mol%。本发明方法的磺基聚酯具有至少 25°C 的 T<sub>g</sub>。由磺基聚酯显示出的玻璃化转变温度的其它例子是至少 30°C，至少 35°C，至少 40°C，至少 50°C，至少 60°C，至少 65°C，至少 80°C，和至少 90°C。虽然其它 T<sub>g</sub> 是可能的，但是本发明的干燥磺基聚酯的典型玻璃化转变温度是大约 30°C，约 48°C，约 55°C，约 65°C，约 70°C，约 75°C，约 85°C，和约 90°C。

[0358] 水可分散性纤维是通过熔喷法制备的。聚合物在挤出机中熔化并在加压通过口

模。离开口模的挤出物通过热的、高速的气流快速地变细 (attenuate) 为超细的直径。纤维的取向,冷却速率,玻璃化转变温度 ( $T_g$ ) 和结晶速率是重要的,因为它们影响在变细过程中聚合物的粘度和加工性能。长丝被收集在可更新的表面如运送带,圆柱形滚筒,旋转芯轴 (mandrel) 等等上。粒料的预干燥 (如果需要),挤出机区段温度,熔融温度,螺杆设计,通过速率,空气温度,气流 (速度),口模气隙和后移 (set back),喷嘴尖端孔尺寸,口模温度,口模与收集器 (DCP) 距离,冷却 (quenching) 环境,收集器速度,和后处理是影响产品特性如长丝直径,基重,网幅厚度,孔隙大小,柔软度和收缩率的全部因素。高速气流也可用来以略微随机的方式移动该长丝,导致彻底的交织。如果移动带在口模下通过,非织造织物能够通过该长丝的叠加铺设、机械内聚性和热粘结的结合来生产。吹 (overblow) 到另一种基材如纺粘层或背衬层上也是可能的。如果该长丝被卷取在旋转芯轴上,则形成圆柱形产品。水分散性纤维铺设层 (lay-down) 也能够通过纺粘方法来制备。

[0359] 本发明因此进一步提供了制备水分散性非织造织物的方法,该方法包括:

[0360] (A) 将水分散性聚合物组合物加热到高于其流动点的温度,其中聚合物组合物包括:

[0361] (i) 一种或多种二羧酸的残基;

[0362] (ii) 约 4- 约 40mol% (基于总重复单元) 的具有 2 个官能团和连接于芳族或脂环族环上的一个或多个金属磺酸盐基团的至少一种磺基单体的残基,其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合;

[0363] (iii) 一种或多种二醇残基,其中至少 20mol% (基于总二醇残基) 是具有下面结构的聚(乙二醇):

[0364]  $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$

[0365] 其中 n 是在 2 至约 500 之间的整数;

[0366] (iv) 0- 约 25mol%,以总重复单元为基础,的具有 3 个或更多个官能团的文化单体的残基,其中该官能团是羟基、羧基或它们的结合物;其中磺基聚酯具有至少 25°C 的玻璃化转变温度 ( $T_g$ );其中聚合物组合物含有低于 10wt% 的颜料或填料,基于聚合物组合物的总重量;

[0367] (B) 熔纺长丝;和

[0368] (C) 将步骤 (B) 的长丝堆叠和收集,以形成非织造织物。如以上所述,该水分散性聚合物任选地可以与磺基聚酯共混。另外,水不可分散的聚合物任选地可以与磺基聚酯共混,以形成共混物,使得共混物是不混溶的共混物。该二羧酸,磺基化单体和文化单体残基与前面描述的相同。该磺基聚酯具有至少 25°C 的  $T_g$ 。由磺基聚酯显示出的玻璃化转变温度的其它例子是至少 30°C,至少 35°C,至少 40°C,至少 50°C,至少 60°C,至少 65°C,至少 80°C,和至少 90°C。虽然其它  $T_g$  是可能的,但是本发明的干燥磺基聚酯的典型玻璃化转变温度是大约 30°C,约 48°C,约 55°C,约 65°C,约 70°C,约 75°C,约 85°C,和约 90°C。本发明可以进一步通过下列实施例来举例说明。

## 实施例

[0369] 全部粒料样品在室温下在真空中预干燥至少 12 小时。在表 3 中所示的分散时间是用于非织造织物样品的完全分散或溶解。用于表 2 和 3 中的缩写“CE”指“对比例”。

[0370] 实施例 1

[0371] 具有 0.29 的 Ih. V. 和 48°C 的 Tg 的含有 76mol% 间苯二酸, 24mol% 的磺酸钠间苯二甲酸, 76mol% 二甘醇和 24mol% 1,4-环己烷二甲醇的磺基聚酯通过使用在表 1 中所示的条件经由标称 6- 英寸口模 (die) (在喷嘴 (nosepiece) 中 30 个孔 / 英寸) 被熔喷到圆柱体收集器 (cylindrical collector) 上。中间层纸是不需要的。获得了在卷筒卷绕 (roll winding) 操作中没有粘连的柔软、可处置、挠性网幅。物理性能提供于表 2 中。正如在表 3 中的数据所显示, 非织造织物的小片 (1" × 3") 在轻微搅拌下容易地分散在室温 (RT) 水和 50°C 水中。

[0372] 表 1- 熔喷条件

操作条件	典型值
口模构型	
口模尖端孔径	0.0185 英寸
孔的数量	120
气隙	0.060 英寸
后移(Set back)	0.060 英寸
挤出机机筒温度(°F)	
区段 1	350
区段 2	510
区段 3	510
口模温度 (°F)	
区段 4	510
区段 5	510
区段 6	510
区段 7	510
区段 8	510
空气温度 (°F)	
炉出口 1	350
炉出口 2	700
炉出口 3	700
口模	530-546
挤出条件	
空气压力	3.0 psi
泵后 (after pump) 熔体压力	99-113 psi
卷取条件	
输出量	0.3 g /孔/分钟 0.5 g /孔/分钟
基重	36 g/m <sup>2</sup>
收集器速度	20 ft/min
收集器距离	12 英寸

[0373]

[0374] 表 2- 非织造织物的物理性能

[0375]

实施例	长丝直径(μm)			IhV (之前/之后)	Tg/Tm (℃) (磺基聚酯 / PP)
	最低	最高	平均		
1	5	18	8.7	0.29/0.26	39/ 不适用的
2	3	11	7.7	0.40/0.34	36/ 不适用的
CE 1	2	20	8	未测量	36/163
CE 2	4	10	7	未测量	36/164
CE 3	4	11	6	未测量	35/161

[0376] 表 3- 非织造织物的分散性

[0377]

实施例	水温(℃)	初始离解 (分钟)	显著崩解 (分钟)	完全分散 (分钟)
1	23	<0.25	1	2
	50	<0.17	0.5	1
2	23	8	14	19
	50	<0.5	5	8
	80	<0.5	2	5
CE 1	23	0.5	>15	没有 PP 的分散体
	50	0.5	>15	没有 PP 的分散体
CE 2	23	0.5	>15	没有 PP 的分散体
	50	0.5	>15	没有 PP 的分散体
CE 3	23	<0.5	6	没有 PP 的分散体
	50	<0.5	4	没有 PP 的分散体

[0378] 实施例 2

[0379] 具有 0.4 的 Ih. V. 和 35℃ 的 Tg 的含有 89mol% 间苯二酸, 11mol% 的磺酸钠间苯二甲酸, 72mol% 二甘醇和 28mol% 乙二醇的磺基聚酯通过使用在表 1 中所示的条件经由 6- 英寸口模被熔喷。获得了在卷筒卷绕操作中没有粘连的柔软、可处置、挠性网幅。物理性能提供于表 2 中。非织造织物的小片 (1" × 2") 在 50℃ 和 80℃ 下容易地和完全地分散; 在室温 (23℃) 下, 正如表 3 中的数据所示, 该织物需要更长的时间以便完全分散。

[0380] 已经发现, 在实施例 1 和 2 中的组合物能够吹到其它非织造织物基材之上。它也有可能是代替普通网幅收集器使用的压缩的和卷绕成形或成型的形式 (condense and wrap shaped or contoured forms)。因此, 有可能获得圆形“粗纱 (roving)” 或栓塞形式 (plug forms) 的网幅。

[0381] 对比实施例 1-3

[0382] 具有 0.4 的 Ih. V. 和 35°C 的 Tg 的含有 89mol% 间苯二酸, 11mol% 的磺酸钠间苯二甲酸, 72mol% 二甘醇, 和 28mol% 乙二醇的磺基聚酯的粒料与聚丙烯 (Basell PF 008) 粒料按照下列的双组分比率 (wt%) 进行换混：

[0383] 75PP : 25 磺基聚酯 (实施例 3)

[0384] 50PP : 50 磺基聚酯 (实施例 4)

[0385] 25PP : 75 磺基聚酯 (实施例 5)

[0386] PP 具有 800 的 MFR (熔体流动速率)。在装有 24 英寸宽的口模的生产线上进行熔喷操作, 以得到具有在表 2 中所提供的物理性能的可处置、柔软、挠性但无粘连的网幅。非织造织物的小片 (1" × 4") 容易地崩解, 如表 3 中所报道。然而, 因为不可溶的聚丙烯组分, 纤维都不是完全水可分散的。

[0387] 实施例 3

[0388] 在实施例 2 中生产的非织造织物的圆形片 (4" 直径) 用作在两片棉织物之间的粘合剂层。通过在 200°C 下施加 35psig 的压力 30 秒, 使用汉尼芬 (Hannifin) 熔体压机将两个棉片熔合在一起。所形成的组件 (assembly) 具有特别强的粘结强度。在粘合剂或粘结破坏之前, 撕碎该棉基材。对于其它纤维素材料和 PET 聚酯基材也获得了类似的结果。通过超声波粘结技术也产生强粘结。

[0389] 对比实施例 4

[0390] 具有 1200MFR 的 PP (Exxon 3356G) 通过使用 24" 口模进行熔喷, 得到没有粘连并且容易从卷筒上退绕的挠性非织造织物。当在室温或 50°C 的水中浸泡 15 分钟时, 小片 (1" × 4") 没有显示对于水的任何响应 (即, 没有崩解或没有基重损失)。

[0391] 实施例 4

[0392] 具有 55°C 的 Tg 的含有 82mol% 间苯二酸, 18mol% 的磺酸钠间苯二甲酸, 54mol% 二甘醇和 46mol% 1,4-环己烷二甲醇的磺基聚酯的单组分纤维在实验室短纤维纺丝生产线上在 245°C (473°F) 的熔融温度下进行熔纺。初纺旦尼尔是大约 8d/f。在卷取管上遇到一些粘连, 但是 10 根长丝的丝缕 (strand) 在 10-19 秒内容易地溶解在 82°C 和在 5 和 6 之间的 pH 下的未搅拌软化水中。

[0393] 实施例 5

[0394] 从含有 82mol% 间苯二酸、18mol% 的磺酸钠间苯二甲酸、54mol% 二甘醇和 46mol% 1,4-环己烷二甲醇 (55°C 的 Tg) 的磺基聚酯与含有 91mol% 间苯二酸、9mol% 的磺酸钠间苯二甲酸、25mol% 二甘醇和 75mol% 1,4-环己烷二甲醇 (65°C 的 Tg) 的磺基聚酯的掺混物 (75 : 25) 获得的单组分纤维, 分别地, 在实验室短纤维纺丝生产线上进行熔纺。该共混物具有通过取该组分磺基聚酯的 Tg 的重均值所计算的 57°C 的 Tg。该 10 根长丝的丝缕在卷取管上没有显示出任何粘连, 但是在 20-43 秒内容易地溶解在 82°C 和 pH 在 5 和 6 之间的未搅拌软化水中。

[0395] 实施例 6

[0396] 描述在实施例 5 中的共混物与 PET 共同纺丝, 得到双组分海岛型纤维。获得构型, 其中磺基聚酯“海”是含有 80wt% 的 PET “岛”的该纤维的 20wt%。紧接着在纺丝之后, 所纺纱线 (spun yarn) 伸长率是 190%。没有遇到粘连, 因为在纺丝之后的一周 (a week) 中

该纱令人满意地从筒管上退绕并进行加工。在后续操作中，通过让该纱线穿过 88°C 软水浴来溶解“海”，仅仅留下细 PET 长丝。

[0397] 实施例 7

[0398] 本预示性的实施例举例说明了本发明的多组分和微旦尼尔型纤维在专业纸的制备中的可能应用。描述在实施例 5 中的共混物与 PET 共同纺丝，得到双组分海岛型纤维。该纤维含有大约 35wt% 磺基聚酯“海”组分和大约 65wt% 的 PET “岛”。该未卷曲的纤维被切成 1/8 英寸长度。在模拟造纸中，这些短切双组分纤维被添加到匀浆 (refining) 操作中。该磺基聚酯“海”在搅拌的含水淤浆中被除去，因此将微旦尼尔 PET 纤维释放到混合物中。在可比的重量下，与粗 PET 纤维的添加相比，微旦尼尔 PET 纤维（“岛”）更有效提高纸拉伸强度。

[0399] 对比实施例 8

[0400] 通过使用从 Hills Inc., Melbourne, FL 获得的在口模板 (die plate) 中具有总共 2222 个模孔的 24" 宽的双组分喷丝板口模，在纺粘生产线上制备在海结构中具有 108 个岛的双组分纤维。两个挤出机连接到熔体泵，后者进而连接到在纤维纺丝口模中的两种组分的入口。第一个挤出机 (A) 连接到该入口，它计量 Eastman F61HC PET 聚酯的流量以便形成在海岛型纤维截面结构中的岛区域。挤出区段经过设置在 285°C 的温度下熔化进入该口模的 PET。第二个挤出机 (B) 加工从 Eastman Chemical Company, Kingsport, TN 获得的 Eastman AQ 55S 磺基聚酯聚合物，它具有约 0.35 的特性粘度以及具有在 Rheometric Dynamic Analyzer RDAII (Rheometrics Inc. Piscataway, New Jersey) 流变仪中在 240°C 和 1 拉德 / 秒剪切速率下测量的约 15,000 泊的熔体粘度和在 240°C 和 100 拉德 / 秒剪切速率下测量的 9,700 泊的熔体粘度。在进行熔体粘度测量之前，样品在真空烘箱中在 60°C 下干燥两天。粘度试验通过使用 25mm 直径平行板几何结构在 1mm 缝隙设定值下来进行。在 1-400 拉德 / 秒和 10% 应变幅度的应变速率范围中进行动态频率扫描。然后，在 240°C 和 1 拉德 / 秒的应变速率下测量该粘度。按照这一程序来测定在后续实施例中使用的磺基聚酯材料的粘度。第二个挤出机经过设定在 255°C 的熔融温度下熔化 AQ 55S 聚合物并将其进给到喷丝板口模。两种聚合物通过在 0.6g/ 孔 / 分钟的通过速率下挤出被形成为双组分挤出物。在双组分挤出物中 PET 与 AQ 55S 的体积比经过调节得到 60/40 和 70/30 比率。

[0401] 吸气器 (aspirator) 用来熔体拉伸该双组分挤出物，以生产双组分纤维。流过吸气器腔室的气流将所形成的纤维拉下来。向下通过吸气器组件的空气的流量通过进入吸气器的空气的压力来控制。在该实施例中，在吸气器中用于熔体拉伸该双组分挤出物的空气的最大压力是 25psi。若高于该数值，则因为强加于双组分挤出物上的熔体拉伸率大于双组分挤出物的固有延展性 (ductility)，流过吸气器的气流会在熔体拉伸纺丝过程中引起挤出物断裂。双组分纤维被铺成具有 95 克 / 每平方米 (gsm) 的织物重量的非织造网幅。在该非织造网幅中该双组分纤维通过光学显微分析法的评价已表明，PET 作为岛存在于该纤维结构的中心，但是在双组分纤维的外周边附近的 PET 岛几乎聚结在一起形成沿该纤维的圆周的 PET 聚合物的几乎连续环，这是不希望有的。显微镜检查法发现在该非织造网幅中双组分纤维的直径一般是在 15-19 微米之间，对应于约 2.5 旦尼尔 / 长丝 (dpf) 的平均纤维初纺旦尼尔。这表示约 2160 米 / 分钟的熔融纺丝纤维速度。初纺旦尼尔定义为通过熔体挤出和熔体拉伸步骤获得的纤维的旦尼尔值 (克重量 /9000 米纤维长度)。双组分纤

维直径的变化显示在纤维的纺丝拉伸中的不均匀性。

[0402] 非织造网幅样品在通气烘箱 (forced-air oven) 中在 120°C 下调理五分钟。热处理的网幅显示出显著的收缩, 其中该非织造网幅的面积减少到仅为加热前该网幅的初始面积的约 12%。虽然不希望受理论束缚, 但是由于在纤维中使用的 AQ 55S 磺基聚酯的高分子量和熔体粘度, 该双组分挤出物不能被熔体拉伸到为了引起在纤维中 PET 节段的应变诱导结晶所需要的程度。总的说来, 具有该特定的特性粘度和熔体粘度的 AQ 55S 磺基聚酯是无法接受的, 因为该双组分挤出物不能均匀地熔体拉伸到所希望的细旦尼尔数。

#### [0403] 实施例 8

[0404] 生产具有与商品 Eastman AQ55S 聚合物相同的化学组成的磺基聚酯聚合物, 然而, 分子量控制到以约 0.25 的特性粘度来表征的下限值。该聚合物的熔体粘度是在 240°C 和 1 拉德 / 秒剪切速率下测量的 3300 泊。

#### [0405] 实施例 9

[0406] 通过使用从 Hills Inc., Melbourne, FL 获得的在 24 英寸宽的口模板中具有总共 2222 个模孔的双组分喷丝板口模, 在纺粘设备上制备具有 16 个节段 (segment) 的桔瓣结构的双组分挤出物。两个挤出机用于将两种聚合物熔融和进给到喷丝板口模。第一个挤出机 (A) 连接到入口, 该入口进给 Eastman F61HC PET 聚酯熔体, 以形成在桔瓣截面结构中的区域 (domain) 或节段片 (segment slices)。挤出区段经过设置在 285°C 的温度下熔化进入喷丝板口模的 PET。第二个挤出机 (B) 熔化和进给实施例 8 的磺基聚酯聚合物。第二个挤出机经过设定在 255°C 的熔融温度下将该磺基聚酯聚合物挤出到喷丝头口模中。除了所使用的喷丝板口模和该磺基聚酯聚合物的熔体粘度之外, 在本实施例中使用的程序与在对比实施例 8 中相同。每孔的熔体输出量是 0.6gm/min。在该双组分挤出物中 PET 与磺基聚酯的体积比被设定在 70/30, 这表示约 70/30 的重量比。

[0407] 该双组分挤出物通过使用与对比实施例 8 中所用相同的吸气器进行熔体拉伸, 生产双组分纤维。最初, 输入吸气器的气流被设定在 25psi 和该纤维具有约 2.0 的初纺旦尼尔, 该双组分纤维具有约 14–15 微米的均匀直径分布。进入吸气器中的空气被提高到 45psi 的最高可用压力, 而在熔体拉伸过程中没有断裂该熔体挤出物。通过使用 45psi 空气, 该双组分挤出物进行熔体拉伸得到约 1.2 的纤维初纺旦尼尔, 当在显微镜下观察时该双组分纤维具有 11–12 微米的直径。在熔体拉伸过程中的速度被计算是约 4500m/min。虽然不希望受理论束缚, 但是在接近该速度的熔体拉伸速率下, 可以相信在熔体拉伸过程中 PET 的应变诱导结晶开始发生。如上所述, 希望在纤维熔体拉伸过程中在 PET 纤维节段中形成一些取向结晶度, 这样在后续加工过程中该非织造网幅在尺寸上是更稳定的。

[0408] 双组分纤维使用 45psi 吸气器气压被铺成具有 140 克 / 每平方米 (gsm) 的重量的非织造网幅。非织造网幅的收缩率通过在通气烘箱中在 120°C 下调理五分钟来测量。与对比实施例 8 的纤维和织物相比, 本实施例表示收缩率的明显减少。

[0409] 具有 140gsm 织物重量的非织造网幅在静态去离子水浴中在各种温度下浸泡五分钟。浸泡过的非织造网幅被干燥, 测量在各种温度下在去离子水中浸泡所引起的 % 重量损失, 示于表 4 中。

#### [0410] 表 4

#### [0411]

浸泡温度	25°C	33°C	40°C	72°C
非织造网幅重量损失 (%)	3.3	21.7	31.4	31.7

[0412] 该磺基聚酯在约 25°C 的温度下非常容易地散失到去离子水中。该磺基聚酯从非织造网幅中双组分纤维之中的除去是通过%重量损失来表示。磺基聚酯从该双组分纤维中的彻底或完全除去是在 33°C 或高于 33°C 的温度下观察的。如果水刺用于生产包括实施例 8 的磺基聚酯聚合物的这些双组分纤维的非织造网幅, 将会预期如果水温高于环境温度, 则磺基聚酯聚合物将会被水刺的水刺头 (water jets) 彻底地或完全地除去。如果希望在水刺步骤中从这些双组分纤维中除去非常少量的磺基聚酯聚合物, 则应该使用低的水温, 低于约 25°C。

#### [0413] 实施例 10

[0414] 磺基聚酯聚合物是用下列二酸和二醇组合物来制备的 : 二酸组成 (71mol% 对苯二甲酸, 20mol% 间苯二酸, 和 9mol% 5-(磺酸钠) 间苯二酸) 和二醇组成 (60mol% 乙二醇和 40mol% 二甘醇)。该磺基聚酯是在真空下通过高温聚酯化来制备的。酯化条件被控制, 以生产具有约 0.31 的特性粘度的磺基聚酯。该磺基聚酯的熔体粘度在 240°C 和 1 拉德 / 秒剪切速率下被测量在约 3000–4000 泊的范围内。

#### [0415] 实施例 11

[0416] 实施例 10 的磺基聚酯聚合物根据与实施例 9 中所述相同的程序被纺丝成双组分桔瓣型纤维和非织造网幅。第一个挤出机 (A) 进给 Eastman F61HC PET 聚酯熔体, 以在桔瓣型结构中形成更大的节段片。挤出区段经过设置以在 285°C 的温度下熔化进入喷丝板口模的 PET。第二个挤出机 (B) 加工实施例 10 的磺基聚酯聚合物, 其在 255°C 的温度下进给到喷丝头口模中。每孔熔体输出速率是 0.6gm/min。在双组分挤出物中 PET 与磺基聚酯的体积比被设定在 70/30, 这表示约 70/30 的重量比。双组分挤出物的横截面具有 PET 的楔形 (wedge shaped) 区域, 磺基聚酯聚合物分隔开这些区域。

[0417] 该双组分挤出物通过使用与在对比实施例 8 中所用相同的吸气器组装件进行熔体拉伸, 以生产双组分纤维。在拉伸过程中, 在没有断裂双组分纤维的情况下, 输入吸气器的空气的最高可用压力是 45psi。通过使用 45psi 空气, 该双组分挤出物被熔体拉伸成具有约 1.2 的初纤旦尼尔值的双组分纤维, 当在显微镜下观察时该双组分纤维具有约 11–12 微米的直径。在熔体拉伸过程中的速度被计算是约 4500m/min。

[0418] 双组分纤维被铺成具有 140gsm 和 110gsm 的重量的非织造网幅。该网幅的收缩率是通过在通气烘箱中在 120°C 下调理该材料 5 分钟来测量的。在收缩之后该非织造网幅的面积是该网幅起始面积的约 29%。

[0419] 熔体拉伸纤维和从非织造网幅上取得的纤维的横截面的显微镜检查显示非常好的桔瓣型结构, 其中各个节段清晰界定并且显示出类似的大小与形状。PET 节段彼此完全地分离, 这样在从改双组分纤维中除去磺基聚酯之后它们形成具有桔瓣 – 片形状的 8 根分离的 PET 单组分纤维。

[0420] 具有 110gsm 织物重量的非织造网幅在静态去离子水浴中在各种温度下浸泡 8 分钟。浸泡过的非织造网幅被干燥, 测量由于在各种温度下在去离子水中浸泡所导致的%重

量损失,如表 5 中所示。

[0421] 表 5

[0422]

浸泡温度	36 °C	41 °C	46 °C	51 °C	56 °C	72 °C
非织造网幅重量损失 (%)	1.1	2.2	14.4	25.9	28.5	30.5

[0423] 磺基聚酯聚合物在高于约 46°C 的温度下非常容易地散失到去离子水中,正如重量损失所示,在高于 51°C 的温度下磺基聚酯聚合物从纤维中的除去是非常彻底或完全的。约 30% 的重量损失表示磺基聚酯从非织造网幅中的双组分纤维之中的完全除去。如果水刺法用来加工包括该磺基聚酯的双组分纤维的非织造网幅,则可以预期,聚合物在低于 40°C 的水温下无法彻底被水刺的水刺头所除去。

[0424] 实施例 12

[0425] 具有 140gsm 和 110gsm 的基重的实施例 11 的非织造网幅通过使用由 Fleissner, GmbH, Egelsbach, Germany 制造的水刺装置进行水刺。该机器具有总共 5 个水刺站,其中三组的刺头 (jet) 接触非织造网幅的上侧面 (top side) 和两组的刺头接触该非织造网幅的相反侧面。该水刺头包括系列的约 100 微米直径的细孔,这些孔是以机器加工在两英尺宽的刺头带 (jet strips) 中。喷射器的水压力设定在 60 巴 (刺头带 #1),190 巴 (刺头带 #2 和 3),和 230 巴 (刺头带 #4 和 5)。在水刺过程中,刺头的水的温度被测得在约 40–45°C 范围内。离开水刺设备的非织造织物牢固地束缚在一起。该连续纤维被扭结在一起以生产水刺非织造织物,其当在两个方向拉伸时聚有高的抗撕裂性能。

[0426] 接着,水刺的非织造织物紧固到包括刚性矩形框架的拉幅机 (tenter frame) 上,该框架在其周边具有系列的针板 (pin)。该织物被紧固在针板上以便在织物被加热时限制收缩。具有织物样品的该框架被放入到通气烘箱中在 130°C 下三分钟,以引起织物在被限制的同时发生热定形。在热定形之后,调理过的织物被切成所测量尺寸的样品试样,然后该试样在没有被拉幅机限制的情况下在 130°C 下调理。测量在该调理之后水刺非织造织物的尺寸,观察到仅仅最低的收缩率 (尺寸减少 < 0.5%)。很明显,水刺非织造织物的热定形足以生产尺寸稳定的非织造织物。

[0427] 在如上所述的热定形之后,水刺非织造织物在 90°C 去离子水中洗涤以除去磺基聚酯聚合物和留下保留在水刺织物中的 PET 单组分纤维节段。在反复洗涤后,干燥织物显示出大约 26% 的重量损失。在水刺之前洗涤非织造网幅显示 31.3% 的重量损失。因此,水刺过程从非织造网幅中除去一些的磺基聚酯,但是该量是较少的。为了减少在水刺过程中除去的磺基聚酯的量,水刺水刺头的水温应该降低到低于 40°C。

[0428] 实施例 10 的磺基聚酯发现得到具有良好节段分布的桔瓣型纤维,其中在磺基聚酯聚合物的除去之后水不可分散的聚合物节段形成类似尺寸和形状的单根纤维。磺基聚酯的流变性能适合于让双组分挤出物在高速率下熔体拉伸以获得具有低至约 1.0 的初纺旦尼尔的细旦尼尔双组分纤维。这些双组分纤维能够铺成非织造网幅,后者能够在没有经历磺基聚酯聚合物的重大损失的情况下进行水刺以生产该非织造织物。通过水刺该非织造网

幅所生产的非织造织物显示出高强度并且能够在约 120°C 或更高的温度下热定形以生产具有优异尺寸稳定性的非织造织物。在洗涤步骤中该磺基聚酯聚合物从水刺的非织造织物中除去。这得到具有较轻织物重量和高的多的挠性和较软手感的高强度非织造织物产品。在该非织造织物产品中的单组分 PET 纤维是楔形的并且具有约 0.1 的平均旦尼尔值。

[0429] 实施例 13

[0430] 磺基聚酯聚合物是用下列二酸和二醇组合物制备的：二酸组成 (69mol% 对苯二甲酸, 22.5mol% 间苯二酸和 8.5mol% 5-(磺酸钠) 间苯二酸) 和二醇组成 (65mol% 乙二醇和 35mol% 二甘醇)。该磺基聚酯是在真空下通过高温聚酯化来制备的。酯化条件被控制, 以生产具有约 0.33 的特性粘度的磺基聚酯。该磺基聚酯的熔体粘度在 240°C 和 1 拉德 / 秒剪切速率下被测量在约 3000–4000 泊的范围内。

[0431] 实施例 14：

[0432] 实施例 13 的磺基聚酯聚合物在纺粘生产线上被纺丝成有 16 个岛的双组分海岛横截面构型。第一个挤出机 (A) 进给 Eastman F61HC PET 聚酯熔体, 以形成在海岛结构中的岛。该挤出区段经过设置在约 290°C 的温度下熔化进入喷丝板口模的 PET。第二个挤出机 (B) 加工实施例 13 的磺基聚酯聚合物, 它在 260°C 的熔体温度下进给到喷丝头口模中。在双组分挤出物中 PET 与磺基聚酯的体积比被设定在 70/30, 这表示约 70/30 的重量比。穿过喷丝板的熔体输出速率是 0.6g/ 孔 / 分钟。双组分挤出物的横截面具有 PET 的圆形岛区域, 磺基聚酯聚合物分隔开这些区域。

[0433] 双组分挤出物通过使用吸气器组件进行熔体拉伸。在熔体拉伸过程中, 在没有断裂双组分纤维的情况下, 输入吸气器的空气的最高可用压力是 50psi。通过使用 50psi 空气, 双组分挤出物被熔体拉伸成具有约 1.4 的初纺旦尼尔值的双组分纤维, 当在显微镜下观察时双组分纤维具有约 12 微米的直径。在拉伸过程中的速度被计算是约 3900m/min。

[0434] 实施例 15

[0435] 实施例 13 的磺基聚酯聚合物通过使用双组分挤出生产线被纺丝成具有 64 根岛纤维的双组分海岛横截面 (构型) 纤维。第一个挤出机进给 Eastman F61HC 聚酯熔体, 以形成在海岛纤维截面结构中的岛。第二个挤出机进给磺基聚酯聚合物熔体, 以形成在海岛双组分纤维中的海。该聚酯的特性粘度是 0.61dL/g, 而干燥磺基聚酯的熔体粘度是通过使用以上所述的熔体粘度测量程序在 240°C 和 1 拉德 / 秒应变速率下所测量的大约 7000 泊。这些海岛双组分纤维是通过使用 198 孔的喷丝板和 0.85gms/ 分钟 / 孔的通过速率来制备的。在“岛”聚酯和“海”磺基聚酯之间的聚合物比率是 65% 比 35%。这些双组分纤维是对于聚酯组分使用 280°C 的挤出温度和对于磺基聚酯组分使用 260°C 的挤出温度来纺丝的。该双组分纤维含有许多的长丝 (198 根长丝) 并且在约 530 米 / 分钟的速度进行熔纺形成长丝, 该长丝具有约 14 的标称旦尼尔值 / 长丝。从 GoulstonTechnologies 获得的 24wt% PT 769 整理剂的整理溶液通过使用吻涂辊施涂器被施涂于双组分纤维上。该双组分纤维的长丝然后通过使用一组的分别加热至 90°C 和 130°C 的两个导丝辊和在约 1750 米 / 分钟的速度下操作的最终拉伸辊进行在生产线上的拉伸, 以提供约 3.3X 的长丝拉伸比, 形成拉伸的海岛型双组分长丝, 后者具有约 4.5 的标称旦尼尔 / 长丝或约 25 微米的平均直径。这些长丝包括具有约 2.5 微米的平均直径的聚酯微纤维“岛”。

[0436] 实施例 16

[0437] 实施例 15 的拉伸的海岛型双组分纤维被切成 3.2 毫米和 6.4 毫米切断长度的短长度纤维,因此,生产具有在海中有 64 个岛的横截面构型的短长度双组分纤维。这些短切双组分纤维包括聚酯的“岛”和水可分散的磺基聚酯聚合物的“海”。岛和海的截面分布沿着这些短切双组分纤维的长度是基本上一致的。

[0438] 实施例 17

[0439] 实施例 15 的拉伸海岛型双组分纤维在软水中浸泡约 24 小时,然后切成 3.2 毫米和 6.4 毫米切断长度的短长度纤维。在切成短长度纤维之前,该水可分散的磺基聚酯至少部分地乳化。因此进行岛从该海组分中的部分分离,生产出部分乳化的短长度海岛型双组分纤维。

[0440] 实施例 18

[0441] 实施例 16 的短长度海岛型双组分纤维通过使用 80℃的软水进行洗涤以除去该水可分散的磺基聚酯“海”组分,由此,释放出聚酯微纤维,其是双组分纤维的“岛”组分。洗涤过的聚酯微纤维使用 25℃的软水漂洗,以基本上除去大部分的“海”组分。洗涤过的聚酯微纤维的光学显微镜观察显示约 2.5 微米的平均直径和 3.2 和 6.4 毫米的长度。

[0442] 实施例 19

[0443] 实施例 17 的短切断长度、部分地乳化的海岛型双组分纤维通过使用 80℃软水进行洗涤以除去该水可分散的磺基聚酯“海”组分,由此,释放出属于纤维的“岛”组分的聚酯微纤维。洗涤过的聚酯微纤维使用 25℃的软水漂洗,以基本上除去大部分的“海”组分。洗涤过的聚酯微纤维的光学显微镜观察显示约 2.5 微米的平均直径和 3.2 和 6.4 毫米的长度的聚酯微纤维。

[0444] 对比实施例 20

[0445] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸 (hand sheets)。将 7.5gms 的从 International Paper, Memphis, Tennessee, U. S. A. 获得的 Albacel Southern Bleached Softwood Kraft (SBSK) 和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中,然后在 7000rpm 下制浆 30 秒以生产制浆混合物 (pulped mixture)。该制浆混合物与 7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中,达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产纸液浆 (pulp slurry)。该纸液浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该纸液浆制备手抄纸的程序是如下。将纸液浆倾倒在 25 厘米 × 30 厘米手抄纸模具中,同时继续搅拌。落阀 (drop valve) 被拉开,并让纸浆纤维在滤网上排干 (drain),以形成手抄纸。将 750 克 / 每平方米 (gsm) 吸墨纸 (blotter paper) 放置于所形成的手抄纸的上面,且该吸墨纸展平在该手抄纸上。滤网框架升高并翻转到清洁防粘纸 (clean release paper) 上并静置 10 分钟。滤网从所形成的手抄纸垂直地提升。将两片的 750gsm 吸墨纸放置于所形成的手抄纸的上面。手抄纸与三片的吸墨纸一起通过使用 Norwood Dryer 在约 88℃下干燥 15 分钟。除去一片吸墨纸,在手抄纸的各侧上留下一片吸墨纸。手抄纸通过使用 Williams 干燥器在 65℃下干燥 15 分钟。手抄纸然后通过使用 40kg 干压机进一步干燥 12-24 小时。除去吸墨纸,获得手抄纸样品。手抄纸被修边为试验用的 21.6 厘米 × 27.9 厘米尺寸。

[0446] 对比实施例 21

[0447] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸。将 7.5gms 的从 International Paper, Memphis, Tennessee, U. S. A. 获得的 Albacel Southern Bleached Softwood

Kraft (SBSK), 0.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉 (pre-gelatinized quaternary cationic potato starch) 和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中, 然后在 7000rpm 下制浆 30 秒以生产制浆混合物。该制浆混合物与 7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中, 达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产纸液浆。该纸液浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该纸液浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。

[0448] 实施例 22

[0449] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸。将 6.0gms 的从 International Paper, Memphis, Tennessee, U.S.A. 获得的 Albacel Southern Bleached Softwood Kraft (SBSK), 0.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉, 1.5gms 的实施例 16 的 3.2 毫米切断长度的海岛型纤维, 和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中, 然后在 7000rpm 下制浆 30 秒以生产纤维混合淤浆。该纤维混合淤浆被加热至 82°C 保持 10 秒以便乳化和除去在该海岛型纤维中的水可分散的磺基聚酯组分以及释放出聚酯微纤维。该纤维混合淤浆然后过滤 (strain), 以生产包含该磺基聚酯的磺基聚酯分散体和包含纸浆纤维和聚酯微纤维的含微纤维的混合物。该含微纤维的混合物进一步使用 500gms 的室温水漂洗以便进一步从该含微纤维的混合物中除去该水可分散的磺基聚酯。含微纤维的混合物与 7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中, 达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产含微纤维的淤浆。此含有微纤维的淤浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该含微纤维的淤浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。

[0450] 对比实施例 23

[0451] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸。将 7.5gms 的从 Johns Manville, Denver, Colorado, U.S.A. 获得的 MicroStrand 475-106 微玻璃纤维, 0.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中, 然后在 7000rpm 下制浆 30 秒以生产玻璃纤维混合物。该玻璃纤维混合物与 7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中, 达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产玻璃纤维淤浆。该玻璃纤维淤浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该玻璃纤维淤浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。

[0452] 实施例 24

[0453] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸。将 3.8gms 的从 Johns Manville, Denver, Colorado, U.S.A. 获得的 MicroStrand 475-106 微玻璃纤维, 3.8gms 的实施例 16 的 3.2 毫米切断长度海岛型纤维, 0.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中, 然后在 7000rpm 下制浆 30 秒以生产纤维混合淤浆。该纤维混合淤浆被加热至 82°C 保持 10 秒以便乳化和除去在海岛型双组分纤维中的水可分散的磺基聚酯组分以及释放出聚酯微纤维。该纤维混合淤浆然后过滤, 以生产包含该磺基聚酯的磺基聚酯分散体和包含玻璃微纤维和聚酯微纤维的含微纤维的混合物。该含微纤维的混合物进一步使用 500gms 的室温水漂洗以便进一步从该含微纤维的混合物中除去磺基聚酯。该含微纤维的混合物与

7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中, 达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产含微纤维的淤浆。含有微纤维的淤浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该含微纤维的淤浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。

[0454] 实施例 25

[0455] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸。将 7.5gms 的实施例 16 的 3.2 毫米切断长度海岛型纤维, 0.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中, 然后在 7000rpm 下制浆 30 秒以生产纤维混合淤浆。该纤维混合淤浆被加热至 82°C 保持 10 秒以便乳化和除去在海岛型纤维中的水可分散的磺基聚酯组分以及释放出聚酯微纤维。该纤维混合淤浆然后过滤, 以生产磺基聚酯分散体和聚酯微纤维。该磺基聚酯分散体包括水可分散的磺基聚酯。该聚酯微纤维使用 500gms 的室温水漂洗以便进一步从聚酯微纤维中除去该磺基聚酯。这些聚酯微纤维与 7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中, 达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产微纤维淤浆。微纤维淤浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该微纤维淤浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。

[0456] 实施例 20-25 的手抄纸样品进行测试, 性能提供在下表中。

[0457]

实施 编 号	组成	基 重 (gsm)	手 抄 纸 度(mm)	密 度 (gm/cc)	孔隙度 (秒/100 cc)	Greiner (kg/15mm)	拉伸强度 率(%)	断裂伸长 率(%)	拉伸×伸 长率
20	100% SBSK	94	0.45	0.22	4	1.0	7	7	
21	SBSK+ 4% 淀粉	113	0.44	0.22	4	1.5	7	11	
22	80% SBSK + 淀粉 + 20% 3.2mm 实施例 19 的聚酯微纤维	116	0.30	0.33	4	2.2	9	20	
23	100% 玻璃微束 475-106 + 淀粉	103	0.68	0.15	4	0.2	15	3	
24	50% 玻璃微束 475-106 + 50% 3.2mm 实施例 19 的聚酯微纤维 + 淀 粉	104	0.45	0.22	4	1.4	7	10	
25	100% 3.2mm 实施例 19 的聚酯微纤维	80	0.38	0.26	4	3.0	15	44	

[0458] 手抄纸基重通过称量手抄纸重量和计算每平方米的克重量 (gsm) 来进行测定。手抄纸厚度通过使用 Ono Sokki EG-233 厚度计来测量并作为毫米厚度来报导。密度是作为每

立方厘米的克重量来计算的。孔隙度是通过使用具有  $1.9 \times 1.9\text{cm}$  方口头 (square opening head) 和 100cc 容量的 Greiner Porosity Manometer 来测量的。孔隙度被报道为让 100cc 的水通过样品的以秒计的平均时间 (4 次重复)。对于六片  $30\text{mm} \times 105\text{mm}$  试验条, 使用 Instron Model TM 测量拉伸性能。为各实施例报道六次测量的平均值。从这些试验数据能够观察到, 通过本发明的聚酯微纤维的添加, 获得了湿法成网纤维结构的在拉伸性能上的显著改进。

[0459] 实施例 26

[0460] 实施例 13 的磺基聚酯聚合物通过使用双组分挤出生产线被纺丝成有 37 根岛纤维的双组分海岛横截面 (构型) 纤维。第一个挤出机进给 Eastman F61HC 聚酯, 形成在海岛截面结构中的“岛”。第二个挤出机进给水可分散的磺基聚酯聚合物, 形成在海岛型双组分纤维中的“海”。聚酯的特性粘度是  $0.61\text{dl/g}$ , 而干燥磺基聚酯的熔体粘度是通过使用以上所述的熔体粘度测量程序在  $240^\circ\text{C}$  和 1 拉德 / 秒应变速率下所测量的大约 7000 泊。这些海岛型双组分纤维是通过使用 72 孔的喷丝板和  $1.15\text{gms/分钟/孔}$  的通过速率来制备的。在“岛”聚酯和“海”磺基聚酯之间的聚合物比率是 2 比 1。这些双组分纤维是对于聚酯组分使用  $280^\circ\text{C}$  的挤出温度和对于水可分散的磺基聚酯组分使用  $255^\circ\text{C}$  的挤出温度来纺丝的。该双组分纤维含有许多的长丝 (198 根长丝) 并且在约 530 米 / 分钟的速度进行熔纺形成长丝, 后者具有 19.5 的标称旦尼尔值 / 长丝。从 Goulston Technologies 获得的 24wt% PT 769 整理剂的整理溶液通过使用吻涂辊施涂器被施涂于双组分纤维上。双组分纤维的长丝然后通过使用一组的分别加热至  $95^\circ\text{C}$  和  $130^\circ\text{C}$  的两个导丝辊和在约 1750 米 / 分钟的速度下操作的最终拉伸辊进行在生产线上的拉伸, 提供约 3.3X 的长丝拉伸比, 形成拉伸的海岛型双组分长丝, 后者具有约 5.9 的标称旦尼尔 / 长丝或约 29 微米的平均直径。这些长丝包括具有约 3.9 微米的平均直径的聚酯微纤维“岛”。

[0461] 实施例 27

[0462] 实施例 26 的拉伸的海岛型双组分纤维被切成 3.2 毫米和 6.4 毫米切断长度的短长度双组份纤维, 由此, 生产具有在海中有 37 个岛的横截面构型的短长度纤维。这些纤维包括聚酯的“岛”和水可分散的磺基聚酯聚合物的“海”。“岛”和“海”的截面分布沿着这些双组分纤维的长度是基本上一致的。

[0463] 实施例 28

[0464] 实施例 27 的短切长度海岛型纤维通过使用  $80^\circ\text{C}$  的软水进行洗涤以除去水可分散的磺基聚酯“海”组分, 因此, 释放出聚酯微纤维, 后者是双组分纤维的“岛”组分。洗涤过的聚酯微纤维使用  $25^\circ\text{C}$  的软水漂洗, 基本上除去大部分的“海”组分。洗涤过的聚酯微纤维的光学显微镜观察显示约 3.9 微米的平均直径和 3.2 和 6.4 毫米的长度。

[0465] 实施例 29

[0466] 实施例 13 的磺基聚酯聚合物通过使用双组分挤出生产线被纺丝成有 37 根岛纤维的双组分海岛型横截面 (构型) 纤维。第一个挤出机进给聚酯, 形成在海岛纤维截面结构中的“岛”。第二个挤出机进给水可分散的磺基聚酯聚合物, 形成在海岛型双组分纤维中的“海”。聚酯的特性粘度是  $0.52\text{dl/g}$ , 而干燥的水可分散的磺基聚酯的熔体粘度是通过使用以上所述的熔体粘度测量程序在  $240^\circ\text{C}$  和 1 拉德 / 秒应变速率下所测量的大约 3500 泊。这些海岛型双组分纤维是通过使用各有 175 个孔的两个喷丝板和  $1.0\text{gms/分钟/孔}$  的通过速率来制备的。在“岛”聚酯和“海”磺基聚酯之间的聚合物比率是 70% 比 30%。这些双组分

纤维是对于聚酯组分使用 280°C 的挤出温度和对于磺基聚酯组分使用 255°C 的挤出温度来纺丝的。该双组分纤维含有许多的长丝（350 根长丝）并且通过使用已加热至 100°C 的卷取辊在约 1000 米 / 分钟的速度进行熔纺形成长丝，后者具有约 9 的标称旦尼尔 / 长丝值和约 36 微米的平均纤维直径。24wt% PT 769 整理剂的整理溶液通过使用吻涂辊施涂器被施涂于双组分纤维上。双组分纤维的长丝被合并和然后在拉伸生产线上在 100 米 / 分钟的拉伸辊速度和 38°C 的温度下拉伸 3.0X，形成拉伸的海岛型双组分长丝，后者具有约 3 的平均旦尼尔 / 长丝值和约 20 微米的平均直径。这些拉伸的海岛型双组分纤维被切成约 6.4 毫米长度的短长度纤维。这些短长度海岛型双组分纤维包括约 2.8 微米的平均直径的聚酯微纤维“岛”。

[0467] 实施例 30

[0468] 实施例 29 的短切断长度海岛型双组分纤维通过使用 80°C 的软水洗涤以除去水可分散的磺基聚酯“海”组分，因此释放出属于该纤维的“岛”组分的聚酯微纤维。洗涤过的聚酯微纤维使用 25°C 的软水漂洗，基本上除去大部分的“海”组分。洗涤过的纤维的光学显微镜观察显示约 2.8 微米的平均直径和约 6.4 毫米的长度的聚酯微纤维。

[0469] 实施例 31

[0470] 湿法成网的微纤维原料 (stock) 手抄纸通过使用下列程序来制备。将 56.3gms 的实施例 16 的 3.2 毫米切断长度的海岛型双组分纤维，2.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉和 1410gms 的室温水加入到 2 升烧杯中，生产纤维淤浆。搅拌该纤维淤浆。将该纤维淤浆的四分之一量，约 352ml，加入到 1000ml 制浆机中并在 7000rpm 下制浆 30 秒。该纤维浆淤浆被加热至 82°C 保持 10 秒以便乳化和除去在海岛型双组分纤维中的水可分散的磺基聚酯组分以及释放出聚酯微纤维。该纤维淤浆然后过滤，以生产磺基聚酯分散体和聚酯微纤维。这些聚酯微纤维使用 500gms 的室温水漂洗以便进一步从聚酯微纤维中除去磺基聚酯。添加足够的室温水，来生产 352ml 的微纤维淤浆。该微纤维淤浆在 7000rpm 下再制浆 30 秒。这些微纤维被转移到 8 升金属烧杯中。该纤维淤浆的剩余四分之三类似地制浆，洗涤，漂洗和再制浆并转移到 8 升金属烧杯中。然后添加 6090gms 的室温水，达到约 0.49% 稠度 (7500gms 水和 36.6gms 聚酯微纤维) 以生产微纤维淤浆。该微纤维淤浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该微纤维淤浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。具有约 490gsm 的基重的微纤维原料手抄纸包括具有约 2.5 微米的平均直径和 3.2 毫米的平均长度的聚酯微纤维。

[0471] 实施例 32

[0472] 通过使用下列程序来制备湿法成网手抄纸。将 7.5gms 的实施例 31 的聚酯微纤维原料手抄纸，0.3gms 的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化的季铵阳离子马铃薯淀粉和 188gms 的室温水加入到 1000ml 制浆机中，然后在 7000rpm 下制浆 30 秒。该微纤维与 7312gms 的室温水一起被转移至 8 升金属烧杯中，达到约 0.1% 稠度 (7500gms 水和 7.5gms 纤维材料) 以生产微纤维淤浆。该微纤维淤浆通过使用高速度叶轮混合机搅拌 60 秒。从该淤浆制备手抄纸的程序的剩余部分与实施例 20 中相同。获得 100gsm 的具有约 2.5 微米的平均直径的聚酯微纤维的湿法成网手抄纸。

[0473] 实施例 33

[0474] 实施例 29 的 6.4 毫米切断长度的海岛型双组分纤维通过使用 80°C 的软水洗涤以

除去水可分散的磺基聚酯“海”组分，因此释放出属于双组分纤维的“岛”组分的聚酯微纤维。洗涤过的聚酯微纤维使用 25°C 的软水漂洗，基本上除去大部分的“海”组分。洗涤过的聚酯微纤维的光学显微镜观察显示约 2.5 微米的平均直径和 6.4 毫米的长度。

[0475] 实施例 34

[0476] 实施例 16、实施例 27 和实施例 29 的短切断长度的海岛型双组分纤维单独使用含有约 1wt% (基于双组分纤维的重量) 的从 Sigma-Aldrich Company, Atlanta, Georgia 获得的乙二胺四乙酸四钠盐 ( $\text{Na}_4$  EDTA) 的 80°C 软水进行洗涤，以除去水可分散的磺基聚酯“海”组分，由此，释放出属于双组分纤维的“岛”组分的聚酯微纤维。至少一种水软化剂如  $\text{Na}_4$  EDTA 的添加有助于从海岛型双组分纤维中除去水可分散的磺基聚酯聚合物。洗涤过的聚酯微纤维使用 25°C 的软水漂洗，基本上除去大部分的“海”组分。洗涤过的聚酯微纤维的光学显微镜观察显示聚酯微纤维的优异释放和分离。水软化剂如  $\text{Na}_4$  EDTA 在水中的使用防止在磺基聚酯上的任何  $\text{Ca}^{++}$  离子交换，这会不利地影响磺基聚酯的水可分散性。典型的软水可以含有至多 15ppm 的  $\text{Ca}^{++}$  离子浓度。希望的是，在这里所述的方法中使用的软水应该具有基本上零浓度的  $\text{Ca}^{++}$  和其它多价离子，或另外使用足够量的水软化剂如  $\text{Na}_4$  EDTA 来结合这些  $\text{Ca}^{++}$  离子和其它多价离子。这些聚酯微纤维能够通过使用前面公开的实施例的程序用于制备湿法成网纸张 (sheet)。

[0477] 实施例 35

[0478] 实施例 16 和实施例 27 的短切断长度的海岛型双组分纤维通过使用下列程序单独加工。将 17 克的从 Avebe, Foxhol, the Netherlands 获得的 Solivitose N 预凝胶化季铵阳离子马铃薯淀粉添加到蒸馏水中。在淀粉完全溶解或水解之后，然后将 429 克的短切断长度的海岛型双组分纤维慢慢地添加到该蒸馏水中以生产纤维淤浆。启动 Williams 旋转连续进料匀浆机 (Williams Rotary Continuous Feed Refiner) (5 英寸直径) 来匀浆或混合该纤维淤浆，以便提供足够的剪切作用让水可分散的磺基聚酯与聚酯微纤维分离。将贮浆池 (stock chest) 的内容物倾倒在 24 升不锈钢容器中，然后将盖子紧固。将不锈钢容器放置于丙烷蒸煮器上并加热，直到纤维淤浆在约 97°C 下开始沸腾为止，以便除去在海岛型纤维中的磺基聚酯组分和释放聚酯微纤维。在纤维浆淤浆达到沸腾状态后，它用手工搅拌桨叶进行搅拌。将不锈钢容器的内容物倾倒在带有 30 目筛网 (mesh screen) 的 27 英寸 × 15 英寸 × 6 英寸深 False Bottom Knucle 中，以生产磺基聚酯分散体和聚酯微纤维。该磺基聚酯分散体包括水和水可分散的磺基聚酯。该聚酯微纤维在该 Knucle 中用 10 升的 17°C 软水漂洗 15 秒，然后压挤以除去多余的水。

[0479] 将 20 克的聚酯微纤维 (按干燥纤维) 添加到 2000ml 的 70°C 水中，然后使用 2 升 3000rpm 3/4 马力水力碎浆机 (hydropulper) (由 Hermann Manufacturing Company 制造) 搅拌 3 分钟 (9,000 旋转)，以制造 1% 稠度的微纤维淤浆。通过使用前面在实施例 20 中所述的程序来制造手抄纸。

[0480] 这些手抄纸的光学和扫描电子显微镜观察显示该聚酯微纤维的优异分离和形成。