

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480014786.7

[51] Int. Cl.

D01F 2/06 (2006.01)

D01F 2/08 (2006.01)

D01D 5/253 (2006.01)

A61L 15/28 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008年10月1日

[11] 授权公告号 CN 100422402C

[22] 申请日 2004.3.8

[21] 申请号 200480014786.7

[30] 优先权

[32] 2003.3.27 [33] AT [31] A488/2003

[86] 国际申请 PCT/AT2004/000074 2004.3.8

[87] 国际公布 WO2004/085720 德 2004.10.7

[85] 进入国家阶段日期 2005.11.28

[73] 专利权人 连津格股份公司

地址 奥地利连津格

[72] 发明人 J·施米德鲍尔 H·施米德

C·博赞 D·T·布莱尔

[56] 参考文献

DE1064678A 1959.9.3

CN1668787A 2005.9.14

WO2004005595A 2004.1.15

NL102587A 1962.9.17

审查员 王趁红

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 卢新华 李连涛

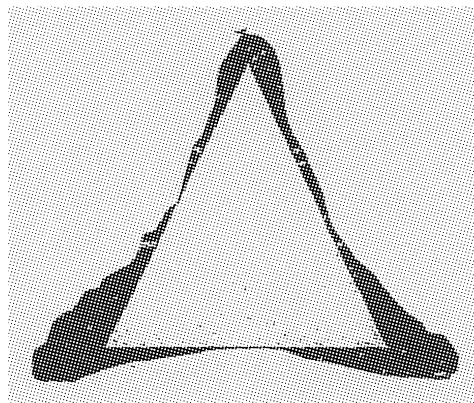
权利要求书2页 说明书13页 附图6页

[54] 发明名称

实心再生标准粘胶纤维

[57] 摘要

本发明涉及一种再生的实心标准粘胶纤维，其截面面积为内切该截面的最大的等边三角形的面积的不到2.50倍，优选不到2.40倍，特别优选不到2.25倍。此外本发明纤维的上述定义的 Syngina 吸收性大于6.0g/g 纤维。



1. 一种实心再生标准粘胶纤维，其横截面面积为内切该横截面的最大的等边三角形的面积的不到 2.50 倍，其纤度为 0.5 dtex - 6.0 dtex，并且其 Syngina 吸收性大于 6.0 克/克纤维。
2. 权利要求 1 的纤维，其横截面面积为内切该横截面的最大的等边三角形的面积的不到 2.40 倍。
3. 权利要求 1 的纤维，其横截面面积为内切该横截面的最大的等边三角形的面积的不到 2.25 倍。
4. 权利要求 1 - 3 之一的纤维，其呈人造短纤维形状。
5. 权利要求 1 - 3 之一的纤维，其纤度为 2.5 dtex - 4dtex。
6. 权利要求 1 - 3 中任一项的纤维，其水保留性值按 DIN 53814 测定为 70 - 110%。
7. 权利要求 6 的纤维，其水保留性值为 80 - 90%。
8. 一种制备权利要求 1 - 7 中任一项的纤维的方法，其包括下列步骤：
 - 通过有纺丝孔的纺丝嘴将标准粘胶纺丝溶液纺丝入再生槽中，由此形成细丝，
 - 所述纺丝孔具有多枝开孔，
 - 所述开孔的枝的长宽比小于 3 : 1，
 - 所述粘胶纺丝溶液的熟成指数为 10 - 20° Hottenroth，
 - 粘胶纺丝溶液按纤维素计含有 0.1 - 7 重量%的粘胶改性剂，所述粘胶改性剂是分子量为 600 - 3000 的聚乙二醇，
 - 其中所述再生槽含：
 - 70 - 100 g/l 的硫酸，
 - 240 - 380 g/l 的硫酸钠，
 - 5 - 30 g/l 的硫酸锌，
 - 所述再生槽的温度为 25 - 55℃，
 - 所述细丝按已知方法拉伸和继续处理。
 - 9. 权利要求 8 的方法，其特征在于，所述纺丝孔具有三枝开孔。
 - 10. 权利要求 8 的方法，其特征在于，所述粘胶纺丝溶液的熟成指数为 12 - 16° Hottenroth。
 - 11. 权利要求 8 的方法，其特征在于，粘胶纺丝溶液按纤维素计含有 2 - 6 重量%的粘胶改性剂。

-
12. 权利要求 8 的方法，其特征在于，所述再生槽含：
- 75 - 85 g/l 的硫酸，
 - 270 - 300 g/l 的硫酸钠，和
 - 7 - 12 g/l 的硫酸锌。
13. 权利要求 8 的方法，其特征在于，所述再生槽的温度为 30 - 35 °C。
14. 权利要求 8 的方法，其特征在于，所述粘胶改性剂是分子量为 1200 - 1500 的聚乙二醇。
15. 权利要求 8 - 13 之一的方法，其特征在于，所述细丝用脂肪酸酯处理。
16. 权利要求 15 的方法，其特征在于，所述脂肪酸酯是聚氧乙烯脱水山梨糖醇脂肪酸酯。
17. 一种吸收性产品，其中含人造短纤维形式的权利要求 1 - 7 的纤维。
18. 权利要求 17 的产品，其为棉塞。

实心再生标准粘胶纤维

本发明涉及一种实心再生标准粘胶纤维及其制备方法。

按通常用于制备棉塞的现有技术的纤维材料是常用的粘胶纤维，即所谓的三叶形粘胶纤维和棉花。这种纤维的比吸收性按下面要描述的 Syngina 试验对棉花为约 4.5g/g，对通常的粘胶纤维为 5.5g/g 和对三叶形的粘胶纤维为 6.5g/g。

棉塞制造商的目的在于，以最小的纤维材料耗费和成本达到确定的吸收度。

棉花由于其吸收性不足已逐渐不再用作棉塞的纤维材料，而三叶形粘胶纤维与通常的粘胶纤维相比在制备上极其昂贵，并且极难加工成棉塞。

为提高纤维素纤维的吸收性，曾报道过各种方法：

1. 通过单体在纤维素纤维上接枝的化学改性，
2. 通过在纤维素基体中引入吸收性聚合物如羧甲基纤维素、脱乙酰壳多糖、纤维素氨基甲酸酯、藻酸盐或瓜尔糖化学改性，
3. 纤维的物理改性，如空心纤维或重合的空心纤维，如由 US-A 4129679 中所知，或
4. 多枝状纤维（所谓的“三叶形”纤维），可其通过至少有 3 枝的多枝挤出孔的纺丝嘴得到，该枝的长宽比为 2:1-10:1，如由 EP-A 10301874 所知的。

纤维素纤维的化学改性的缺点在于，对非常敏感性的医学应用如棉塞需要耗费和耗时的毒理和生理试验程序，并且尽管该化学试剂可能认为是安全的，但中毒性休克综合症（TSS）的发生妨碍了大部分棉塞制造商应用化学改性的纤维材料。

空心纤维或重合的空心纤维的缺点在于，由于其高的水保留性，所以难以制备，因此在洗涤该纤维时会强烈膨胀，并由于在干燥时形成氢键引起相互粘合，使其在干燥状态下变脆，在湿状态下变成肥皂质，并难以分开和难以加工成起绒的织物。

虽然将三叶形纤维加工成棉塞是相当难的，但近年来三叶形纤维的应用经历了不断地增长。该纤维的短枝是易于破碎的，并易于受到

在纤维加工时，特别是在起绒以形成纤维粉时所施加的机械力的损害。

在美国专利 5634914 及 5458835 和 EP-A10301874 中描述了多枝粘胶纤维的制备。其公开的方法描述了将含一定量的在现有技术中已知的改性剂的常用的粘胶纤维通过多枝型挤出孔，特别是用三叶形挤出孔纺丝到通常的沉降槽中。该方法的基本特征在于，在纺丝嘴中的多枝挤出孔的形状类似于该细丝的所需截面形状。按该文件的教导，该纺丝嘴孔的几何形状决定了该纤维截面的形状，并通过该挤出孔的相应设计可得到一定长宽比的纤维截面。

此外关于多枝纤维的现有技术提及，与现有技术的粘胶纤维相比，该多枝纤维具有增高的吸收性，特别是在棉塞中，并且这种纤维具有至少 3 枝，其每枝的长宽比必须至少为 2:1，最优选 3:1-5:1。该长宽比越大，该纤维的自由体积度和吸收性越大，其前提是该枝不能长和细到会自行发生向后弯曲的程度。

在该文件中无进一步证据地提到，在慢再生纺纱条件下如降低酸度和/或增高硫酸盐浓度和/或加入粘胶改性剂等条件下甚至还可达到该多枝纤维的更高吸收性。

此外由 US-A 4362159 中已知在粘胶纤维截面中的空腔可提高该纤维的吸收性和由此制备的产物的吸收性。另外 US-A 4129679 公开了由于细丝束可在相邻的细丝的枝之间含大量的孔隙水，所以粘胶纤维的多枝截面可赋予由该细丝制成的产物以较好的吸收性。

现令人意外的发现，可由具有多枝开孔的纺丝嘴制备粘胶纤维，其中该纤维的横截面基本上呈三角形而无长宽比至少为 2:1 的枝。该纤维避免了多枝纤维的缺点，但令人意外的是该纤维尽管无多枝横截面但具有很高的吸收性。

由此本发明涉及一种实心再生标准粘胶纤维，其横截面面积是内切该截面的最大的等边三角形的面积的不到 2.50 倍，优选不到 2.40 倍，特别优选不到 2.25 倍，并且其如下定义的 Syngina 吸收性大于 6.0 g/g 纤维。

对本发明的目的而言，术语“实心”应表示该纤维具有非空心的或重合的实心结构。

术语“标准”应表示该纤维是一种通过粘胶工艺得到的再生纤维

素纤维，其在调湿状态下的抗断强度 B_c [cN] 小于 $1.3 \cdot \sqrt{T} + 2T$ 且在湿态下的拉伸 5% 所需的力 B_m [cN] 小于 $0.5 \cdot \sqrt{T}$ ，其中 T 是平均线密度，单位为 dtex。

本发明纤维的横截面近似于三角形。该三角形最好可通过该纤维横截面的面积与内切该截面的最大的等边三角形的面积的比较来定义。

该纤维截面的面积与该最大内切三角形的面积之间的差越小，则该纤维截面越相似于三角形。

如图 1 所示，在更为相似的三角形情况下，该纤维截面的面积不会比内切该截面的最大等边三角形的面积大很多。

但按图 2，如果三角形是内切于具有长宽比大于 2:1 的枝的三叶形横截面的纤维，则该纤维截面的面积会比内切三角形的面积大得多。

按本发明，该纤维截面的面积和内切的最大等边三角形面积之间的比应小于因子 2.50，优选小于因子 2.40，特别优选小于因子 2.25，其中该截面面积和该因子按下面将详述的方法测定。对本发明的目的而言，该因子应称为“ δ 比”。

Dr. Erich Treiber 的论文“Verzug, Verstreckung und Querschnittsmodifizierung”，Chemiefasern 5/1967, 344-348，公开了用三叶形的纺丝嘴制备的具有高湿模量 (HWM) 的细丝。该细丝的纤度为 3.3 den，在调湿状态下的强度为 4 g/den，在湿态下的强度为 2.4 g/den，伸长率为 10% 或 14%。该细丝的截面示于该公布件的图 8a) 中， δ 比为 1.67。

Treiber 公开件未说明这种细丝的吸收特性。本领域专业人员通常可预计，HWM 纤维的水保留性明显小于粘胶纤维的水保留性。

本发明的纤维优选呈人造短纤维形状。

该纤维的纤度可为 0.5 dtex (分特) - 6.0 dtex，优选 2.5 dtex - 4 dtex。

虽然本发明的纤维是实心纤维且不具有其长宽比大于 2:1 的枝，但如 EP-A1 1301874 中所公开的，该纤维具有优异的吸收特性：

· 比 Syngina 吸收性按下面显示的试验方法为大于 6.0 g/g

· 水保留性按 DIN 53814 用 W_t 计算法为 70-110%，优选 80-90%。

此外，本发明的纤维由于其特性截面，所以比三叶形纤维更不易碎，并在起绒时具有优异的可加工性。

本发明的纤维完全适用于吸收性产品如棉塞。因此本发明还提供一种含人造短纤维形式的本发明纤维的吸收性产品如棉塞。

已发现，本发明的纤维可通过一种包括下列步骤的方法制备：

- 通过有纺丝孔的纺丝嘴将标准粘胶纺丝溶液纺丝入再生槽中，由此形成细丝，
- 该纺丝孔具有多枝开孔，优选为三枝开孔，
- 该开孔的枝的长宽比小于 3:1，
- 该粘胶纺丝溶液的熟成指数为 10 - 20° Hottenroth (霍顿罗氏)，优选 12 - 16° Hottenroth，
- 该粘胶纺丝溶液含按纤维素计为 0.1 - 7 重量%，优选 2 - 6 重量%的纤维素改性剂，
- 该再生槽含：
 - 70 - 100 g/l，优选 75 - 85 g/l 的硫酸，
 - 240 - 380 g/l，优选 270 - 300 g/l 的硫酸钠，
 - 5 - 30 g/l，优选 7 - 12 g/l 的硫酸锌，
 - 该再生槽的温度为 25 - 55℃，优选 30 - 35℃，
 - 该细丝按已知方法拉伸和继续处理。

对于本发明目的，标准粘胶纺丝溶液是现有技术的用于制备标准粘胶纤维的粘胶溶液，该纤维通常的特征是：纤维素浓度大于 7 重量%，优选大于 8 重量%；碱性比小于 0.9，通常约 0.6； γ 值低于 50；熟成指数为 20° Hottenroth 和低于此值。

该粘胶改性剂优选是分子量为 600 - 3000，优选 1200 - 1500 的聚乙二醇。

在本说明书中的重量%均基于纤维素重量计算。

在本发明方法的优选实施方案中，用脂肪酸酯处理该细丝。用于处理该细丝的脂肪酸酯优选是聚氧乙烯脱水山梨糖醇脂肪酸酯如 TWEEN®20 (从 ICI Surfactants 得到)。

处理该细丝的脂肪酸酯的量为 0.03 - 0.7 % (基于纤维素计算的 w/w)，优选 0.3 - 0.4 %。

细丝的拉伸和进一步处理 (如剪切、精整和干燥) 可通过本领域

专业人员已知的方法实现。通常该细丝在离开再生槽后在第二槽和/或在空气中以拉伸比为 40% - 90%，优选 55% - 70% 进行拉伸。

在制备三叶形纤维的现有技术方法中，如 EP-A1 0301874 的实验部分所述，所应用的再生条件使纤维截面可快速固化成从三叶形纺丝嘴孔挤出的同一形状。

但在本发明方法中，最重要的是要均衡工艺参数，以使由三叶形纺丝嘴挤出的细丝慢慢再生，这样可使细丝将枝向芯聚集，由此形成基本上是三角形的截面（下面以“ Δ 形”表示）。

对某些粘胶组合物可实现慢的再生工艺，这时如将粘胶改性剂计量加入到纺丝溶液中，并结合以降低硫酸浓度和采用低的纺丝槽温度。

可证实，在通过有三叶形开孔的纺丝嘴纺丝时为保持 Δ 形纤维而不是 Y 形纤维，改性剂和慢再生纺丝槽的组合似乎是特别重要的。

在不加入改性剂时，甚至当硫酸浓度和纺丝槽温度均降低时，从三叶形纺丝嘴所得的纤维截面也为 Y 形。

但当将一定量的改性剂如 PEG 1500 加到粘胶纺丝溶液中时，在同样条件下纺丝出的纤维的截面是 Δ 形截面。

另一方面，无论加有改性剂或未加改性剂，应用含较高硫酸浓度的常用的纺丝槽所得的纤维具有 Y 形截面。

在应用具有长宽比相当小如稍大于 2:1 或稍小于 2:1 的三枝的开孔的纺丝嘴时，甚至当采用含较高硫酸浓度的纺丝槽时也可制备 Δ 形纤维。

或者，可采用具有三角形孔的纺丝嘴代替三叶形纺丝嘴制备本发明的纤维。在此情况下，必需如此调节再生条件，即要使其适于保持纤维的三角形截面。已表明，将具有碱比为 0.6 的标准粘胶纺丝溶液用有等边三角形孔的纺丝嘴纺入通常的纺丝槽中或纺入加有或未加聚乙二醇作为改性剂的慢再生纺丝槽中时均不会产生其 δ 比低于 2.50 和 Syngina 吸收性大于 6 g/g 纤维的纤维。但如果将具有高碱比的粘胶纤维用三角形纺丝嘴纺入含高浓度硫酸锌的纺丝槽中，则可得到本发明的 Δ 形纤维。

令人意外地发现，具有上述定义的三角形截面的纤维比通常的粘胶纤维有更好的 Syngina 吸收性，即达到三叶形粘胶纤维的相同程度

或甚至比其更好, 尽管其截面完全不包含长宽比大于 2:1 的枝。此外, 由于本发明的纤维的密实的形状, 其在起绒和制造棉塞时具有显著的优点。

附图简述

图 1 示出内切于三角形纤维截面的三角形。

图 2 示出内切于本发明的三叶形纤维的三角形。

图 3 示出实施 Syngina 试验方法所用的设备。

图 4 示出用于制备 Syngina 试验方法的试样的机械压机。

图 5 是图 4 中机械压机的沿 A-A 线方向的截面图。

图 6 是图 4 中机械压机的沿 B-B 线方向的截面图。

图 7 是图 5 中区域 Y 的放大截面图。

图 8 是图 6 中区域 Z 的放大截面图。

图 9-15 示出按实施例 1-7 制备的纤维形状的放大图。

试验方法

纤维横截面的微观结构摄像

使一束平行排列的短纤维穿过不锈钢板中的直径为 1-2 mm 的孔。平行于钢板的表面用刀片切去突出的纤维。将该板置于显微镜下, 以 1070:1 的放大倍数拍摄纤维横截面的显微照片。

测定内切的最大等边三角形和测定纤维截面面积和最大内切三角形面积之间的倍数

该测定可用个人电脑利用已知的图形软件和专用的程序计算机软件按下面的描述进行。

1) 将各纤维断面图转移到位图上, 这时色值可识别相对本底的纤维。仅选用适于图示判定的这种纤维, 即其可完全可见和易于与相邻的断面图分开且形成对本底的强反差的纤维。该纤维截面用粗栅格覆盖。该栅格的大小约是截面图宽或截面图高的 1/20。

2) 对高和 y 轴之间的固定的角测定在该截面图中可画出的具有重心 C 的最大三角形, 这时逐渐增大该三角形的边长直到达该截面图的边界。

3) 如 2) 对所有在栅格中的重心和对 $0^{\circ} - 360^{\circ}$ 的所有角以 0.5° 的步长计算该最大的三角形，并确定相应该最大可能的三角形的重心。之后对该点周围区域的象素 (x, y) 测定具有该重心 (x, y) 的最大三角形，由此可得出内切的最大可能的等边三角形。

4) 该纤维截面的面积通过识别该纤维的色象素测定。该最佳等边三角形的面积按 3) 测定。 δ 比通过该纤维截面的面积除以该最佳等边三角形的面积求得。

对来自同一试样的总数为 12 根纤维重复该程序，并计算平均 δ 比。

Syngina 试验

Syngina 试验测定在棉塞中的纤维的吸收性。下面描述的试验是 EDANA 试验方法 ERT 350.0-02 的简化方案。

图 3 是实施该试验方法的设备，其中

- | | |
|---------------|-------------|
| 1 | 表示测量池 |
| 2 | 表示加料容器 |
| 3 | 表示溢流管 |
| 4 | 表示排出口 |
| 5 | 表示安全套 |
| 6, 7, 11 和 13 | 表示各为橡胶环 |
| 8 | 表示棉塞或含棉塞形插塞 |
| 9 | 表示管 |
| 10 | 表示送料管 |
| 12 | 表示排出口 |
| 13 | 表示量筒 |
| A, B | 表示阀 |

该试验方法的原理在于，通过在弹性膜内的棉塞上施加由安全套形成的标准压力以在实验室模拟阴道内的环境。

通过引入一定量的液体直到该棉塞漏液，也可测定水保留性和液体吸收性以及排水量。测定该棉塞在试验前（干燥）和试验后（湿）的重量，以计算所吸收液体的重量。

试剂

应用蒸馏水或去离子水作为 Syngina 试验液体。

试样的制备

称量 2.75 g 湿度为 8-11% 的短纤维，并将其加入到装有旋转部件 3 的 USTER MDTA 3 型的梳棉机中。梳轧速度为 1390 rpm。每循环为 75 秒。将所得的约长 90 cm 的梳理带折叠三次形成长为 30 cm 的带，其经两辊间压制或在压辊上压实。在梳理带压实时施加过大的压力可导致刚性的卡纸型材料，这是要避免的。

将经压实的梳理带的重量调节到 2.70 g，并将其送入设备中，通过卷绕形成圆柱形。在该过程中该卷由 150 g 重的对接圆柱体下垂。

之后将该试样送入压机中制塞。这是可形成棉塞形插塞的机器。该插塞与市售的指状棉塞有同样的体积、同样的质量和同样的纤维取向，包括沿圆柱体的边形的 8 条槽。该插塞以 110 Nm 压 10 分钟，并基于冗余度原因在试验前直接重新称重。

在图 4-8 中示出压机，用此压机制备实施 Syngina 试验的棉塞形压制块。

该压机 41 安装在基板 42 上，并由刚性安装的下固定件 43 和借助于升降装置 47 可水平旋转和垂直位移的上固定件 45 组成，在下固定件 43 中安装有下夹紧装置 44，用上固定件 45 连接上夹紧装置 46。

图 5 示出图 4 中通过上夹紧装置 46 的 A-A 线的截面图。该上夹紧装置包括 4 个上夹紧齿 461-464。

图 6 示出图 4 中通过下夹紧装置 44 的 B-B 线的截面图。该下夹紧装置包括 4 个下夹紧齿 441-444。

图 7 示出图 5 中区域 Y 的放大部分。该 4 个上夹紧齿 461-464 的准确尺寸由图 7 中的尺寸值（单位为 mm）给出。用点划线示出上夹紧齿 442。

图 8 示出图 6 中区域 Z 的放大部分。该 4 个下夹紧齿 441-444 的准确尺寸由图 8 中的尺寸值（单位为 mm）给出。用点划线示出上夹紧齿 463。

为制备试样将预先制成的密实的和卷起的梳理带（重量=2.7 g）

垂直送入在下夹紧齿 441 - 444 中，并借助于转矩测定计扳手施加轻压而固定在下夹紧齿上。接着旋转和向下移动上夹紧装置 46，直到下夹紧齿 441 - 444 和上夹紧齿 461 - 464 齐平，并且如图 7 和 8 所示，总是呈相互交替相邻。该卷起的梳棉带现处于通过夹紧齿 441 - 444 或 461 - 464 所预先确定的腔 48 中（见图 7 和 8），并接着通过紧缩夹紧齿而受压。为此将转矩扳手插入在下固定件 43 中所提供的四边形凹槽（未示出）中，并用力拧紧，以使转矩达 110 Nm。压制过程持续 10 分钟。以此方法该压制块得到其具有 8 条槽的特征性形状。

该插塞可不经改变即可用于 Syngina 试验。该插塞长度约为 53 mm，其直径为 14 - 15 mm；至少 7 天其不会改变长度尺寸和径向尺寸。

如果应用棉塞作为试样，则必须去除包封层或敷料。该试样应在试验前打开包装并剪去拆卸带。

每次试验的试样数应为 3 个。

安全套安置和安全套替换

应用直的未涂油的抗拉强度为 17 Mpa 和 30 Mpa 的安全套作为试验膜。将该安全套开包并散开。在该安全套上从开口端起起的 20 mm 和 160 mm 处作出标记。

借助于棒将安全套通过试验设备的室 1 送入（图 3），以使 160 mm 标记处于室 1 的较小开口边缘处（室 1 的底部）。

将安全套的尖端剪去，并用橡胶带固定以使 160 mm 的标记仍处于室 1 的较小开口边缘处。

通过室 1 的大开口拉出该安全套，以使 20 mm 的标记处于该开口的边缘处，并在那里用橡胶带固定。

如果 (a) 被测安全套不密封则要替换或 (b) 每月进行替换，依哪种情况首先发生而定。

程序

按上述步骤“试样的制备”所制备的棉塞或压制的插塞称重尽可能准确到 0.01 g。记录下该重量值。

在该试验装置的室 1 是空时，如图 3 所示将棉塞 8 送入安全套 5 中，使棉塞的中间处于室 1 的中间，并且下端（拆卸带存在处的端）

位于室 1 的底部。利用镊子有助于将该插塞定位于该槽的中心。

之后打开阀 A，用水充满室 1。将小管 9 插入室 1，以使与棉塞/插塞 8 的上端相接触。再将阀 A 关闭。

然后打开阀 B 以使压力平衡（建立相当 170 mm 水柱的压力，如在图 3 中所示）。该送料管 10 随橡胶环插入。将 25 ml 的试验液体充入管 10 中。并启动停表。

3 分钟后将阀门 B 关闭（除还总有一些水从排出口 4 流出外）。如果还有液体在送料管 10 和小管 9 的上面，则用 Socorex 移液管吸出。去除进料管 10，并提起测量池。

去除管 9，打开阀 A，并松弛安全套，由此使其易用镊子取出棉塞/插塞 8。之后关闭阀门 A 并固定室 1。

将取出的棉塞/插塞立即称重，尽可能准确到 0.01 g。记录湿重。从室 1 排出其余的水。

该试验应采用同样纤维试样的新插塞重复三次。

为此试验室 1 应充满无气泡。

计算和结果说明

按如下计算每个试样棉塞/插塞的吸收性：

$A = B - C$ ，其中

A=该棉塞/插塞的吸收性，单位克

B=经饱和（湿的）棉塞/插塞的重量，单位克

C=干棉塞/插塞的重量，单位克

结果表示到头三位小数。计算全部数量试验试样的平均吸收性。

计算以克试验液体每克纤维表示的比 Syngina 吸收性，其可由平均吸收性（A）除以单位为克的干棉塞/插塞的平均重量（C）得到。

水保留性

纤维的水保留性按 DIN 53814 所述试验方法测定。其中应用 Wt 计算法。

水容量

纤维的水容量按关于吸收性粘胶填料的试验方法测定，其描述于

欧洲药典 401/2002 : 0034 中。

实施例 1 : Δ 形纤维

含 8.70% 纤维素、5.20% 碱和 2.3% 硫，熟成指数为 14.2° Hottenroth 和 58 秒落球粘度 (bfs, 按 Zellcheming-Merkblatt III/5/E 测定) 的粘胶在 32℃ 下用三叶形纺丝嘴喷入含 76.5 g/l 硫酸、272 g/l 硫酸钠和 10.4 g/l 硫酸锌的再生槽中。该纺丝嘴有 625 个有 72x33 μm (长宽比为 2.18) 的 3 枝的三叶形的孔。纺丝前, 将 5 重量%的聚乙二醇 1500 的水溶液加到粘胶中。

纺丝速度为 50 m/min。该细丝在含 17 g/l 的硫酸的热的第二槽中拉伸约 55%, 截成 40 mm 长的短纤维, 经洗涤、脱硫、漂白, 在 70℃ 和 pH 值为 5 时用 10 g/l 的聚氧乙烯-脱水山梨糖醇-脂肪酸酯 (Tween 20, 由 ICI Surfactants 得到) 精整、并干燥。

该纤维的纤度为 3.0 dtex, 水保留性为 103% 和吸水值为 23.8 g/g。按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 6.7 g/g。该纤维的 δ 比为 2.26。其典型形状示于图 9。

对比实施例 2: 不应用改性剂的纺丝

在与实施例 1 相同的条件下纺丝粘胶纤维, 但不加聚乙二醇到粘胶中。

该纤维的纤度为 2.9 dtex, 水保留性为 120% 和吸水值为 24.8 g/g。按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 5.9 g/g。

该纤维的 δ 比为 4.85。其三叶形形状示于图 10。

对比实施例 3: 再生槽中有高硫酸含量

含 8.65% 纤维素、5.16% 碱和 2.3% 硫, 熟成指数为 14° Hottenroth 和 63 bfs 粘度的粘胶在 49℃ 下用三叶形纺丝嘴如实施例 1 所述喷入含 131 g/l 硫酸、367 g/l 硫酸钠和 11 g/l 硫酸锌的再生槽中。纺丝前, 将 2.5 重量%的聚乙二醇 1500 的水溶液加到粘胶中。

纺丝速度为 50 m/min。该细丝在含 19 g/l 的硫酸的热的第二槽中拉伸约 76%, 截成 40 mm 长的短纤维, 经洗涤、脱硫、漂白, 在 70℃ 和 pH 值为 5 时用 5 g/l 的聚氧乙烯-脱水山梨糖醇-脂肪酸酯 (Tween

20, 由 ICI Surfactants 得到) 精整、并干燥。

该纤维的纤度为 3.2 dtex, 水保留性为 87% 和吸水值为 23.7 g/g。
按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 6.6 g/g。

该纤维的 δ 比为 4.07。其典型形状示于图 11。

实施例 4: Δ 形纤维

含 8.65% 纤维素、5.14% 碱和 2.3% 硫, 熟成指数为 13.6° Hottenroth 和 65 bfs 粘度的粘胶在 31℃ 下用三叶形纺丝嘴如实施例 1 所述喷入含 85 g/l 硫酸、276 g/l 硫酸钠和 11 g/l 硫酸锌的再生槽中。纺丝前, 将 5 重量% 的聚乙二醇 1500 的水溶液加到粘胶中。

纺丝速度为 50 m/min。该细丝在含 19 g/l 的硫酸的热的第二槽中拉伸约 55%, 截成 40 mm 长的短纤维, 经洗涤、脱硫、漂白, 在 70℃ 和 pH 值为 5 时用 10 g/l 的聚氧乙烯-脱水山梨糖醇-脂肪酸酯 (Tween 20, 由 ICI Surfactants 得到) 精整、并干燥。

该纤维的纤度为 2.9 dtex。按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 6.9 g/g。该纤维的 δ 比为 1.91。其典型形状示于图 12。

实施例 5: Δ 形纤维, 短枝三叶形纺丝嘴

含 8.67% 纤维素、5.15% 碱和 2.3% 硫, 熟成指数为 15° Hottenroth 和 62 bfs 粘度的粘胶在 53℃ 下用三叶形纺丝嘴喷入含 85 g/l 硫酸、277 g/l 硫酸钠和 11 g/l 硫酸锌的再生槽中。该纺丝嘴有 625 孔, 其中每孔有在等边三角形的芯上有 3 条 45x33 μm (长宽比为 1.36) 的枝。外接圆的半径为 80 μm 。纺丝前, 将 5 重量% 的聚乙二醇 1500 的水溶液加到粘胶中。

纺丝速度为 50 m/min。该细丝在含 17.6 g/l 的硫酸的热的第二槽中拉伸约 55%, 截成 40 mm 长的短纤维, 经洗涤、脱硫、漂白, 在 70℃ 和 pH 值为 5 时用 5 g/l 的聚氧乙烯-脱水山梨糖醇-脂肪酸酯 (Tween 20, 由 ICI Surfactants 得到) 精整、并干燥。

该纤维的纤度为 3.2 dtex, 水保留性为 78.5% 和吸水值为 18.6 g/g。按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 6.1 g/g。

该纤维的 δ 比为 1.63。其典型形状示于图 13。

实施例6：△形纤维，三角形纺丝嘴

含 8.23% 纤维素、7.15% 碱和 2.20% 硫，熟成指数为 14.5° Hottenroth 和 52 bfs 粘度的粘胶在 49℃ 下用三角形纺丝嘴喷入含 98 g/l 硫酸、351 g/l 硫酸钠和 28.2 g/l 硫酸锌的再生槽中。该纺丝嘴有 625 孔，其中每孔有 $s=129\ \mu\text{m}$ 的等边三角形形状。

纺丝速度为 55 m/min。该细丝在含 19.6 g/l 的硫酸的热的第二槽中拉伸约 82%，截成 40 mm 长的短纤维，经洗涤、脱硫、漂白，在 70℃ 和 pH 值为 5 时用 10 g/l 的聚氧乙烯-脱水山梨糖醇-脂肪酸酯 (Tween 20, 由 ICI Surfactants 得到) 精整、并干燥。

该纤维的纤度为 2.96 dtex。按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 6.4 g/g。

该纤维的比值为 2.03。其典型形状示于图 14。

对比实施例7：用 89x25 μm 纺丝嘴（长宽比为 3.56）纺丝的三叶形纤维

含 8.80% 纤维素、5.20% 碱、熟成指数为 13.5° Hottenroth 和粘度为 70 bfs 的粘胶在 30℃ 下用三叶形纺丝嘴喷入含 76 g/l 硫酸、266 g/l 硫酸钠和 10.4 g/l 硫酸锌的再生槽中。该纺丝嘴有 625 个有 89x25 μm (长宽比为 3.56) 的 3 条枝的三叶形的孔。纺丝前，将 5 重量%的聚乙二醇 1500 的水溶液加到粘胶中。

纺丝速度为 50 m/min。该细丝在含 17 g/l 的硫酸的热的第二槽中拉伸约 55%，截成 40 mm 长的短纤维，经洗涤、脱硫、漂白，在 70℃ 和 pH 值为 5 时用 10 g/l 的聚氧乙烯-脱水山梨糖醇-脂肪酸酯 (Tween 20, 由 ICI Surfactants 得到) 精整、并干燥。

该纤维的纤度为 2.97 dtex，吸水值为 25.0 g/g。按上述 Syngina 试验的 Syngina 吸收性为 6.8 g/g。

该纤维的 δ 比值为 2.64。其典型形状示于图 15。

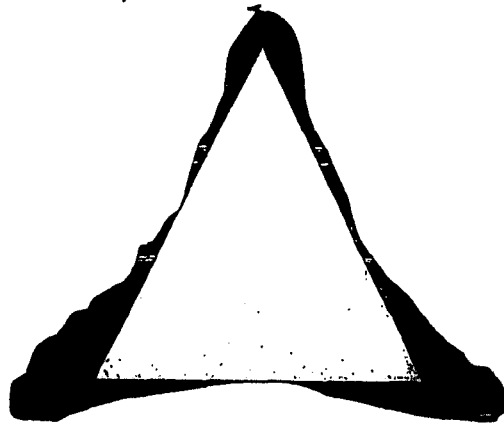


图 1

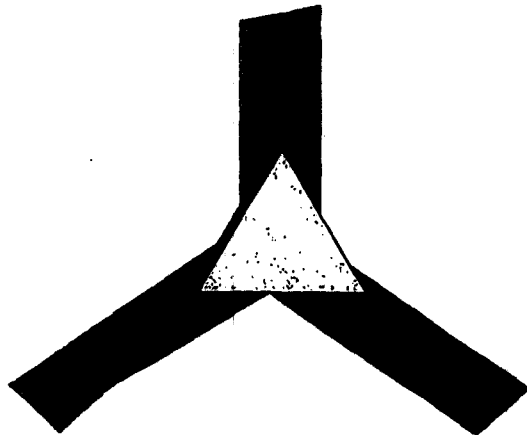


图 2

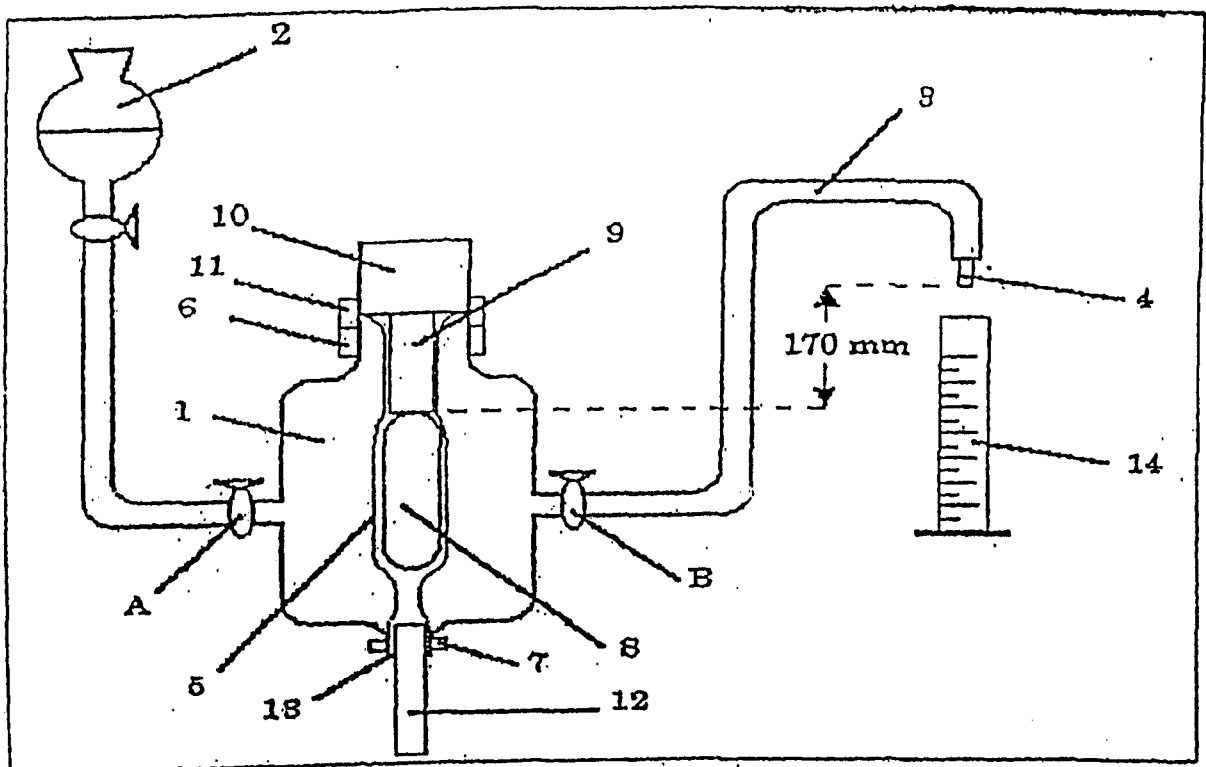
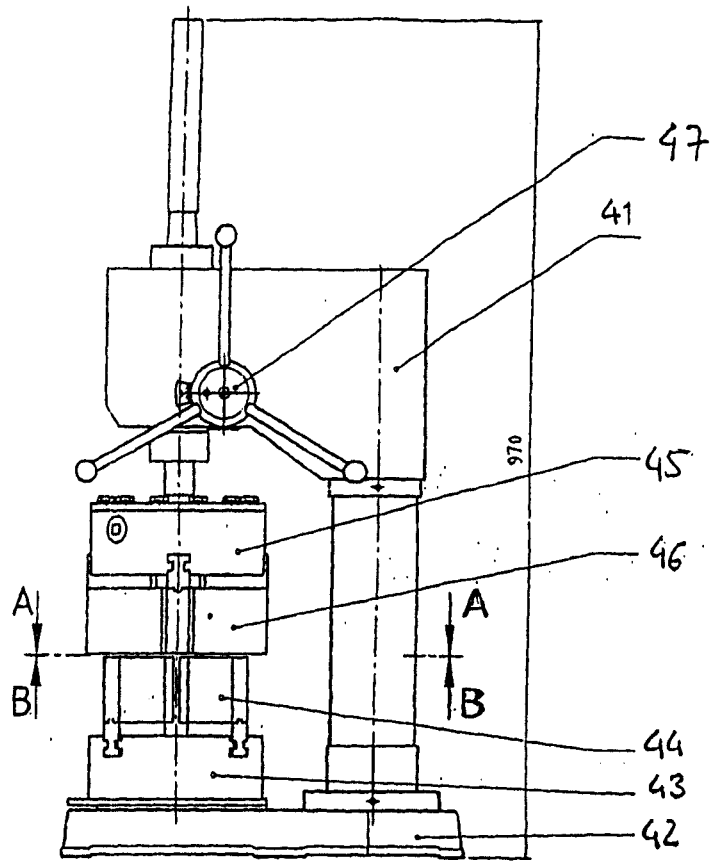


图 3



截面图A-A

图 4

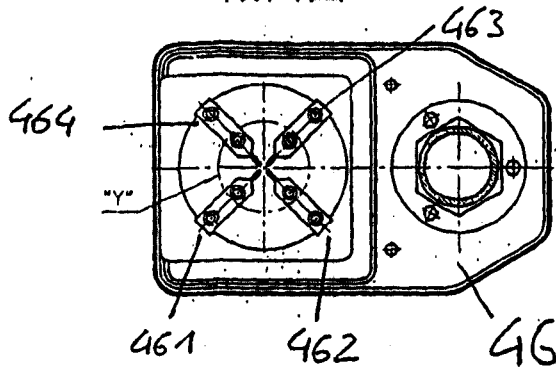


图 5

截面图B-B

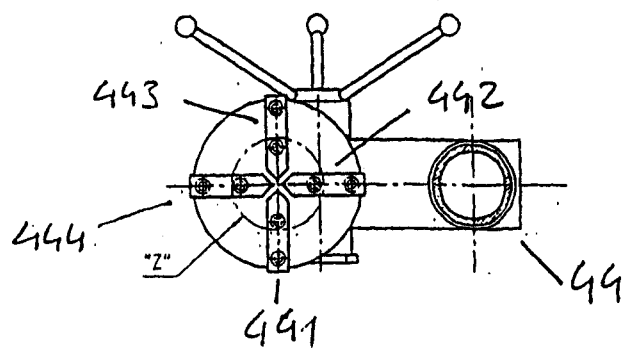


图 6

详图 Y (1:1)

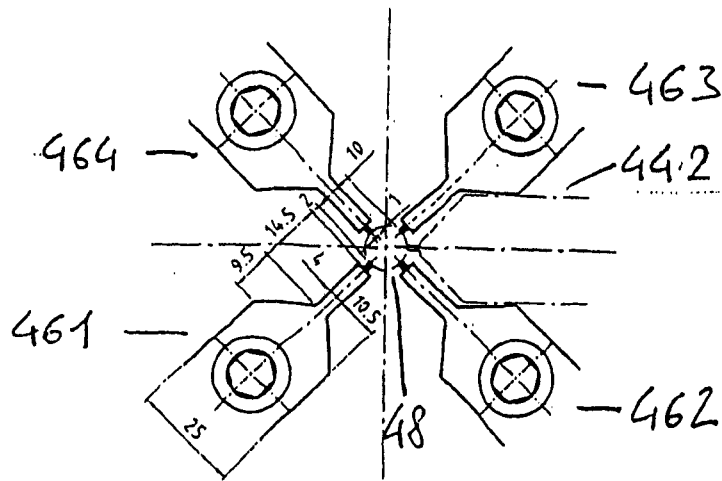


图 7

详图 Z (1:1)

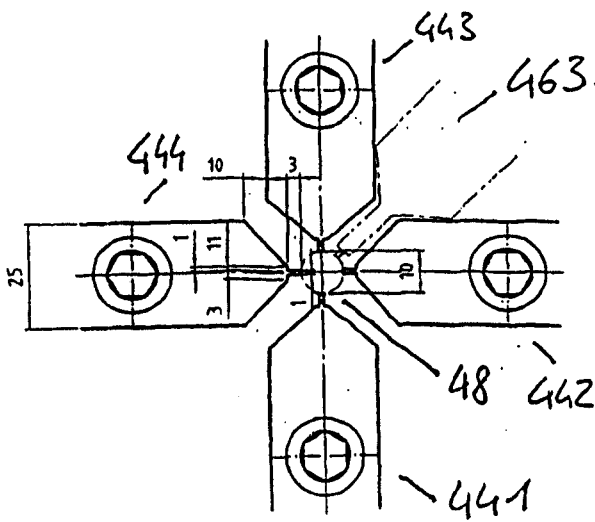


图 8



图 9

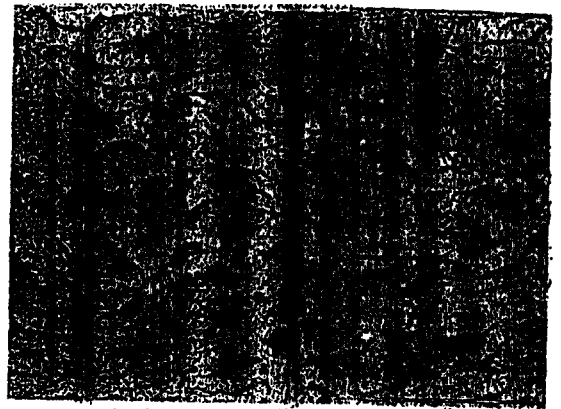


图 10

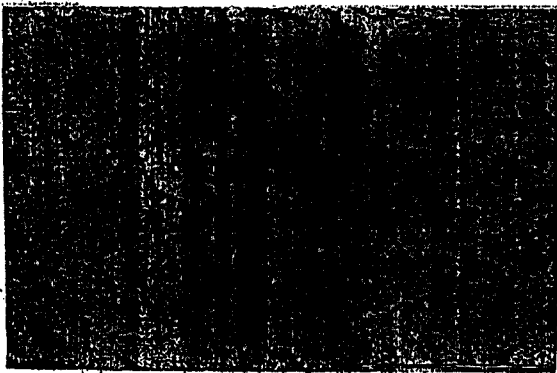


图 11



图 12

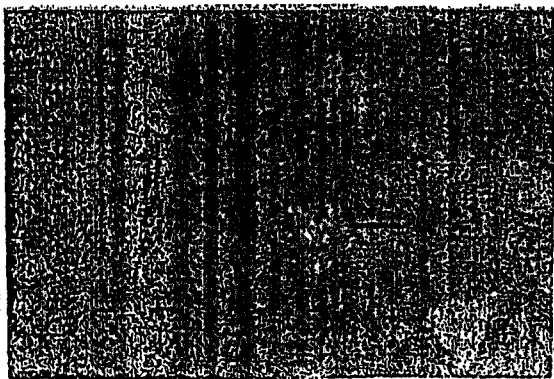


图 13

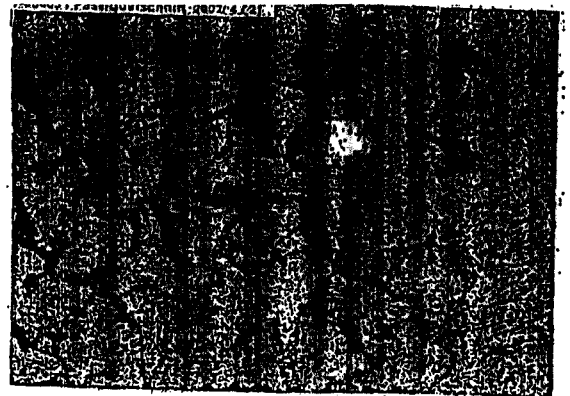


图 14

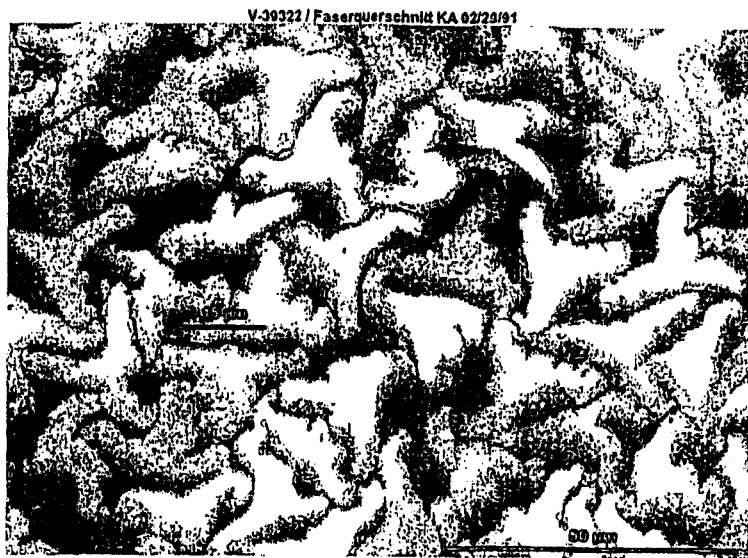


图 15