



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106061575 A

(43)申请公布日 2016.10.26

(21)申请号 201480069398.2

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

(22)申请日 2014.12.12

72001

(30)优先权数据

代理人 韦欣华 李炳爱

14/108389 2013.12.17 US

(51)Int.Cl.

B01D 12/00(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2016.06.17

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2014/069888 2014.12.12

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/094937 EN 2015.06.25

(71)申请人 伊士曼化工公司

地址 美国田纳西州

(72)发明人 K.R.帕克 S.K.柯克

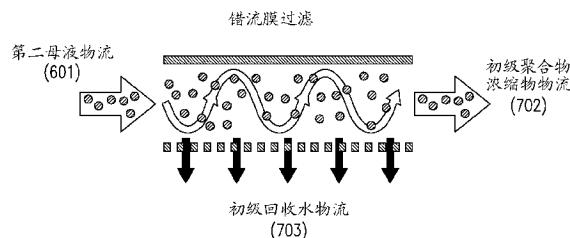
权利要求书2页 说明书61页 附图16页

(54)发明名称

用于生产磺基聚酯浓缩物的超滤方法

(57)摘要

提供了一种用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法。所述方法包括将第二母液物流送至初级浓缩区以从所述第二母液物流中除去水，以产生所述初级聚合物浓缩物物流；其中所述初级浓缩区包括至少一个超滤膜。还提供了从所述初级聚合物浓缩物物流回收磺基聚酯并由其生产制品的方法。



1. 用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,所述方法包括:

(A) 在纤维浆料区中使具有小于25毫米的长度的经切割的多组分纤维与经处理的水性物流接触,以产生经切割的多组分纤维浆料;其中,所述经切割的多组分纤维包含至少一种水分散性磺基聚酯和至少一种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性合成聚合物;且其中所述经处理的水性物流在小于40℃的温度下;

(B) 在混合区中使所述经切割的多组分纤维浆料与经加热的水性物流接触,以产生经加热的多组分纤维浆料;

(C) 将所述经加热的多组分纤维浆料送至纤维打开区以除去所述水分散性磺基聚酯的一部分,以产生打开的微纤维浆料;

(D) 将所述打开的微纤维浆料送至初级固液分离区,以产生所述微纤维产物物流和第一母液物流;其中所述第一母液物流包含水和所述水分散性磺基聚酯;

(E) 将所述第一母液物流的至少一部分送至第二固液分离区,以产生第二湿滤饼物流和第二母液物流;其中,所述第二母液物流包含水和水分散性磺基聚酯;并且其中所述第二湿滤饼物流包含微纤维;和

(F) 将所述第二母液物流送至初级浓缩区以从所述第二母液物流除去水,以产生所述初级聚合物浓缩物物流;其中所述初级浓缩区包括至少一个超滤膜。

2. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其还包括将所述初级聚合物浓缩物物流的至少一部分再循环至所述初级浓缩区,以增加所述初级聚合物浓缩物物流的水分散性磺基聚酯浓度。

3. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其还包括在二次浓缩区中从所述初级聚合物浓缩物物流中回收所述磺基聚酯的至少一部分,以产生熔融的聚合物物流。

4. 用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其还包括再生所述至少一个超滤膜。

5. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述第二母液物流中的所述磺基聚酯为约0.01wt.%至约7wt.%。

6. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述第二母液物流中的所述磺基聚酯为约0.5wt.%至约10wt.%。

7. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级浓缩区包括错流过滤装置。

8. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述超滤膜包含至少一种选自聚砜(PS)、聚醚砜(PES)、聚酰胺(PA)、含氟聚合物和纤维素聚合物的聚合物。

9. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述第二母液物流的温度为约10℃至约70℃。

10. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级浓缩区包括至少一个超滤膜,随后至少一个纳滤膜。

11. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级浓缩区中的所述超滤膜被容纳在至少一个螺旋膜滤芯中。

12. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级回收水物流中的磺基聚酯的重量百分比为0至约1wt.%。

13. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级聚合物浓缩物具有至少2倍于所述第二母液物流的磺基聚酯浓度的磺基聚酯浓度。

14. 根据权利要求13的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级聚合物浓缩物具有至少5倍于所述第二母液物流的磺基聚酯浓度的磺基聚酯浓度。

15. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述初级浓缩区中的错流 过滤以间歇或连续模式运行。

16. 根据权利要求1的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其还包括再生所述至少一个超滤膜,其中所述超滤膜是结垢的。

17. 根据权利要求16的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述再生包括:(1)用经处理的水冲洗所述超滤膜,(2)循环与所述超滤膜相容的水性洗涤剂溶液;和(3)用经处理的水冲洗所述超滤膜以置换所述水性洗涤剂溶液。

18. 根据权利要求17的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述水性洗涤剂溶液是至少一种阴离子洗涤剂和水。

19. 根据权利要求18的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述水性洗涤剂溶液中的所述阴离子洗涤剂的浓度可为约0.1wt.%至约5wt.%。

20. 根据权利要求18的用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法,其中所述阴离子洗涤剂包括具有C<sub>10</sub>—C<sub>16</sub>烷基的烷基苯磺酸盐。

## 用于生产磺基聚酯浓缩物的超滤方法

### 发明领域

[0001] 本发明涉及用于回收初级聚合物浓缩物(primary polymer concentrate)的方法，所述初级聚合物浓缩物包括来自产生自短切微纤维过程的第二母液物流的磺基聚酯。本发明还涉及从初级聚合物浓缩物中回收磺基聚酯聚合物以及回收的磺基聚酯生产制品的用途。

### [0002] 发明背景

纤维、熔喷网(melt blown web)和其他熔纺纤维制品已经由热塑性聚合物，例如聚(丙烯)、聚酰胺和聚酯制成。这些纤维和纤维制品的一种常见应用是非织造织物，且特别是个人护理产品，例如擦拭物、女性卫生产品、婴儿尿布、成人失禁贴身内裤(brief)、医院/外科和其他医疗一次性用品、防护织物和防护层、土工织物、工业擦拭物和过滤介质。不幸的是，由常规的热塑性聚合物制成的个人护理产品是难以处置的，并且通常放置在垃圾填埋场中。一种有希望的替代性处置方法是使这些产品或其组分“可冲弃(flushable)”，即与公共排污系统相容。使用水分散性或水溶性的材料还改善了个人护理产品的再循环性和回收。目前用于个人护理产品中的各种热塑性聚合物并非固有地为水分散性或水溶性的，因此未制成容易解体并且可以在排污系统中处置或容易地再循环的制品。

[0003] 可冲弃的个人护理产品的合意性已经导致对具有不同程度的水响应性(water-responsivity)的纤维、非织造织物以及其他纤维制品的需求。用于解决这些需求的各种手段已经描述在例如美国专利第6,548,592号；第6,552,162号；第5,281,306号；第5,292,581号；第5,935,880号；和第5,509,913号；美国专利申请序列号09/775312；和09/752017；和PCT国际公开号WO 01/66666 A2中。但是，这些方法受到许多缺点的困扰并且不提供在潮湿或干燥两种条件下具有诸如拉伸强度、吸收性、柔韧性(flexibility)和织物完整性的性能特性的令人满意的平衡的纤维制品，例如纤维或非织造织物。

[0004] 例如，典型的非织造技术基于用树脂结合粘结剂(resin binding adhesive)处理的纤维的多向沉积，以形成具有强完整性和其他所需特性的网。然而，所得的组合体(assembly)通常具有差的水响应性，并且不适于可冲弃的应用。粘结剂(binder)的存在还可导致最终产品中的不希望的特性，例如降低的片材的可润湿性、增加的刚度、粘性和较高的生产成本。还难以生产在使用过程中将表现出足够的湿强度、但在处置时迅速分散的粘结剂。因此，使用这些粘结剂的非织造组合体可在环境条件下缓慢解体或在体液的存在下具有不足的湿强度特性。为了解决这个问题，对pH和离子敏感的水分散性粘结剂，例如在有或没有添加的盐的情况下含有丙烯酸或甲基丙烯酸的胶乳(lattices)，是已知的并且描述于例如美国专利第6,548,592 B1号中。但是，公共污水和住宅化粪池系统中的离子浓度和pH水平可以在地理位置之间广泛地变化，并且可能不足以使粘结剂变得可溶和分散。在这种情况下，所述纤维制品在处置后将不会解体并且可堵塞排水管或污水支管。

[0005] 例如，已经在美国专利第5,916,678号；第5,405,698号；第4,966,808号；第5,525,282号；第5,366,804号；第5,486,418号中描述了含有水分散性组分和热塑性的水不分散性组分的多组分纤维。例如，这些多组分纤维可以是具有成形的或经工程设计的横截面，例

如,海岛、皮芯、并列、或扇饼(segmented pie)构造的双组分纤维。可以对多组分纤维施以水或稀碱性溶液,其中水分散性组分被溶解掉以留下为具有极小的细度的单独、独立的纤维形式的水不分散性组分。但是,具有良好的水分散性性的聚合物,经常赋予所得的多组分纤维粘性,这在缠绕期间或存储若干天之后(特别是在热、潮湿条件下)导致纤维粘在一起、粘连或熔合。为了防止熔合,通常将基于脂肪酸或油的整理剂(finish)施加到纤维的表面上。此外,例如,如美国专利第6,171,685号中所述,有时将大比例的颜料或填料加入到水分散性聚合物,以防止纤维的熔合。这样的油整理剂、颜料和填料需要额外的处理步骤,并可赋予最终纤维不期望的性质。许多水分散性聚合物也需要碱性溶液用于除去它们,这可导致纤维的其他聚合物组分的劣化,例如,特性粘度、韧性和熔体强度的降低。此外,一些水分散性聚合物在水力缠结(hydroentanglement)期间无法承受暴露于水,因此,不适于制造非织造网和织物。

[0006] 或者,所述水分散性组分可以用作非织造网中的热塑性纤维的粘结剂(bonding agent)。当暴露于水时,纤维与纤维的结合瓦解,使得非织造网失去其完整性并分解成个体纤维。但是,这些非织造网的热塑性纤维组分并非水分散性的,并保持存在于水性介质中,因此最终必须从市政污水处理厂中除去。水力缠结可以用于在没有加入或以非常低水平(<5重量%)加入粘结剂将纤维保持在一起的情况下生产可解体的非织造织物。虽然这些织物在处置时可解体,但是它们经常利用非水溶性的或非水分散性的纤维并可导致排污系统内的缠结和堵塞。任何加入的水分散性粘结剂还必须最低限度地受到水力缠结的影响,并且不会形成凝胶状的积聚或交联,并由此有助于织物处理或与排污相关的问题。

[0007] 一些水溶性或水分散性聚合物是可获得的,但通常并不适于熔喷纤维形成操作或一般而言的熔纺。聚合物,例如聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮和聚丙烯酸不可熔体加工,这是因为在低于其中达到合适的熔体粘度的点的温度下会发生热分解。高分子量聚环氧乙烷可具有合适的热稳定性,但将在聚合物界面处提供高粘度溶液,这导致缓慢的解体速率。水分散性磺基聚酯已经描述在例如美国专利第6,171,685号;第5,543,488号;第5,853,701号;第4,304,901号;第6,211,309号;第5,570,605号;第6,428,900号;和第3,779,993号中。但是,典型的磺基聚酯是低分子量热塑性塑料,其是脆性的且缺乏承受缠绕操作的柔性以致无法产生不会破裂或粉碎的材料卷。磺基聚酯还可以在加工成膜或纤维的期间显示出粘连或熔合,这可能需要使用油整理剂或大量的颜料或填料来避免。低分子量聚环氧乙烷(更通常称为聚乙二醇)是也不具有为纤维应用所需的物理性质的弱的/脆性的聚合物。通过溶液技术由已知的水溶性聚合物形成纤维是一种替代方案,但除去溶剂(特别是水)的增加的复杂性增加了制造成本。

[0008] 因此,需要水分散性纤维和由其制备的纤维制品,所述纤维制品表现出足够的拉伸强度、吸收性、柔性和在水分的存在下,特别是在暴露于人类体液时的织物完整性。此外,需要不要求粘结剂并完全分散或溶解在住宅或市政排污系统中的纤维制品。潜在的用途包括,但不限于,熔喷网、纺粘织物、水力缠结织物、湿法成网的非织造织物、干法成网的非织造织物、双组分纤维组件、粘合促进(adhesive promoting)层、用于纤维素材料的粘结剂、可冲弃的非织造织物和膜、可溶解的粘结剂纤维、保护层和用于待在水中释放或溶解的活性成分的载体。还需要具有水分散性组分的多组分纤维,所述多组分纤维在纺丝操作过程中不表现出过度的长丝粘连或熔合,很容易通过中性或略酸性的pH下的热水除去,并且适

于水力缠结工艺以制造非织造织物。这些多组分纤维可以用于生产可用于生产各种制品的微纤维。其他可挤出的和熔纺纤维材料也是可能的。

[0009] 用于生产微纤维的方法产生了包含磺基聚酯和水的第二母液物流。第二母液物流中的磺基聚酯在低的浓度下。在大多数工业过程中,存在于第二母液物流中的磺基聚酯已被认为几乎不具有经济价值,并通常被丢弃。在工业中需要有效和经济的方法来浓缩磺基聚酯,以产生初级聚合物浓缩物和/或熔融的聚合物物流,从而使得其可以被用于其他目的。

#### [0010] 发明概述

在本发明的一个实施方案中,提供了用于回收初级聚合物浓缩物物流的方法。所述方法包括:

(A)在纤维浆料区中使具有小于25毫米的长度的经切割的多组分纤维与经处理的水性物流接触,以产生经切割的多组分纤维浆料;其中,所述经切割的多组分纤维包含至少一种水分散性磺基聚酯和至少一种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性合成聚合物;并且其中所述经处理的水性物流在小于40°C的温度下;

(B)在混合区中使所述经切割的多组分纤维浆料与经加热的水性物流接触,以产生加热的多组分纤维浆料;

(C)将经加热的多组分纤维浆料送至纤维打开(fiber opening)区以除去水分散性磺基聚酯的一部分,以产生打开的(opened)微纤维浆料;

(D)将所述打开的微纤维浆料送至初级固液分离区,以产生微纤维产物物流和第一母液物流;其中所述第一母液物流包含水和水分散性磺基聚酯;

(E)将至少一部分所述第一母液物流送至第二固液分离区,以产生第二湿滤饼(secondary wet cake)物流和第二母液物流;其中,所述第二母液物流包含水和水分散性磺基聚酯;并且其中所述第二湿滤饼物流包含微纤维;和

(F)将所述第二母液物流送至初级浓缩区以从所述第二母液物流中除去水,以产生初级聚合物浓缩物物流和初级回收水物流;其中所述初级浓缩区包括至少一个超滤膜。

#### [0011] 附图简述

图1a、图1b和图1c为具有三种不同构造的纤维的横截面视图,尤其例示了如何确定与该纤维的尺寸和形状相关的各种测量。

[0012] 图2例示了其中在一步打开区中产生微纤维产物物流的本发明的一个实施方案。

[0013] 图3a和图3b例示了其中在两步打开区中产生微纤维产物物流的本发明的一个实施方案。

[0014] 图4例示了其中在三步打开区中产生微纤维产物物流的本发明的一个实施方案。

[0015] 图5例示了用于切割多组分纤维以产生短切多组分纤维的方法的一个实施方案。

[0016] 图6a例示了打开区的一个实施方案,其中所述打开区包括管道。

[0017] 图6b例示了打开区的一个实施方案,其中所述打开区包括连续搅拌釜。

[0018] 图6c例示了打开区的一个实施方案,其中所述打开区包括多于一个的连续搅拌釜。

[0019] 图7a和图7b例示了初级固液分离区的一个实施方案。

[0020] 图8例示了包括错流膜的初级浓缩区(700)的一个实施方案。

[0021] 图9例示了包括间歇错流膜方法的初级浓缩区(700)的一个实施方案。

[0022] 图10例示了包括具有第一膜单元和第二膜单元的连续错流膜方法的初级浓缩区(700)的一个实施方案。

[0023] 图11-图13显示了在第二母液物流(601)中1wt%、15wt%和30wt%磺基聚酯浓度下的特定超滤膜通量( $\text{L/m}^2 \text{ hr}$ )。

[0024] 图14-图18显示了针对特定超滤膜的结垢研究。

#### [0025] 发明详述

本发明提供了显示出拉伸强度、吸收性、柔性和在水分的存在下、特别是在暴露于人类体液时的织物完整性的水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使用大量(通常为10重量%或更高)的颜料或填料,以防止在加工过程中的纤维的粘连或熔合。另外,由本发明的新型纤维制备的纤维制品不需要粘结剂并且易于分散或溶解在家庭或公共排污系统中。

[0026] 在一个一般性的实施方案中,本发明提供了水分散性纤维,所述纤维包含具有至少25°C的玻璃化转变温度(Tg)的磺基聚酯,其中所述磺基聚酯包含:

(A)一种或多种二羧酸的残基;

(B)基于总的重复单元约4-约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族环或脂环族环的磺酸盐基团(sulfonate group)的磺基单体残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合;

(C)一种或多种二醇残基,其中基于总的二醇残基至少25摩尔%是具有结构H-( $\text{OCH}_2-\text{CH}_2$ )<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇),其中n是2至约500的整数;和基于总的重复单元0至约25摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。本发明的纤维可以任选地包括与所述磺基聚酯共混的水分散性聚合物,和任选地,与所述磺基聚酯共混的水不分散性聚合物,条件是所述共混物是不混溶的共混物。本发明的纤维含有基于所述纤维的总重量小于10重量%的颜料或填料。本发明还包括包含这些纤维的纤维制品,并且可包括个人护理产品,例如擦拭物、纱布、纸巾、尿布、成人失禁贴身内裤、训练裤、卫生巾、绷带和外科敷料。所述纤维制品可以具有一个或多个吸收性纤维层。

[0027] 本发明的纤维可以是单组分纤维、双组分纤维或多组分纤维。例如,本发明的纤维可以通过熔纺单一的磺基聚酯或磺基聚酯共混物制备并包括具有成形横截面的切段纤维、单丝纤维和复丝纤维。此外,本发明提供了多组分纤维,例如描述于例如美国专利第5,916,678号中的,其可以通过分别经具有成形的或工程设计的横向几何结构(例如,“海岛”、皮芯、并列、条纹(条带)或扇饼构造)的喷丝头(spinneret)将磺基聚酯和一种或多种与磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物挤出来制备。所述磺基聚酯可以随后通过溶解界面层或扇饼(pie segment)除去并留下一种或多种水不分散性聚合物的较小的长丝或微旦(microdenier)纤维。水不分散性聚合物的这些纤维具有比在除去磺基聚酯之前的多组分纤维小得多的纤维尺寸。例如,可将磺基聚酯和水不分散性聚合物进给至聚合物分配系统,在其中将所述聚合物引入分段喷丝板中。所述聚合物按照分开的路径到达纤维喷丝头并在喷丝孔处合并,所述喷丝孔包括两个同心的圆孔由此提供皮芯型纤维或沿直径划分成多个部分的圆形喷丝孔以提供并列型纤维。或者,可以将不混溶的水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物分开引入具有多个径向通道的喷丝头中,以产生具有扇饼横截面的多组分纤

维。通常，磺基聚酯将形成皮芯构造的“皮”组分。在具有多个区段的纤维横截面中，水不分散性区段通常被磺基聚酯基本上彼此隔开。或者，可以通过将磺基聚酯和水不分散性聚合物在分开的挤出机中熔融并引导聚合物流入一个具有多个为小细管或区段形式的分配流径的喷丝头来形成多组分纤维，以提供具有海岛形横截面的纤维。这样的喷丝头的一个实例描述在美国专利第5,366,804号中。在本发明中，通常磺基聚酯将形成“海”组分并且水不分散性聚合物将形成“岛”组分。

[0028] 除非另有说明，否则表示用于说明书和权利要求中的成分的量、性质诸如分子量、反应条件等的所有数字应被理解为在所有情况下都被术语“约”修饰。因此，除非有相反的指示，否则在下面的说明书和所附权利要求中所述的数值参数是可根据寻求通过本发明获得的所需性质的不同而变化的近似值。最起码，每个数值参数应至少根据所报道的有效数字的数目并通过应用普通的舍入技术来解释。此外，在本公开内容和权利要求中所述的范围意图明确包括整个范围，而非仅仅一个或多个端点。例如，描述为0-10的范围意图公开0-10之间的所有整数，例如1、2、3、4等，0-10之间的所有分数，例如1.5、2.3、4.57、6.1113等，以及端点0和10。并且，与化学取代基相关的范围，例如“C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>烃”，意图明确包括和公开C<sub>1</sub>和C<sub>5</sub>烃以及C<sub>2</sub>、C<sub>3</sub>和C<sub>4</sub>烃。

[0029] 尽管阐述本发明的宽范围的数值范围和参数是近似值，但是在具体实施例中阐述的数值则尽可能精确地报道。但是，任何数值固有地含有必然由其各自的试验测量中存在的标准偏差产生的某些误差。

[0030] 所述单组分纤维和由本发明的单组分纤维制成的纤维制品是水分散性的，并且通常在室温下完全分散。可以使用较高的水温，以促进其分散性或从非织造纤维或多组分纤维中除去的速率。如本文中关于单组分纤维和由单组分纤维制备的纤维制品使用的术语“水分散性的”意图与术语“水消散性的(water-dissipatable)”、“水解体性的(water-disintegrable)”、“水可溶解的(water-dissolvable)”、“水驱散性的(water-dispellable)”、“水溶解性的”、“水可除去的”、“水溶性的(hydrosoluble)”和“水可分散的(hydrodispersible)”同义，并意图表示所述纤维或纤维制品是在水的作用下分散或溶解于其中或者通过其分散或溶解。术语“分散的”、“分散性的”、“消散的”或“消散性的”表示使用足够量的去离子水(例如，按重量计100:1的水:纤维)以形成纤维或纤维制品的稀薄悬浮液或浆料，在约60℃的温度下以及至多5天的时间内，所述纤维或纤维制品溶解、解体、或者分离成或多或少地分布在整个介质的多个不连贯的碎片或颗粒，以致在例如通过过滤或蒸发除水时无法从该介质中回收可识别的长丝。因此，本文所用的“水分散性”无意包括缠结或粘合但水不溶性或不分散性的纤维的组合体的简单解体，其中该纤维组合体在水中简单分开以产生纤维在水中的浆料，其可通过除去水来回收该纤维。在本发明的上下文中，所有这些术语都是指水或水与水混溶性助溶剂的混合物对本文所述的磺基聚酯的活性。这样的水混溶性助溶剂的实例包括醇、酮、二醇醚、酯等。该术语意在包括其中磺基聚酯溶解以形成真溶液的状况以及磺基聚酯分散在水性介质中的那些状况。通常，由于磺基聚酯组合物的统计学性质，在将单一磺基聚酯样品置于水性介质中时可能具有可溶部分和分散部分。

[0031] 类似地，本文关于作为多组分纤维或纤维制品的一个组分的磺基聚酯使用的术语“水分散性的”也意在与术语“水消散性的”、“水解体性的”、“水可溶解的”、“水驱散性的”、

“水溶解性的”、“水可除去的”、“水溶性的”和“水可分散的”同义，并意在表示磺基聚酯组分可通过水的作用从多组分纤维中充分除去并分散或溶解以便能够释放和分离其中所含的水不分散性纤维。术语“分散的”、“分散性的”、“消散”或“消散性的”是指使用足量的去离子水(例如按重量计100:1的水:纤维)形成该纤维或纤维制品的稀薄悬浮液或浆料，在约60°C的温度下和在至多5天的时间内，磺基聚酯组分从多组分纤维中溶解、解体或分离，以留下来自水不分散性区段的多个微旦纤维。

[0032] 术语“区段”或“区域”或“区”在用于描述多组分纤维的成形横截面时是指横截面内的包含水不分散性聚合物的区域，其中这些区域或区段被介于这些区段或区域之间的水分散性磺基聚酯基本互相隔开。本文所用的术语“基本隔开”意在表示该区段或区域互相分开以使在除去磺基聚酯时该区段区域能够形成独立的纤维。区段或区域或区可具有类似尺寸和形状，或不同的尺寸和形状。此外，区段或区域或区可以以任何构造布置。这些区段或区域或区沿多组分挤出物或纤维的长度是“基本连续的”。术语“基本连续的”是指沿多组分纤维的至少10厘米长度连续。多组分纤维的这些区段、区域或区在除去水分散性磺基聚酯时产生水不分散性聚合物微纤维。

[0033] 如本公开内容中所述，多组分纤维的成形的横截面可以例如是皮芯、海岛、扇饼、空心扇饼、偏心扇饼、并列、条纹(条带)等形式。

[0034] 本发明的水分散性纤维由聚酯，或更具体地，包含二羧酸单体残基、磺基单体残基、二醇单体残基和重复单元的磺基聚酯制备。该磺基单体可以是二羧酸、二醇或羟基羧酸。因此，本文所用的术语“单体残基”是指二羧酸、二醇或羟基羧酸的残基。本文所用的“重复单元”是指具有2个经羰基键合的单体残基的有机结构。本发明的磺基聚酯含有基本等摩尔比例的酸残基(100摩尔%)和二醇残基(100摩尔%)，它们以基本等比例反应，以使重复单元的总摩尔数等于100摩尔%。本公开内容中提供的摩尔百分比因此可以基于酸残基的总摩尔数、二醇残基的总摩尔数或重复单元的总摩尔数。例如，含有基于总的重复单元的30摩尔%的磺基单体(其可以是二羧酸、二醇或羟基羧酸)的磺基聚酯是指该磺基聚酯在总计100摩尔%重复单元中含有30摩尔%的磺基单体。因此，在每100摩尔重复单元中存在30摩尔磺基单体残基。类似地，含有基于总的酸残基的30摩尔%的二羧酸磺基单体的磺基聚酯是指该磺基聚酯在总计100摩尔%酸残基中含有30摩尔%磺基单体。因此，在后一种情况中，在每100摩尔酸残基中存在30摩尔磺基单体残基。

[0035] 本文所述的磺基聚酯具有在25°C的苯酚/四氯乙烷溶剂的60/40重量份溶液中并在100毫升溶剂中约0.5克磺基聚酯的浓度下测得的至少约0.1 dL/g，优选约0.2至0.3 dL/g，最优选大于约0.3 dL/g的特性粘度，在下文中缩写为“Ih.V.”。本文所用的术语“聚酯”包括“均聚酯”和“共聚酯”，并指通过双官能羧酸与双官能羟基化合物的缩聚制备的合成聚合物。本文所用的术语“磺基聚酯”是指包含磺基单体的任何聚酯。通常，该双官能羧酸是二羧酸，该双官能羟基化合物是二羟基醇，例如二元醇和二醇。或者，该双官能羧酸可以是羟基羧酸，例如对羟基苯甲酸，该双官能羟基化合物可以是带有2个羟基取代基的芳族核，例如对苯二酚。本文所用的术语“残基”是指通过涉及相应单体的缩聚反应并入聚合物中的任何有机结构。因此，二羧酸残基可衍生自二羧酸单体或其相关的酰基卤、酯、盐、酸酐或其混合物。因此，本文所用的术语二羧酸意在包括可用于与二醇的缩聚过程中以制造高分子量聚酯的二羧酸和任何二羧酸衍生物，包括其相关的酰基卤、酯、半酯、盐、半盐、酸酐、混合酸酐

或其混合物。

[0036] 本发明的磺基聚酯包括一种或多种二羧酸残基。根据磺基单体的类型和浓度，二羧酸残基可以占酸残基的约60至约100摩尔%。二羧酸残基的浓度范围的其它实例为约60摩尔%至约95摩尔%，和约70摩尔%至约95摩尔%。可用的二羧酸的实例包括脂族二羧酸、脂环族二羧酸、芳族二羧酸或两种或更多种这些酸的混合物。因此，合适的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-环己烷二甲酸；1,4-环己烷二甲酸；二甘醇酸；2,5-降冰片烷二甲酸；邻苯二甲酸；对苯二甲酸；1,4-萘二甲酸；2,5-萘二甲酸；联苯甲酸；4,4'-氧基二苯甲酸；4,4'-磺酰基二苯甲酸(4,4'-sulfonyldibenzoic)和间苯二甲酸。优选的二羧酸残基是间苯二甲酸、对苯二甲酸和1,4-环己烷二甲酸，或者如果使用二酯，为对苯二甲酸二甲酯、间苯二甲酸二甲酯和1,4-环己烷二甲酸二甲酯，其中间苯二甲酸和对苯二甲酸的残基尤其优选。尽管二羧酸甲酯是最优选的实施方案，但也可以包括更高级的烷基酯，如乙酯、丙酯、异丙酯、丁酯等。此外，也可以使用芳族酯，特别是苯基酯。

[0037] 该磺基聚酯包括基于总的重复单元的约4至约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族或脂环族环上的磺酸盐基团的磺基单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。该磺基单体残基的浓度范围的另外的实例是基于总的重复单元的约4至约35摩尔%，约8至约30摩尔%，和约8至约25摩尔%。该磺基单体可以是含有磺酸盐基团的二羧酸或其酯、含有磺酸盐基团的二醇或含有磺酸盐基团的羟基酸。术语“磺酸盐”是指具有结构“ $-SO_3M$ ”的磺酸盐，其中M是该磺酸盐的阳离子。该磺酸盐的阳离子可以是金属离子，如 $Li^+$ 、 $Na^+$ 、 $K^+$ 、 $Mg^{++}$ 、 $Ca^{++}$ 、 $Ni^{++}$ 、 $Fe^{++}$ 等。或者，该磺酸盐的阳离子可以是非金属的，如例如美国专利第4,304,901号中所述的含氮碱。基于氮的阳离子衍生自含氮碱，其可以是脂族、脂环族或芳族化合物。这样的含氮碱的实例包括氨、二甲基乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、吡啶、吗啉和哌啶。由于含有基于氮的磺酸盐的单体通常在制造熔体形式的聚合物所需的条件下不是热稳定的，本发明的制备含有基于氮的磺酸盐基团的磺基聚酯的方法是将含有所需量的为其碱金属盐形式的磺酸盐基团的聚合物分散、消散或溶解在水中，然后用基于氮的阳离子交换碱金属阳离子。

[0038] 当使用一价碱金属离子作为该磺酸盐的阳离子时，所得的磺基聚酯可以取决于该聚合物中的磺基单体含量、水温、磺基聚酯的表面积/厚度等的分散速率完全分散在水中。当使用二价金属离子时，所得的磺基聚酯不容易被冷水分散，但更容易被热水分散。在单一聚合物组合物中可利用多于一种抗衡离子并可提供调节或细调所得制品的水响应性的手段。磺基单体残基的实例包括其中磺酸盐基团连接到芳族酸核，例如苯；萘；联苯(diphenyl)；二苯醚(oxydiphenyl)；磺酰联二苯(sulfonyldiphenyl)；和亚甲基联二苯(methylenediphenyl)，或脂环族环，例如环己基；环戊基；环丁基；环庚基；和环辛基的单体残基。可用于本发明的磺基单体残基的其它实例是磺基邻苯二甲酸、磺基对苯二甲酸、磺基间苯二甲酸的金属磺酸盐或其组合。可用的磺基单体的其它实例是5-钠磺基间苯二甲酸及其酯。如果该磺基单体残基来自5-钠磺基间苯二甲酸，典型的磺基单体浓度范围为基于酸残基总摩尔数的约4至约35摩尔%，约8至约30摩尔%，和约8至25摩尔%。

[0039] 用于制备磺基聚酯的磺基单体是已知化合物并可以使用本领域中公知的方法制备。例如，其中磺酸盐基团连接到芳环上的磺基单体可如下制备：用发烟硫酸磺化该芳族化

合物以获得相应的磺酸并接着与金属氧化物或碱,例如乙酸钠反应以制备磺酸盐。例如在美国专利第3,779,993号;第3,018,272号;和第3,528,947号中描述了各种磺基单体的制备程序。

[0040] 当该聚合物为分散形式时,也可以使用例如磺酸钠盐和离子交换法以将钠替换成不同离子,如锌来制备聚酯。就钠盐通常更可溶于该聚合物反应物熔体相而言,这种类型的离子交换程序通常优于用二价盐制备该聚合物。

[0041] 该磺基聚酯包括一种或多种二醇残基,其可包括脂族、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,可以以它们的纯顺式或反式异构体形式或以顺式与反式异构体的混合物形式存在。本文所用的术语“二醇”与术语“二元醇(glycol)”同义并且是指任何二羟基醇。二醇的实例包括但不限于乙二醇;二乙二醇;三乙二醇;聚乙二醇;1,3-丙二醇;2,4-二甲基-2-乙基-己-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-环丁二醇;对苯二甲醇或一种或多种这些二元醇的组合。

[0042] 二醇残基可包括基于总的二醇残基的约25摩尔%至约100摩尔%的具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)的残基,其中n是2至约500的整数。较低分子量聚乙二醇(例如其中n为2至6)的非限制性实例是乙二醇、三乙二醇和四乙二醇。在这些较低分子量二元醇中,乙二醇和三乙二醇最优先。较高分子量的聚乙二醇(在本文中缩写为“PEG”)(其中n为7至约500)包括名为CARBOWAX®的市售产品——Dow Chemical Company(前身为Union Carbide)的产品。PEG通常与其它二醇,例如乙二醇或二乙二醇结合使用。基于n的值(其为大于6至500),分子量可以为大于300至约22,000 g/mol。分子量和摩尔百分比彼此成反比;具体而言,随着分子量提高,摩尔百分比降低以实现指定的亲水性程度。例如,对该概念进行例示的是认为分子量为1000的PEG可构成总的二醇的最多10摩尔%,而分子量为10,000的PEG通常以小于总的二醇的1摩尔%的水平并入。

[0043] 由于副反应,可原位形成某些二聚物、三聚物和四聚物二醇,可通过改变工艺条件控制所述副反应。例如,由乙二醇可由在酸性条件下进行缩聚反应时容易发生的酸催化脱水反应形成不同量的乙二醇、三乙二醇和四乙二醇。可以向反应混合物中加入本领域技术人员公知的缓冲溶液的存在以阻碍这些副反应。但是,如果省略缓冲液并使二聚、三聚和四聚反应能够进行,其它的组成范围是可能的。

[0044] 本发明的磺基聚酯可包含基于总的重复单元的0至约25摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。文化单体的非限制性实例是1,1,1-三羟甲基丙烷、1,1,1-三羟甲基乙烷、甘油、季戊四醇、赤藓糖醇、苏糖醇、二季戊四醇、山梨糖醇、偏苯三酸酐、均苯四酸二酐、二羟甲基丙酸或其组合。文化单体浓度范围的进一步的实例是0至约20摩尔%,和0至约10摩尔%。文化单体的存在可以为本发明的磺酸聚酯带来许多可能的益处,包括但不限于调节流变性质、溶解度性质和拉伸性质的能力。例如,在恒定分子量下,与线型类似物相比,文化的磺基聚酯还将具有更大的端基浓度,这可促进聚合后交联反应。但是,在高浓度文化剂下,该磺基聚酯可能倾向于胶凝。

[0045] 用于本发明的纤维的磺基聚酯具有使用本领域技术人员公知的标准技术,如差示

扫描量热法(“DSC”)在干聚合物上测得的至少25°C的玻璃化转变温度(在本文中缩写为“Tg”)。使用“干聚合物”(即通过将聚合物加热至约200°C的温度并使该样品恢复室温而逐出外来或吸收的水的聚合物样品)进行本发明的磺基聚酯的Tg测量。通常,该磺基聚酯在DSC装置中如下干燥:进行第一热扫描,其中将样品加热至高于水汽化温度的温度,使样品保持在此温度直至该聚合物中吸收的水的汽化完全(如大的、宽的吸热峰所示),将样品冷却至室温、然后进行第二热扫描以获得Tg测量值。磺基聚酯表现出的玻璃化转变温度的进一步的实例是至少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。尽管其它Tg也可行,但本发明的干磺基聚酯的典型玻璃化转变温度为约30°C、约48°C、约55°C、约65°C、约70°C、约75°C、约85°C和约90°C。

[0046] 本发明的新型纤维可以基本由或由上文描述的磺基聚酯构成。但是,在另一实施方案中,本发明的磺基聚酯可以是单一聚酯或可以与一种或多种补充聚合物共混以改性所得纤维的性质。根据用途,该补充聚合物可以是或可以不是水分散性的,并可以与该磺基聚酯混溶或不混溶。如果该补充聚合物是水不分散性的,与磺基聚酯的共混物优选不混溶。本文所用的术语“混溶”意在表示该共混物具有如单一的组成-依赖的Tg所示的单一的、均匀的非晶相。例如,如美国专利第6,211,309号中所例示的,与第二聚合物混溶的第一聚合物可用于“塑化”第二聚合物。相比之下,本文所用的术语“不混溶”是指表现出至少两个随机混合的相并表现出多于一个Tg的共混物。一些聚合物可能与磺基聚酯不混溶但相容。混溶和不混溶的聚合物共混物及用于表征它们的各种分析技术的进一步概述可见于D.R. Paul和C.B. Bucknall编辑的Polymer Blends, 第1和2卷, 2000, John Wiley & Sons, Inc.

[0047] 可以与磺基聚酯共混的水分散性聚合物的非限制性实例是聚甲基丙烯酸、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、聚环氧乙烷、羟丙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、甲基纤维素、乙基羟乙基纤维素、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)、聚乙基噁唑啉、聚(2-异丙基-2-噁唑啉)、聚乙烯基甲基噁唑烷酮、水分散性磺基聚酯、聚乙烯基甲基噁唑烷酮(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水不分散性聚合物的实例包括但不限于聚烯烃,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<sup>®</sup>(聚(四亚甲基己二酸酯-共-对苯二甲酸酯),Eastman Chemical Company的产品);聚碳酸酯;聚氨酯;和聚氯乙烯。

[0048] 根据本发明,多于一种磺基聚酯的共混物可用于调节所得纤维或纤维制品,例如非织造织物或网的最终用途性质。一种或多种磺基聚酯的共混物对于水分散性单组分纤维将具有至少25°C的Tg,对于多组分纤维具有至少57°C的Tg。因此,也可以利用共混改变磺基聚酯的加工特性以利于非织造物的制造。在另一实例中,聚丙烯和磺基聚酯的不混溶共混物可提供传统非织造网,其会在水中分开并完全分散,因为不需要真实可溶性(true solubility)。在这种后一实例中,所需性能涉及保持聚丙烯的物理性质,而磺基聚酯在该产品的实际使用过程中仅是旁观者(spectator),或磺基聚酯是易消失的(fugitive)并在利用该产品的最终形式之前被除去。

[0049] 该磺基聚酯和补充聚合物可以以间歇、半连续或连续法共混。在熔纺纤维之前可以容易地在本领域技术人员公知的任何高强度混合设备,如班伯里密炼机中制备小规模批

料。组分还可以在适当的溶剂中的溶液来共混。熔融共混法包括在足以熔融聚合物的温度下共混磺基聚酯和补充聚合物。该共混物可以冷却并粒化以便进一步使用,或该熔融共混物可以由这种熔化的共混物直接熔纺成纤维形式。本文所用的术语“熔融”包括但不限于仅软化该聚酯。关于聚合物领域中通常已知的熔体混合法,参见Mixing and Compounding of Polymers (I. Manas-Zloczower & Z. Tadmor编辑, Carl Hanser Verlag Publisher, 1994, New York, N. Y.)。

[0050] 本发明还提供水分散性纤维,其包含具有至少25°C的玻璃化转变温度(Tg)的磺基聚酯,其中所述磺基聚酯包含:

(A) 基于总的酸残基的约50至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

(B) 基于总的酸残基的约4至约30摩尔%的钠磺基间苯二甲酸的残基;

(C) 一种或多种二醇残基,其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇),其中n是2至约500的整数;(iv)基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。如上所述,该纤维可任选包括与所述磺基聚酯共混的第一水分散性聚合物;和任选地,与所述磺基聚酯共混的水不分散性聚合物,以使所述共混物是不混溶共混物。本发明的纤维含有基于纤维总重量的低于10重量%、低于8重量%或低于6重量%的颜料或填料。第一水分散性聚合物为如上所述的。该磺基聚酯应具有至少25°C的玻璃化转变温度(Tg),但可具有例如约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。该磺基聚酯可含有其它浓度的间苯二甲酸残基,例如约60至约95摩尔%,和约75至约95摩尔%。间苯二甲酸残基浓度范围的进一步的实例是约70至约85摩尔%,约85至约95摩尔%,和约90至约95摩尔%。该磺基聚酯还可包含约25至约95摩尔%的二乙二醇残基。二乙二醇残基浓度范围的进一步的实例包括约50至约95摩尔%,约70至约95摩尔%,和约75至约95摩尔%。该磺基聚酯还可包含乙二醇和/或1,4-环己烷二甲醇(在本文中缩写为“CHDM”)的残基。CHDM残基的典型浓度范围是约10至约75摩尔%,约25至约65摩尔%,和约40至约60摩尔%。乙二醇残基的典型浓度范围是约10至约75摩尔%,约25至约65摩尔%,和约40至约60摩尔%。在另一实施方案中,该磺基聚酯包含约75至约96摩尔%的间苯二甲酸残基和约25至约95摩尔%的二乙二醇残基。

[0051] 本发明的磺基聚酯容易由适当的二羧酸、酯、酐或盐、磺基单体和适当的二醇或二醇混合物使用典型的缩聚反应条件制备。它们可通过连续、半连续和间歇操作模式制造并可以采用多种反应器类型。合适的反应器类型的实例包括,但不限于,搅拌釜、连续搅拌釜、淤浆、管式、刮膜、降膜或挤出反应器。本文所用的术语“连续”是指以不间断方式同时引入反应物和取出产物的方法。“连续”是指该方法基本或完全连续操作并且要区别于“间歇”法。“连续”无论如何无意禁止由例如启动、反应器维护或排定的停工期造成的该方法的连续性的正常中断。本文所用的术语“间歇”法是指将所有反应物添加到反应器中并随后根据预定反应进程(在此期间不向反应器中进给或取出材料)加工的方法。术语“半连续”是指在该方法开始时装入一些反应物并随着反应进展连续进给剩余反应物的方法。或者,半连续法还可包括与间歇法类似的方法,其中在该方法开始时加入所有反应物,只是随着反应进展连续取出一种或多种产物。出于经济原因和为了产生聚合物的优异着色,该方法有利地以连续法形式运行,因为如果使其在升高的温度下在反应器中停留太久,磺基聚酯的外观

会变差。

[0052] 通过本领域技术人员已知的程序制备本发明的磺基聚酯。最通常将磺基单体直接添加到由其制造该聚合物的反应混合物中,尽管其它方法是已知并且也可用的,例如如美国专利第3,018,272号、第3,075,952号和第3,033,822号中所述。可以使用常规聚酯聚合条件进行磺基单体、二醇组分和二羧酸组分的反应。例如,当借助酯交换反应,即由二羧酸组分的酯形式制备磺基聚酯时,该反应过程可包括两个步骤。在第一个步骤中,二醇组分和二羧酸组分,例如间苯二甲酸二甲酯在通常约150°C至约250°C的升高的温度下在约0.0千帕表压至约414千帕表压(60磅/平方英寸,“psig”)的压力下反应约0.5至约8小时。酯交换反应的温度优选为约180°C至约230°C持续约1至约4小时,而优选压力为约103千帕表压(15 psig)至约276千帕表压(40 psig)。此后,反应产物在更高温度下和在减压下加热以形成磺基聚酯并除去在这些条件下易挥发并从该系统中除去的二醇。该第二个步骤或缩聚步骤在较高真空和通常为约230°C至约350°C,优选约250°C至约310°C,最优选约260°C至约290°C的温度下继续约0.1至约6小时,或优选约0.2至约2小时,直至获得具有通过特性粘度测得的所需聚合度的聚合物。该缩聚步骤可以在约53千帕(400托)至约0.013千帕(0.1托)的减压下进行。在这两个阶段中都使用搅拌或适当的条件以确保反应混合物的充分传热和表面更新。两个阶段的反应都用适当的催化剂,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、金属氧化物等促进。也可以使用与美国专利第5,290,631号中所述类似的三阶段制造程序,特别是在使用酸和酯的混合单体进料时。

[0053] 为了确保驱使二醇组分与二羧酸组分通过酯交换反应机制的反应完全,优选使用约1.05至约2.5摩尔二醇组分/1摩尔二羧酸组分。但是,本领域技术人员会理解,二醇组分/二羧酸组分比通常取决于用于进行该反应过程的反应器的设计。

[0054] 在通过直接酯化,即由二羧酸组分的酸形式制备磺基聚酯时,通过使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反应制备磺基聚酯。该反应在约7千帕表压(1 psig)至约1379千帕表压(200 psig),优选小于689 kPa (100 psig)的压力下进行以产生平均聚合度为约1.4至约10的低分子量的线型或支化磺基聚酯产品。直接酯化反应过程中所用的温度通常为约180°C至约280°C,更优选约220°C至约270°C。这种低分子量聚合物可随后通过缩聚反应聚合。

[0055] 本发明的水分散性、多组分和短切纤维和由其制成的纤维制品还可含有不会有害地影响它们的最终用途的其它常规添加剂和成分。例如,可以使用添加剂,如填料、表面摩擦改进剂、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、疏水和亲水增强剂、粘度改进剂、滑爽剂、增韧剂、增粘剂等。

[0056] 本发明的纤维和纤维制品不要求存在用于防止纤维在加工过程中粘连或熔合的添加剂,例如颜料、填料、油、蜡或脂肪酸整理剂。本文所用的术语“粘连或熔合”被理解为是指该纤维或纤维制品粘在一起或熔合成块以致纤维无法被加工或用于其预期用途。在纤维或纤维制品的加工过程中或经储存几天或几周的时间会发生粘连和熔合并在湿热条件下加剧。

[0057] 在本发明的一个实施方案中,该纤维和纤维制品将含有基于该纤维或纤维制品总重量的小于10重量%的此类防粘连添加剂。例如,该纤维和纤维制品可含有小于10重量%的颜料或填料。在其它实例中,该纤维和纤维制品可含有基于纤维总重量的小于9重量%、小于

5重量%、小于3重量%、小于1重量%和0重量%的颜料或填料。可添加着色剂(有时称为调色剂)以赋予该磺基聚酯所需的中性色调和/或亮度。当需要有色纤维时,在二醇单体和二羧酸单体的反应过程中在磺基聚酯反应混合物中可包括颜料或着色剂或它们可以与预形成的磺基聚酯熔融共混。包含着色剂的优选方法是使用具有含反应性基团的热稳定有机着色化合物的着色剂,以使该着色剂共聚并被并入该磺基聚酯中以改进其色调。例如,着色剂,如具有反应性羟基和/或羧基的染料,包括但不限于蓝和红取代的蒽醌,可共聚到该聚合物链中。当使用染料作为着色剂时,它们可以在酯交换或直接酯化反应后添加到共聚酯反应过程中。

[0058] 对本发明而言,术语“纤维”是指能够形成二维或三维制品,如织造或非织造织物的高纵横比的聚合体。在本发明的背景中,术语“纤维(fiber)”与“纤维(fibers)”同义并意在表示一根或多根纤维。本发明的纤维可以是单组分纤维、双组分或多组分纤维。本文所用的术语“单组分纤维”意在表示通过单一磺基聚酯、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附加聚合物的共混物的熔纺制备的纤维并包括切段纤维、单丝纤维和复丝纤维。“单组分(Unicomponent)”意在与术语“单组份(monocomponent)”同义并包括“双成分”或“多成分”纤维,并且是指由作为共混物从相同挤出机中挤出的至少两种聚合物形成的纤维。单组分或双成分纤维没有排列在跨纤维横截面的位置相对恒定的不同区域中的各种聚合物组分且各种聚合物通常并非沿纤维的整个长度延续,而是通常形成随意起止的纤丝或原纤丝。因此,术语“单组分”无意排除由为了着色、抗静电性质、润滑、亲水性等可添加少量添加剂的聚合物或一种或多种聚合物的共混物形成的纤维。

[0059] 相比之下,本文所用的术语“多组分纤维”意在表示如下制成的纤维:在分开的挤出机中熔融两种或更多种成纤维聚合物并将所得多个聚合物流导入具有多个分配流径的一个喷丝头并纺在一起以形成一根纤维。多组分纤维有时也被称为复合纤维(conjugate fiber)或双组分纤维。聚合物排列在跨该复合纤维横截面的基本位置不变的不同区段或区域中并沿复合纤维的长度连续延伸。此类多组分纤维的构造可以是例如皮/芯排列——其中一种聚合物被另一种包围,或者是并列排列、条纹或条带排列、扇饼排列或“海岛”排列。例如,可通过分别经具有成形或工程设计的横向几何结构,例如“海岛”或扇饼构造的喷丝头挤出磺基聚酯和一种或多种水不分散性聚合物来制备多组分纤维。多组分纤维通常是具有成形或圆形横截面的切段纤维、单丝纤维或复丝纤维。大多数纤维形式是热定型的。该纤维可包含各种抗氧化剂、颜料和添加剂,如本文所述。

[0060] 单丝纤维的尺寸通常为约15至约8000旦/长丝(在本文中缩写为“d/f”)。本发明的新型纤维通常具有约40至约5000的d/f值。单丝可以是单组分或多组分纤维的形式。本发明的复丝纤维的尺寸优选对熔喷网而言为约1.5微米,对切段纤维而言为约0.5至约50 d/f,和对单丝纤维而言为最多约5000 d/f。复丝纤维也可用作卷曲或未卷曲纱线和丝束。熔喷网和熔纺织物中所用的纤维可以以微旦尺寸制备。本文所用的术语“微旦”意在表示1 d/f或更小的d/f值。例如,本发明的微旦纤维通常具有1或更小、0.5或更小、或0.1或更小的d/f值。也可以通过静电纺丝制备纳米纤维。

[0061] 如上所述,该磺基聚酯也有利于制备具有成形横截面的双组分和多组分纤维。我们已经发现,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的纤维粘连和熔合。因此,本发明提供具有成形

横截面的多组分纤维，其包含：

- (A) 具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水分散性磺基聚酯，所述磺基聚酯包含：
  - (i) 一种或多种二羧酸的残基；
  - (ii) 基于总的重复单元的约4至约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族或脂环族环上的磺酸盐基团的磺基单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合；
  - (iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数；和

- (iv) 基于总的重复单元的0至约25摩尔%的具有3个或更多个官能团的支化单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合；和

(B) 包含一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物的多个区段，其中所述区段被介于所述区段之间的磺基聚酯基本互相隔开；

任选地，其中所述纤维具有海岛型或扇饼型横截面并含有基于纤维总重量的低于10重量%的颜料或填料。

[0062] 二羧酸、二醇、磺基聚酯、磺基单体和支化单体残基如上文对本发明的其它实施方案所描述的。对于多组分纤维，磺基聚酯有利地具有至少57°C的Tg。本发明的多组分纤维的磺基聚酯或磺基聚酯共混物可表现出的玻璃化转变温度的进一步的实例是至少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，可以不同比例使用一种或多种磺基聚酯的共混物以获得具有所需Tg的磺基聚酯共混物。可以通过使用磺基聚酯组分的Tg的加权平均值计算磺基聚酯共混物的Tg。例如，具有48°C的Tg的磺基聚酯可以与具有65°C的Tg的另一磺基聚酯以25:75 wt:wt比率共混以产生具有约61°C的Tg的磺基聚酯共混物。

[0063] 在本发明的另一实施方案中，该多组分纤维的水分散性磺基聚酯组分呈现出能够实现下列至少一项的性质：

- (A) 将该多组分纤维纺成所需的低旦数，
- (B) 这些多组分纤维中的磺基聚酯在由该纤维形成的网的水力缠结过程中耐除去，但在水力缠结后在升高的温度下有效地除去，和
- (C) 该多组分纤维可热定形以生成稳定的坚固织物。使用具有特定熔体粘度和磺基单体残基水平的磺基聚酯在促进这些目标时实现令人惊讶和出乎预料的结果。

[0064] 因此，在本发明的另一实施方案中，提供具有成形横截面的多组分纤维，其包含：

- (A) 至少一种水分散性磺基聚酯；和

(B) 多个包含一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物的区域，其中所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开，

任选地，其中所述纤维具有小于约6旦/长丝的初纺旦数(as-spun denier)；

其中所述水分散性磺基聚酯表现出在240°C下在1 rad/sec应变速率下测得的小于约12,000泊的熔体粘度，和

其中所述磺基聚酯包含基于二酸或二醇残基总摩尔数的低于约25摩尔%的至少一种磺基单体的残基。

[0065] 这些多组分纤维中所用的磺基聚酯具有通常小于约12,000泊的熔体粘度。在另一些实施方案中，在240°C和1 rad/sec剪切速率下测得的该磺基聚酯的熔体粘度优选小于约10,000泊、小于约6,000或小于约4,000泊。另一方面，该磺基聚酯表现出在240°C和1 rad/sec剪切速率下测得的约1,000至约12,000泊、约2,000至约6,000泊或约2,500至约4,000泊的熔体粘度。在测定该粘度前，样品在真空炉中在60°C下干燥2天。在流变仪上在1毫米辊隙设置下使用25毫米直径的平行板几何结构测量熔体粘度。动态扫频(dynamic frequency sweep)在1至400 rad/sec的应变速率范围和10%应变幅度下运行。然后在240 °C和1 rad/sec的应变速率下测量该粘度。

[0066] 根据本发明的这一方面使用的磺基聚酯聚合物中的磺基单体残基水平通常小于约25摩尔%，或小于约20摩尔%，以磺基聚酯中总的二酸或二醇残基的百分比的形式报道。在另一些实施方案中，该水平为约4至约20摩尔%，约5至约12摩尔%，或约7至约10摩尔%。用于本发明的磺基单体优选具有2个官能团或一个或多个连接到芳族或脂环族环上的磺酸盐基团，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。在一个实施方案中，使用钠磺基间苯二甲酸单体。

[0067] 除上述磺基单体外，该磺基聚酯还可包含一种或多种二羧酸的残基、一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)，其中n是2至约500的整数，和基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。

[0068] 在另一实施方案中，该磺基聚酯包含约80-96摩尔%二羧酸残基、约4至约20摩尔%磺基单体残基和100摩尔%二醇残基(总摩尔%为200%，即100摩尔%二酸和100摩尔%二醇)。更具体地，该磺基聚酯的二羧酸部分包含约60-80摩尔%对苯二甲酸、约0-30摩尔%间苯二甲酸和约4-20摩尔% 5-钠磺基间苯二甲酸(5-SSIPA)。二醇部分包含约0-50摩尔%乙二醇和约50-100摩尔%乙二醇。下文阐述根据本发明的这一实施方案的一种示例性配方。

	近似的摩尔% (基于二醇残基或二酸残基的总摩尔数)
对苯二甲酸	71
间苯二甲酸	20
5-SSIPA	9
乙二醇	35
乙二醇	65

[0069] 该多组分纤维的水不分散性组分可包含本文所述的任何那些水不分散性聚合物。纤维的纺丝也可以根据本文中描述的任何方法进行。但是，根据本发明的这一方面的多组分纤维的改进的流变性质提供了提高的拉伸速度。当挤出该磺基聚酯和水不分散性聚合物以制备多组分挤出物时，该多组分挤出物能够使用本文中公开的任何方法以至少约2000 m/min，更优选至少约3000 m/min，再更优选至少约4000 m/min，最优选至少约4500 m/min的速度熔体拉伸以制备多组分纤维。尽管无意受理论束缚，该多组分挤出物在这些速度下的熔体拉伸在该多组分纤维的水不分散性组分中带来至少一定的取向结晶度。这种取向结晶度可以提高由该多组分纤维制得的非织造材料在后继加工过程中的尺寸稳定性。

[0070] 该多组分挤出物的另一优点在于其可以熔体拉伸为初纺旦数小于6旦/长丝的多组分纤维。多组分纤维尺寸的其它范围包括小于4旦/长丝和小于2.5旦/长丝的初纺旦数。

[0071] 因此,在本发明的另一实施方案中,具有成形横截面的多组分挤出物,其包含:

(A) 至少一种水分散性磺基聚酯;和

(B) 包含一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物的多个区域,其中所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开,

其中所述挤出物能以至少约2000 m/min的速度熔体拉伸。

[0072] 该多组分纤维包含一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物的多个区段或区域,其中所述区段或区域被介于所述区段或区域之间的磺基聚酯基本互相隔开。本文所用的术语“基本隔开”意在表示所述区段或区域互相分开以使得在除去磺基聚酯时所述区段区域能够形成个体纤维。例如,这些区段或区域可能如例如扇饼型构造中那样互相接触,但可通过冲击或在除去磺基聚酯时分开。

[0073] 本发明的多组分纤维中磺基聚酯与水不分散性聚合物组分的重量比通常为约60:40至约2:98,或在另一实例中约50:50至约5:95。该磺基聚酯通常占多组分纤维总重量的50重量%或更少。

[0074] 多组分纤维的区段或区域可包含一种或多种水不分散性聚合物。可用在该多组分纤维的区段中的水不分散性聚合物的实例包括,但不限于,聚烯烃、聚酯、聚酰胺、聚交酯、聚己内酯、聚碳酸酯、聚氨酯、纤维素酯和聚氯乙烯。例如,该水不分散性聚合物可以是聚酯,如聚对苯二甲酸(乙二醇)酯、聚对苯二甲酸(丁二醇)酯、聚环己烷二甲酸(环己二酯)(poly(cyclohexylene) cyclohexanedicarboxylate,)、聚对苯二甲酸(环己二酯)(poly(cyclohexylene) terephthalate)、聚对苯二甲酸(丙二醇酯)等。在另一实例中,该水不分散性聚合物可以是如通过DIN标准54900测定为可生物分解的(biodistintegratable)和/或如通过ASTM标准方法D6340-98测定为可生物降解的。在美国专利第5,599,858号;第5,580,911号;第5,446,079号;和第5,559,171号中公开了可生物降解的聚酯和聚酯共混物的实例。本文中关于本发明的水不分散性聚合物所用的术语“可生物降解”被理解为是指如例如题为“Standard Test Methods for Determining Aerobic Biodegradation of Radiolabeled Plastic Materials in an Aqueous or Compost Environment”的ASTM标准方法D6340-98所定义的,在适当且可论证的时间跨度中在环境影响下,例如在堆肥(composting)环境中聚合物降解。本发明的水不分散性聚合物还“可生物分解”,意味着该聚合物如例如DIN标准54900所定义的在堆肥环境中容易粉碎。例如,最初在环境中通过热、水、空气、微生物和其它因素的作用降低了该可生物降解的聚合物的分子量。这种分子量降低导致物理性质(韧度)损失并常常导致纤维断裂。一旦该聚合物的分子量足够低,则单体和低聚物被微生物同化。在需氧环境中,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。在厌氧环境中,该单体或低聚物最终转化成CO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、乙酸盐、甲烷和细胞生物质。

[0075] 例如,水不分散性聚合物可以是脂族-芳族聚酯,在本文中缩写为“AAPE”。本文所用的术语“脂族-芳族聚酯”是指包含来自脂族或脂环族二羧酸或二醇和芳族二羧酸或二醇的残基的混合物的聚酯。本文中对于本发明的二羧酸和二醇单体使用的术语“非芳族”是指该单体的羧基或羟基没有通过芳族核连接。例如,己二酸在其主链(即连接羧酸基团的碳原子链)中不含芳族核,因此是“非芳族”。相比之下,术语“芳族”是指该二羧酸或二醇在主链中含有芳族核,例如对苯二甲酸或2,6-萘二甲酸。“非芳族”因此意在包括脂族和脂环族结构,例如含有组成碳原子的直链或支链或环状排列作为主链的二醇和二羧酸,其在性质上

可以是饱和或链烷的、不饱和的(即含有非芳族碳-碳双键)或炔属的(即含有碳-碳三键)。因此,在本发明的说明书和权利要求书背景中,非芳族意在包括直链和支链的链结构(在本文中称作“脂族”)和环状结构(在本文中称作“脂环的”或“脂环族”)。但是,术语“非芳族”无意排除可连接到脂族或脂环族二醇或二羧酸的主链上的任何芳族取代基。在本发明中,双官能羧酸通常是脂族二羧酸,例如己二酸,或芳族二羧酸,例如对苯二甲酸。双官能羟基化合物可以是脂环族二醇,例如1,4-环己烷二甲醇,直链或支链的脂族二醇,例如1,4-丁二醇,或芳族二醇,例如氢醌。

[0076] 该AAPE可以是包含二醇残基的线性或支化无规共聚酯和/或增链共聚酯,所述二醇残基包含选自含有2至约8个碳原子的脂族二醇、含有2至8个碳原子的聚亚烷基醚二醇和含有约4至约12个碳原子的脂环族二醇的一种或多种取代或未取代的、直链或支链二醇的残基。该取代的二醇通常将包含1至约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>烷氧基的取代基。可用的二醇的实例包括但不限于乙二醇、二乙二醇、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、硫代二乙醇、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-环丁二醇、三乙二醇和四乙二醇,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;二乙二醇;或1,4-环己烷二甲醇的一种或多种二醇。该AAPE还包含二酸残基,其含有基于二酸残基总摩尔数的约35至约99摩尔%的一种或多种取代或未取代的、直链或支链的非芳族二羧酸的残基,所述非芳族二羧酸选自含有2至约12个碳原子的脂族二羧酸和含有约5至约10个碳原子的脂环族酸。该取代的非芳族二羧酸通常将含有1至约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>烷氧基的取代基。非芳族二酸的非限制性实例包括丙二酸、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-环戊烷二甲酸、1,4-环己烷二甲酸、1,3-环己烷二甲酸、二羟乙酸、衣康酸、马来酸和2,5-降冰片烷二甲酸。除非芳族二羧酸外,该AAPE还包含基于二酸残基总摩尔数的约1至约65摩尔%的一种或多种含有6至约10个碳原子的取代或未取代的芳族二羧酸的残基。在使用取代的芳族二羧酸的情况下,它们通常将含有1至约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>烷氧基的取代基。可用于本发明的AAPE中的芳族二羧酸的非限制性实例是对苯二甲酸、间苯二甲酸、5-磺基间苯二甲酸的盐和2,6-萘二甲酸。更优选地,非芳族二羧酸将包括己二酸,芳族二羧酸将包括对苯二甲酸,且二醇将包括1,4-丁二醇。

[0077] 本发明的AAPE的其它可能的组成是由下列二醇和二羧酸(或其成聚酯的等效物,如二酯)以基于100摩尔%二酸组分和100摩尔%二醇组分的下列摩尔百分比制备的那些:

(1) 戊二酸(约30至约75%);对苯二甲酸(约25至约70%);1,4-丁二醇(约90至100%);和改性二醇(0至约10%);

(2) 丁二酸(约30至约95%);对苯二甲酸(约5至约70%);1,4-丁二醇(约90至100%);和改性二醇(0至约10%);和

(3) 己二酸(约30至约75%);对苯二甲酸(约25至约70%);1,4-丁二醇(约90至100%);和改性二醇(0至约10%)。

[0078] 该改性二醇优选选自1,4-环己烷二甲醇、三乙二醇、聚乙二醇和新戊二醇。最优选的AAPE是包含约50至约60摩尔%己二酸残基、约40至约50摩尔%对苯二甲酸残基和至少95摩尔%1,4-丁二醇残基的线性、支化或增链的共聚酯。再更优选地,己二酸残基占约55至约60

摩尔%，对苯二甲酸残基占约40至约45摩尔%，且二醇残基包含约95摩尔% 1,4-丁二醇残基。此类组合物可以以商标EASTAR BIO<sup>®</sup>共聚酯购自Eastman Chemical Company, Kingsport, TN和以商标ECOFLEX<sup>®</sup>购自BASF Corporation。

[0079] 优选的AAPE的另外的具体实例包括聚(戊二酸丁二醇酯-共-对苯二甲酸丁二醇酯)(poly(tetra-methylene glutarate-co-terephthalate)),其含有(a) 50摩尔%戊二酸残基、50摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基,(b) 60摩尔%戊二酸残基、40摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基,或(c) 40摩尔%戊二酸残基、60摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基;聚(丁二酸丁二醇酯-共-对苯二甲酸丁二醇酯),其含有(a) 85摩尔%丁二酸残基、15摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基,或(b) 70摩尔%丁二酸残基、30摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基;聚(丁二酸乙二醇酯-共-对苯二甲酸乙二醇酯),其含有70摩尔%丁二酸残基、30摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%乙二醇残基;和聚(己二酸丁二醇酯-共-对苯二甲酸丁二醇酯),其含有(a) 85摩尔%己二酸残基、15摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基;或(b) 55摩尔%己二酸残基、45摩尔%对苯二甲酸残基和100摩尔%1,4-丁二醇残基。

[0080] 该AAPE优选包含约10至约1,000个重复单元,优选约15至约600个重复单元。该AAPE可具有约0.4至约2.0 dL/g,或更优选约0.7至约1.6 dL/g的特性粘度,该特性粘度如在25 °C的温度下使用在100毫升60/40(按重量计)的苯酚/四氯乙烷溶液中0.5克共聚酯的浓度测得。

[0081] 该AAPE任选可含有文化剂的残基。文化剂的摩尔百分比范围为基于二酸或二醇残基(取决于文化剂是否含有羧基或羟基)总摩尔数的约0至约2摩尔%,优选约0.1至约1摩尔%,最优选约0.1至约0.5摩尔%。文化剂优选具有约50至约5000,更优选约92至约3000的重均分子量,和约3至约6的官能度。该文化剂例如可以是具有3至6个羟基的多元醇、具有3或4个羧基的多羧酸(或成酯的等效基团)或具有总计3至6个羟基和羧基的羟基酸的酯化残基。此外,可以在反应性挤出过程中通过添加过氧化物来文化该AAPE。

[0082] 该水不分散性聚合物的各区段可能在细度上彼此不同并可能以本领域技术人员已知的任何成形或工程设计的横截面的几何结构排列。例如,该磺基聚酯和水不分散性聚合物可用于制备具有工程设计的几何结构,例如并列、“海岛型”、扇饼型、皮芯型、条纹型(条带型)或本领域技术人员已知的其它构造的双组分纤维。其它多组分构造也有可能。随后除去一侧(side)、“海”或“饼(pie)”的一部分可产生非常细的纤维。制备双组分纤维的方法也是本领域技术人员公知的。在双组分纤维中,本发明的磺基聚酯纤维可以约10至约90重量%的量存在并通常将用在皮/芯纤维的皮部分中。通常,在使用水不溶性或水不分散性聚合物时,所得双组分或多组分纤维不是完全水分散性的。热收缩方面存在显著差异的并列组合可用于产生螺旋卷曲。如果需要卷曲,锯齿形或填塞箱卷曲(stuffer box crimp)通常适用于许多用途。如果第二聚合物组分在皮/芯构造的芯中,任选可以稳定化这种芯。

[0083] 该磺基聚酯特别可用于具有“海岛型”或“扇饼型”横截面的纤维,因为它们只需要用中性或微酸性水(即“软”水)分散,而非从多组分纤维中除去其它水分散性聚合物有时需要的含苛性碱的溶液。本公开中所用的术语“软水”是指该水具有最多5格令/加仑CaCO<sub>3</sub>(1格令CaCO<sub>3</sub>/加仑相当于17.1 ppm)。

[0084] 本发明的另一方面是多组分纤维,其包含:

(A) 具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水分散性磺基聚酯,所述磺基聚酯包含:

(i) 基于总的酸残基的约50至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

(ii) 基于总的酸残基的约4至约30摩尔%的钠磺基间苯二甲酸的残基;

(iii) 一种或多种二醇残基,其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数;

(iv) 基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合;和

(B) 包含一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物的多个区段,其中所述区段被介于所述区段之间的磺基聚酯基本互相隔开。

[0085] 在一个实施方案中,该多组分纤维具有海岛型或扇饼型横截面并含有基于纤维总重量的低于10重量%的颜料或填料。

[0086] 二羧酸、二醇、磺基聚酯、磺基单体、文化单体残基和水不分散性聚合物如上所述。对于多组分纤维,磺基聚酯有利地具有至少57°C的Tg。该磺基聚酯可以是单一磺基聚酯或一种或多种磺基聚酯聚合物的共混物。该磺基聚酯或磺基聚酯共混物可表现出的玻璃化转变温度的进一步的实例是至少65°C、至少70°C、至少75°C、至少85°C和至少90°C。例如,该磺基聚酯可包含约75至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基和约25至约95摩尔%的二乙二醇残基。如上所述,水不分散性聚合物的实例是聚烯烃、聚酯、聚酰胺、聚交酯、聚己内酯、聚碳酸酯、聚氨酯、纤维素酯和聚氯乙烯。此外,该水不分散性聚合物可以是可生物降解或可生物分解的。例如,该水不分散性聚合物可以是如上所述的脂族-芳族聚酯。

[0087] 本发明的新型多组分纤维可通过本领域技术人员已知的许多方法制备。本发明因此提供具有成形横截面的多组分纤维的方法,其包括:将具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物纺成纤维,所述磺基聚酯包含:

(A) 一种或多种二羧酸的残基;

(B) 基于总的重复单元的约4至约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族或脂环族环上的磺酸盐基团的磺基单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合;

(C) 一种或多种二醇残基,其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数;和

(D) 基于总的重复单元的0至约25摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合;

其中所述纤维具有多个包含水不分散性聚合物的区段和所述区段被介于所述区段之间的磺基聚酯基本互相隔开。在一个实施方案中,该纤维含有基于纤维总重量的低于10重量%的颜料或填料。例如,该多组分纤维可如下制备:在分开的挤出机中熔融磺基聚酯和一种或多种水不分散性聚合物并将独立的聚合物流导入具有多个分配流径的一个喷丝头或

挤出模头以使水不分散性聚合物组分形成被介入的磺基聚酯基本互相隔开的小区段或细股线(strand)。此类纤维的横截面可以是例如扇饼型排列或海岛型排列。在另一实例中,将磺基聚酯和一种或多种水不分散性聚合物分开进给到喷丝孔中,然后以皮芯形式挤出,其中水不分散性聚合物形成基本被磺基聚酯“皮”聚合物包围的“芯”。在这种同心纤维的情况下,供应“芯”聚合物的孔口位于纺丝孔出口的中心并严格控制芯聚合物流体的流动条件以在纺丝时保持这两种组分的同心性。喷丝孔的改变能够在纤维横截面内获得芯和/或皮的不同形状。在又一实例中,具有并列横截面或构造的多组分纤维可如下制备:(1)经由孔口分开地共挤出水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物,将分开的聚合物流以基本相同的速度会聚以在喷丝头表面的下方作为合并物流并列会合;或(2)经由孔口分开地进给这两种聚合物流,它们以基本相同的速度在喷丝头表面会聚以在喷丝头表面作为合并物流并列会合。在这两种情况下,各聚合物流在会合点的速度都取决于其计量泵速度、孔口数和孔口尺寸。

[0088] 二羧酸、二醇、磺基聚酯、磺基单体、文化单体残基和水不分散性聚合物如上所述。该磺基聚酯具有至少57°C的玻璃化转变温度。该磺基聚酯或磺基聚酯共混物可表现出的玻璃化转变温度的进一步的实例是至少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,该磺基聚酯可包含基于总的酸残基的约50至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;和基于总的酸残基的约4至约30摩尔%的钠磺基间苯二甲酸的残基;和基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。在另一实例中,该磺基聚酯可包含约75至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基和约25至约95摩尔%的二乙二醇残基。如上所述,水不分散性聚合物的实例是聚烯烃、聚酯、聚酰胺、聚交酯、聚己内酯、聚碳酸酯、聚氨酯和聚氯乙烯。此外,该水不分散性聚合物可以是可生物降解或可生物分解的。例如,该水不分散性聚合物可以是如上所述的脂族-芳族聚酯。成形横截面的实例包括但不限于海岛型、并列型、皮芯型、扇饼型或条纹型(条带型)构造。

[0089] 在本发明的另一实施方案中,提供制造具有成形横截面的多组分纤维的方法,其中包括:将至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物纺丝以产生多组分纤维,其中所述多组分纤维具有包含所述水不分散性聚合物的多个区域且所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开;其中所述水分散性磺基聚酯表现出在240°C下在1 rad/sec应变速率下测得的小于约12,000泊的熔体粘度,且其中所述磺基聚酯包含基于二酸或二醇残基总摩尔数的低于约25摩尔%的至少一种磺基单体的残基。在另一实施方案中,所述多组分纤维具有小于约6旦/长丝的初纺旦数。

[0090] 这些多组分纤维中所用的磺基聚酯和水不分散性聚合物如本公开上文中论述。

[0091] 在本发明的另一实施方案中,提供制造具有成形横截面的多组分纤维的方法,其中包括:

(A) 挤出至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物以产生多组分挤出物,其中所述多组分挤出物具有包含所述水不分散性聚合物的多个区域且所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开;和

(B) 以至少约2000 m/min的速度熔体拉伸所述多组分挤出物以产生多组分纤维。

[0092] 本发明的这一实施方案的特征还在于,该方法包括以至少约2000 m/min,至少约

3000 m/min,或至少4500 m/min的速度熔体拉伸多组分挤出物的步骤。

[0093] 通常,在离开喷丝头时,用空气错流将纤维骤冷,由此纤维固化。在此阶段可以向纤维施加各种整理剂和施胶剂。冷却的纤维通常随后被拉伸并被卷绕在卷取轴上。在整理剂中可以以有效量并入其它添加剂,如乳化剂、抗静电剂、抗微生物剂、防沫剂、润滑剂、热稳定剂、UV稳定剂等。

[0094] 任选地,可以使拉伸的纤维变形(textured)并卷绕形成蓬松(bulky)连续长丝。这种单步骤技术在本领域中被称作纺丝-拉伸-变形。其它实施方案包括松捻纱(非变形纱)或切段纤维(卷曲或未卷曲)。

[0095] 随后可通过溶解界面层或扇饼除去磺基聚酯并留下一种或多种水不分散性聚合物的较小长丝或微旦纤维。本发明因此提供用于微旦纤维的方法,其包括:

(A) 将具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物纺成多组分纤维,所述磺基聚酯包含:

(i) 基于总的酸残基的约50至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基;

(ii) 基于总的酸残基的约4至约30摩尔%的钠磺基间苯二甲酸的残基;

(iii) 一种或多种二醇残基,其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数;和

(iv) 基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基,其中所述官能团是羟基、羧基或其组合;

其中所述纤维具有包含水不分散性聚合物的多个区段,其中所述区段被介于所述区段之间的磺基聚酯基本互相隔开;和

(B) 使所述多组分纤维与水接触以除去磺基聚酯,由此形成微旦纤维。

[0096] 在另一实施方案中,该多组分纤维含有基于纤维总重量的低于10重量%的颜料或填料。

[0097] 通常,使多组分纤维与水在约25°C至约100°C,或约50°C至约80°C的温度下接触约10至约600秒的时间,由此使磺基聚酯消散或溶解。在除去磺基聚酯后,剩余的水不分散性聚合物微纤维通常将具有1 d/f或更低,通常0.5 d/f或更低或更通常0.1 d/f或更低的平均细度。

[0098] 这些剩余水不分散性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、擦拭布和过滤介质。由这些微纤维制成的过滤介质可用于过滤空气或液体。过滤介质用于的液体包括但不限于水、体液、溶剂和烃。磺基聚酯的离子性质也导致在盐水介质,如体液中有利地差的“溶解性”。这些性质在可冲弃或以其它方式处置在生活排污系统中的个人护理产品和清洁擦拭布中是合意的。所选磺基聚酯也已用作染料浴中的分散剂和洗衣周期期间的防污垢再沉积剂。

[0099] 在本发明的另一实施方案中,提供制造微旦纤维的方法,其包括将至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物纺成多组分纤维,其中所述多组分纤维具有包含所述水不分散性聚合物的多个区域,其中所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开;其中所述水分散性磺基聚酯表现出在

240°C下在1 rad/sec应变速率下测得的小于约12,000泊的熔体粘度,且其中所述磺基聚酯包含基于二酸或二醇残基总摩尔数的低于约25摩尔%的至少一种磺基单体的残基;和使所述多组分纤维与水接触以除去所述水分散性磺基聚酯,由此形成微旦纤维。在一个实施方案中,该多组分纤维具有小于约6旦/长丝的初纺旦数。

[0100] 在本发明的另一实施方案中,提供制造微旦纤维的方法,其包括:

(A) 挤出至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物以产生多组分挤出物,其中所述多组分挤出物具有包含所述水不分散性聚合物的多个区域,其中所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开;

(B) 以至少约2000 m/min的速度熔体拉伸所述多组分挤出物以形成多组分纤维;和

(C) 使所述多组分纤维与水接触以除去所述水分散性磺基聚酯,由此形成微旦纤维。

[0101] 该多组分挤出物可以以至少约2000 m/min、至少约3000 m/min或至少4500 m/min的速度拉伸。

[0102] 适合根据本发明使用的此类磺基单体和磺基聚酯如上所述。

[0103] 在一个实施方案中,用于从多组分纤维中除去磺基聚酯的水高于室温。在另一些实施方案中,用于除去磺基聚酯的水为至少约45°C,至少约60°C,或至少约80°C。

[0104] 在本发明的另一实施方案中,提供制备经切割的水不分散性聚合物微纤维的另一方法。所述方法包括:

(A) 将多组分纤维切割成经切割的多组分纤维;

(B) 使含纤维的原料与水接触以产生纤维混合浆料;其中所述含纤维的原料包含经切割的多组分纤维;

(C) 加热所述纤维混合浆料以产生经加热的纤维混合浆料;

(D) 任选地,在剪切区中混合所述纤维混合浆料;

(E) 从所述经切割的多组分纤维中除去至少一部分磺基聚酯以产生包含磺基聚酯分散体和水不分散性聚合物微纤维的浆料混合物;和

(F) 将所述水不分散性聚合物微纤维从所述浆料混合物中分离。

[0105] 可以将该多组分纤维切割成可用于制造非织造制品的任何长度。在本发明的一个实施方案中,将该多组分纤维切割成约1毫米至约50毫米的长度。在另一些实施方案中,可以将该多组分纤维切割成约1毫米至约25毫米,约1毫米至约20毫米,约1毫米至约15毫米,约1毫米至约10毫米,约1毫米至约6毫米,约1毫米至约5毫米,约1毫米至约5毫米的长度。在另一实施方案中,可以将该经切割的多组分纤维切割成小于约25毫米,小于约20毫米,小于约15毫米,小于约10毫米,或小于约5毫米的长度。在本发明的另一方面中,可以将该多组分纤维切割成不同长度的混合物。

[0106] 本公开中所用的术语“切段纤维”用于定义切割成大于25毫米至约50毫米的长度的纤维。术语“短切纤维”用于定义切割成约25毫米或更短的纤维。

[0107] 该含纤维的原料可包含可用于制造非织造制品的任何其它类型的纤维。在一个实施方案中,该含纤维的原料进一步包含选自纤维素纤维浆、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的至少一种纤维。

[0108] 将该含纤维的原料与水混合产生纤维混合浆料。有利地,为了利于除去水分散性磺基聚酯,所用的水可以是软水或去离子水。在本公开中之前已定义了软水。在本发明的一

个实施方案中,可以使用至少一种水软化剂以促进从多组分纤维中除去水分散性磺基聚酯。可以使用本领域中已知的任何水软化剂。在一个实施方案中,水软化剂是螯合剂或钙离子多价螯合剂。可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,其中该螯合剂的分子结构中的羧酸基团被2至6个原子隔开。乙二胺四乙酸四钠(EDTA)是最常见的螯合剂的一个实例,每分子结构含有四个羧酸部分,相邻羧酸基团之间相隔3个原子。聚丙烯酸钠盐是含有羧酸基团且羧酸基团被羧基之间的2个原子隔开的钙多价螯合剂的一个实例。马来酸或丁二酸的钠盐是最基本的螯合剂化合物的实例。可用的螯合剂的进一步的实例包括在分子结构中都存在多个羧酸基团的化合物,其中羧酸基团相隔所需距离(2至6个原子单元),其与二价或多价阳离子(如钙)产生有利的空间相互作用,这使该螯合剂优先结合到二价或多价阳离子上。这样的化合物包括,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;N,N-双(2-(羧甲基)氨基)乙基)-甘氨酸;二亚乙基三胺五乙酸;[(羧甲基)亚氨基]双(亚乙基次氮基)]-四乙酸([(carboxymethyl)imino]bis(ethylenenitrilo)]-tetra-acetic acid);依地酸;亚乙基二次氮基四乙酸;EDTA,游离碱;EDTA游离酸;乙二胺-N,N,N',N''-四乙酸;hampene;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);trilone A;α,α',α''-三甲基胺三甲酸;三(羧甲基)胺;氨基三乙酸;hampshire NTA酸;次氨基-2,2',2''-三乙酸;titriplex i;次氨基三乙酸;及其混合物。

[0109] 所需水软化剂的量取决于就Ca<sup>++</sup>和其它多价离子而言所用的水的硬度。

[0110] 加热该纤维混合浆料以产生经加热的纤维混合浆料。温度为足以从多组分纤维中除去一部分磺基聚酯的温度。在本发明的一个实施方案中,将该纤维混合浆料加热至约50℃至约100℃的温度。其它温度范围是约70℃至约100℃,约80℃至约100℃,和约90℃至约100℃。

[0111] 任选地,在剪切区中混合该纤维混合浆料。混合量足以从多组分纤维中分散和除去一部分水分散性磺基聚酯并分离水不分散性聚合物微纤维。在本发明的一个实施方案中,除去90%的磺基聚酯。在另一实施方案中,除去95%的磺基聚酯,在又一实施方案中,除去98%或更多的磺基聚酯。该剪切区可以包括能够提供从多组分纤维中分散和除去一部分水分散性磺基聚酯并分离水不分散性聚合物微纤维所必需的剪切作用的任何类型的设备。此类设备的实例包括但不限于碎浆机和精磨机(refiner)。

[0112] 与水接触和加热后,多组分纤维中的水分散性磺基聚酯将分散并与水不分散性聚合物纤维分离以产生包含磺基聚酯分散体和水不分散性聚合物微纤维的浆料混合物。然后可通过本领域中已知的任何手段将水不分散性聚合物微纤维与磺基聚酯分散体分离。例如,可以使该浆料混合物经过分离设备,例如筛网和过滤器。任选地,该水不分散性聚合物微纤维可以被洗涤一次或多次以除去更多的水分散性磺基聚酯。

[0113] 可以通过物理观察该浆料混合物来确定水分散性磺基聚酯的去除。如果水分散性磺基聚酯已大部分去除,用于冲洗该水不分散性聚合物微纤维的水是澄清的。如果水分散性磺基聚酯仍在被去除,用于冲洗该水不分散性聚合物微纤维的水是乳状的。此外,如果水分散性磺基聚酯留在水不分散性聚合物微纤维上,该微纤维可能触摸起来有点粘。

[0114] 可以通过本领域中已知的任何方法从磺基聚酯分散体中回收水分散性磺基聚酯。

[0115] 在本发明的另一实施方案中，提供包含至少一种水不分散性聚合物的水不分散性聚合物微纤维，其中所述水不分散性聚合物微纤维具有小于5微米的等效直径和小于25毫米的长度。通过之前描述的制备微纤维的方法制备这种水不分散性聚合物微纤维。在本发明的另一方面中，该水不分散性聚合物微纤维具有小于3微米的等效直径和小于25毫米的长度。在本发明的其它实施方案中，该水不分散性聚合物微纤维具有小于5微米或小于3微米的等效直径。在本发明的其它实施方案中，该水不分散性聚合物微纤维可具有小于12毫米；小于10毫米、小于6.5毫米和小于3.5毫米的长度。该多组分纤维中的区域或区段一旦分离，即产生水不分散性聚合物微纤维。

[0116] 本发明还包括包含上述水分散性纤维、多组分纤维、微旦纤维或水不分散性聚合物微纤维的纤维制品。术语“纤维制品”被理解为是指具有或类似于纤维的任何制品。纤维制品的非限制性实例包括复丝纤维、纱线、绳索、带材、织物、湿法成网、干法成网、熔喷网、纺粘网、热结合网、水力缠结网、非织造网和织物及其组合；具有一个或多个纤维层的物品，例如由此类纤维制成的多层非织造织物、层合材料和复合材料、纱布、绷带、尿布、训练裤、卫生棉条(tampon)、手术衣和口罩、女性卫生巾；等。此外，该水不分散性微纤维可用在用于空气过滤、液体过滤、食品制备中的过滤、医疗应用中的过滤和用于造纸法和纸产品的过滤介质中。此外，该纤维制品可包括多种个人卫生和清洁产品的替换插件。本发明的纤维制品可以粘合、层合、粘附到可为水分散性或可不为水分散性的其它材料上或与其结合使用。该纤维制品，例如非织造织物层可以粘合到水不分散性材料，如聚乙烯的柔性塑料膜或背衬上。这种组合体例如可用作一次性尿布的一个组件。此外，该纤维制品可以由将纤维过吹(overblowing)到另一基底上得到以形成工程熔喷、纺粘、膜或膜结构的高度配套的组合。

[0117] 本发明的纤维制品包括非织造织物和网。非织造织物定义为未经织造或针织操作而直接由纤维网制成的织物。Textile Institute将非织造织物定义为直接由纤维而非纱线制成的纺织品结构。这些织物通常由连续长丝或由纤维网或絮(batts)制成，其使用各种技术通过结合增强，所述技术包括但不限于粘合剂结合、通过针刺或流体射流缠结(fluid jet entanglement)机械联锁、热结合和缝编。例如，本发明的多组分纤维可通过任何已知的织物形成法成形为织物。所得织物或网可通过施加足以使多组分纤维分裂的力或通过使该网与水接触以除去磺基聚酯并留下剩余的微旦纤维而转化成微旦纤维网。

[0118] 在本发明的另一实施方案中，提供制造微旦纤维网的方法，其包括：

(A) 将具有至少57°C的玻璃化转变温度(Tg)的水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物纺成多组分纤维，所述磺基聚酯包含：

(i) 基于总的酸残基的约50至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基；

(ii) 基于总的酸残基的约4至约30摩尔%的钠磺基间苯二甲酸的残基；

(iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少25摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数；和

(iv) 基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合，

其中所述多组分纤维具有包含水不分散性聚合物的多个区段，其中所述区段被介于所

述区段之间的磺基聚酯基本互相隔开；

- (B) 交叠和收集步骤A的多组分纤维以形成非织造网；和
- (C) 使所述非织造网与水接触以除去磺基聚酯，由此形成微旦纤维网。

[0119] 在本发明的另一实施方案中，所用多组分纤维含有基于纤维总重量的低于10重量%的颜料或填料。

[0120] 在本发明的另一实施方案中，提供获得微旦纤维网的方法，其包括：

(A) 将至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物纺成多组分纤维，所述多组分纤维具有包含所述水不分散性聚合物的多个区域，其中所述区域被介于所述区域之间的磺基聚酯基本互相隔开；其中所述水分散性磺基聚酯表现出在240℃下在1 rad/sec应变速率下测得的小于约12,000泊的熔体粘度，且其中所述磺基聚酯包含基于二酸或二醇残基总摩尔数的低于约25摩尔%的至少一种磺基单体的残基；

- (B) 收集步骤A)的所述多组分纤维以形成非织造网；和
- (C) 使所述非织造网与水接触以除去磺基聚酯，由此形成微旦纤维网。

[0121] 在另一实施方案中，所用的多组分纤维具有小于约6旦/长丝的初纺旦数。

[0122] 在本发明的另一实施方案中，提供获得微旦纤维网的方法，其包括：

(A) 将至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物挤出成多组分挤出物，所述多组分挤出物具有包含所述水不分散性聚合物的多个区域，其中所述区域被介于所述区域之间的所述水分散性磺基聚酯基本互相隔开；

- (B) 以至少约2000 m/min的速度熔体拉伸所述多组分挤出物以产生多组分纤维；
- (C) 收集步骤(B)的所述多组分纤维以形成非织造网；和
- (D) 使所述非织造网与水接触以除去磺基聚酯，由此形成微旦纤维网。

[0123] 在步骤(C)之前，该方法可进一步包括水力缠结非织造网的多组分纤维的步骤。在本发明的一个实施方案中，水力缠结步骤导致多组分纤维中所含的磺基聚酯的小于约20重量%或小于15重量%或小于10重量%的损失。以降低水力缠结过程中的磺基聚酯损失为目的，这一过程中所用的水可具有小于约45℃、小于约35℃或小于约30℃的温度。在本发明的一个实施方案中，为使磺基聚酯从多组分纤维中的损失最小化，水力缠结过程中所用的水尽可能接近室温。相比之下，步骤(D)的过程中的磺基聚酯聚合物的去除可以使用温度为至少约45℃、至少约60℃或至少约80℃的水进行。

[0124] 在水力缠结之后和在步骤(D)之前，该非织造网可经过热定形步骤，其包括将该非织造网加热至至少约100℃或至少约120℃的温度。该热定形步骤释放出内部纤维应力并有助于产生尺寸稳定的织物产品。在本发明的其它实施方案中，在将热定形材料再加热到其在热定形步骤过程中加热到的温度时，其表现出小于其原始表面积的约5%、小于原始表面积的约2%或小于原始表面积的约1%的表面积收缩。

[0125] 该多组分纤维中所用的磺基聚酯可以是本文所述的任何磺基聚酯。在一个实施方案中，该磺基聚酯具有在240℃下在1 rad/sec应变速率下测得的小于约6000泊的熔体粘度并包含基于总的重复单元的低于约12摩尔%的至少一种磺基单体的残基。在上文中描述了这些类型的磺基聚酯。

[0126] 此外,本发明的方法可包括以至少2000 m/min、至少约3000 m/min、至少约4000 m/min或至少约5000 m/min的纤维速度拉伸多组分纤维的步骤。

[0127] 在本发明的另一实施方案中,可以制造包含水不分散性聚合物微纤维的非织造制品。该非织造制品包含水不分散性聚合物微纤维并通过选自干法成网法和湿法成网法的方法制造。本说明书中之前公开了多组分纤维和制造水不分散性聚合物微纤维的方法。

[0128] 在本发明的一个实施方案中,在非织造制品中含有至少1%的水不分散性聚合物微纤维。非织造制品中所含的水不分散性聚合物微纤维的其它量为至少10%、至少25%和至少50%。

[0129] 在本发明的另一方面中,该非织造制品可进一步包含至少一种其它纤维。所述其它纤维可以是本领域中已知的任何纤维,其取决于要制备的非织造制品的类型。在本发明的一个实施方案中,所述其它纤维可选自纤维素纤维浆、玻璃纤维、聚酯纤维、尼龙纤维、聚烯烃纤维、人造丝纤维、纤维素酯纤维及其混合物。

[0130] 该非织造制品还可进一步包含至少一种添加剂。添加剂包括但不限于淀粉、填料和粘结剂。在本公开内容的其它部分中论述了其它添加剂。

[0131] 通常,由自多组分纤维制得的水不分散性微纤维制备这些非织造制品的制造方法可分成下列几类:干法成网、湿法成网、这些方法与彼此或与其它非织造法的组合。

[0132] 通常,用设计成在干状态下操控纤维的切段纤维加工机械制造干法成网非织造制品。这些包括机械法,如梳理、空气动力和其它气流成网途径。在该类别中还包括由丝束形式的长丝制成的非织造制品、和由切段纤维和缝合长丝或纱线构成的织物,即缝编的非织造织物。梳理是解开、清洁并混合纤维以制造用于进一步加工成非织造制品的网的方法。该方法主要排列纤维,通过机械缠结和纤维-纤维摩擦力将它们以网形式固定在一起。梳理机通常配置一个或多个主锡林(cylinder)、罗拉(roller)或固定顶部、一个或多个道夫(doffer)或这些主要组件的各种组合。梳理机的一个实例是罗拉梳理机。梳理动作是在一系列交互工作的梳理机罗拉上的梳理点之间梳理或加工经切割的多组分纤维或水不分散性聚合物微纤维。其它类型的梳理机包括梳毛机、梳棉机和无规梳理机(random card)。开毛机(Garnett)也可用于排列这些纤维。

[0133] 干法成网法中的经切割的多组分纤维或水不分散性聚合物微纤维也可以通过气流成网排列。通过气流将这些纤维引导到收集器上,所述收集器可以是平型输送机或转鼓。

[0134] 也可以由本发明的多组分纤维制造挤出成形网。实例包括纺粘和熔喷。挤出技术用于制备纺粘、熔喷和多孔膜非织造制品。这些非织造制品用与聚合物挤出法,如熔纺、膜铸和挤出涂布相关的机械制造。然后使该非织造制品与水接触以除去水分散性磺基聚酯,由此产生包含水不分散性聚合物微纤维的非织造制品。

[0135] 在纺粘法中,通过挤出多组分长丝、使它们成束或成组取向、将在输送筛网上使它们成层并将它们互锁,将水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物直接转化成织物。可以通过热熔、机械缠结、水刺、化学粘结剂或这些方法的组合进行互锁。

[0136] 也由水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物直接制造熔喷织物。熔融和挤出该聚合物。当熔体经过挤出孔时,将其用高温下的空气吹制。空气物流使熔融的聚合物变细和固化。多组分纤维然后可以网形式与空气物流分离并在加热辊之间压缩。

[0137] 也可以使用联合纺粘和熔体粘结(meltbond)法制造非织造制品。

[0138] 湿法成网法涉及使用造纸技术制备非织造制品。这些非织造制品用与纸浆纤维化(例如锤磨机)和纸张成型相关的机械制造。例如,将浆料泵送到设计成操控流体中的短纤维的连续筛网上。

[0139] 在湿法成网法的一个实施方案中,将水不分散性聚合物微纤维悬浮在水中,送至成形单元,在此通过成形筛网沥除水,并使纤维沉积在筛网线上。

[0140] 在湿法成网法的另一实施方案中,水不分散性聚合物微纤维在位于脱水模块(吸料箱、箔和curatures)上的水力圆网成形器入口处的以高至1500米/分钟的高速旋转的筛或丝网上脱水。然后将片材固定在该丝网或筛上并进行脱水至约20-30%的固含量。然后将该片材压制并干燥。

[0141] 在湿法成网法的另一实施方案中,提供方法,包括:

- (A) 任选地,用水冲洗水不分散性聚合物微纤维;
- (B) 将水添加到水不分散性聚合物微纤维以产生水不分散性聚合物微纤维浆料;
- (C) 任选地,将其它纤维和/或添加剂添加到水不分散性聚合物微纤维或浆料;和
- (D) 将含水不分散性聚合物微纤维的浆料转移到湿法成网非织造区以制备非织造制品。

[0142] 在步骤A)中,冲洗次数取决于为该水不分散性聚合物微纤维选择的特定用途。在步骤B)中,将足够的水添加到该微纤维中以便将它们送至湿法成网非织造区。

[0143] 湿法成网非织造区包括本领域中已知用于制造湿法成网非织造制品的任何设备。在本发明的一个实施方案中,该湿法成网非织造区包括至少一个筛网、丝网或筛以从水不分散性聚合物微纤维浆料中除去水。

[0144] 在湿法成网法的另一实施方案中,提供方法,包括:

- (A) 使经切割的多组分纤维与水接触以除去一部分水分散性磺基聚酯,从而产生水不分散性聚合物微纤维浆料;其中所述水不分散性聚合物微纤维浆料包含水不分散性聚合物微纤维和水分散性磺基聚酯;
- (B) 任选地,用水冲洗所述水不分散性聚合物微纤维;
- (C) 任选地,将其它纤维和/或添加剂添加到水不分散性聚合物浆料;和
- (D) 将含水不分散性聚合物微纤维的浆料转移到湿法成网非织造区以制备非织造制品。

[0145] 在本发明的另一实施方案中,该水不分散性聚合物微纤维浆料在转移到湿法成网非织造区之前混合。

[0146] 网结合(web-bonding)法也可用于制造非织造制品。这些可分成化学和物理方法。化学结合是指使用水基和溶剂基聚合物将纤维和/或纤维网结合在一起。这些粘结剂可通过饱和(saturation)、浸渍、喷涂、印刷施加或以泡沫形式施加。物理结合法包括热法,如压延和热空气结合,和机械法,如针刺和水力缠结。针刺法(needling或needle-punching)通过将一些纤维从近水平位置物理移向近垂直位置而使纤维机械互锁。可以由针织机进行针刺。针织机通常含有网进给机构、针梁(其包含固定针的针板、上托板、底板)和织物卷取机构。

[0147] 缝编是使用针织元件(使用或不使用纱线)互锁纤维网的机械结合法。缝编机的实例包括,但不限于,Maliwatt、Arachne、Malivlies和Arabeva。

[0148] 该非织造制品可通过下列手段保持在一起：1) 在网或垫中的机械纤维粘着和互锁；2) 纤维的各种熔合技术，包括使用粘结纤维、利用某些聚合物和聚合物共混物的热塑性性质；3) 使用粘结树脂，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；4) 粉末粘合粘结剂；或5) 它们的组合。纤维通常以无规方式沉积，尽管也可能在一个方向上取向，接着使用上述方法之一进行结合。

[0149] 本发明的纤维制品还可包含一个或多个水分散性纤维、多组分纤维或微旦纤维的层。该纤维层可以是一个或多个非织造织物层、松散结合的交叠纤维层或其组合。此外，该纤维制品可包括个人和健康护理产品，例如但不限于，儿童护理产品，如婴儿尿布；儿童训练裤；成人护理产品，如成人尿裤和成人失禁垫；女性护理产品，如女性卫生巾、护垫和卫生棉条；擦拭布；含纤维的清洁产品；医疗和外科护理产品，如医用擦拭布、纸巾、纱布、检查床罩、外科口罩、长袍、绷带和创伤敷料；织物；弹性纱线、擦拭布、带、其它保护屏障和包装材料。该纤维制品可用于吸收液体或可以用各种液体组合物预润湿并用于向表面提供这些组合物。液体组合物的非限制性实例包括洗涤剂；润湿剂；清洁剂；护肤品，如化妆品、软膏、药物、润肤剂和香料。该纤维制品还可包括各种粉末和颗粒物以改进吸收性或作为输送载体。粉末和颗粒物的实例包括，但不限于，滑石、淀粉、各种吸水剂、水分散性或水溶胀性聚合物，如超吸收性聚合物、磺基聚酯和聚(乙烯醇)、二氧化硅、颜料和微囊。视具体应用的需要，还可能存在添加剂，但不是必须的。添加剂的实例包括但不限于氧化稳定剂、UV吸收剂、着色剂、颜料、不透明剂(消光剂)、荧光增白剂、填料、成核剂、增塑剂、粘度改进剂、表面改性剂、抗微生物剂、消毒剂、冷流抑制剂(cold flow inhibitors)、文化剂和催化剂。

[0150] 除水可分散外，上述纤维制品可为可冲弃的。本文所用的术语“可冲弃”是指能在常规盥洗室中冲弃并引入城市排污或住宅化粪池系统，而不造成盥洗室或排污系统的阻滞或堵塞。

[0151] 该纤维制品可进一步包含含有第二水分散性聚合物的水分散性膜。第二水分散性聚合物可以与本发明的纤维和纤维制品中所用的上述水分散性聚合物相同或不同。在一个实施方案中，例如，第二水分散性聚合物可以是另外的磺基聚酯，其进而包含：

- (A) 基于总的酸残基的约50至约96摩尔%的间苯二甲酸或对苯二甲酸的一种或多种残基；
- (B) 基于总的酸残基的约4至约30摩尔%的钠磺基间苯二甲酸的残基；
- (C) 一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少15摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数；

(D) 基于总的重复单元的0至约20摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合。如上所述，该另外的磺基聚酯可以与一种或多种补充聚合物共混以改性所得纤维制品的性质。根据应用，该补充聚合物可以是或可以不是水分散性的。该补充聚合物可以与另外的磺基聚酯混溶或不混溶。

[0152] 该另外的磺基聚酯可含有其它浓度的间苯二甲酸残基，例如约60至约95摩尔%，和约75至约95摩尔%。间苯二甲酸残基浓度范围的进一步的实例是约70至约85摩尔%，约85至约95摩尔%和约90至约95摩尔%。该另外的磺基聚酯还可包含约25至约95摩尔%的二乙二醇残基。二乙二醇残基浓度范围的进一步的实例包括约50至约95摩尔%，约70至约95摩尔%，和

约75至约95摩尔%。该另外的磺基聚酯还可包含乙二醇和/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至约75摩尔%，约25至约65摩尔%，和约40至约60摩尔%。乙二醇残基的典型浓度范围是约10至约75摩尔%，约25至约65摩尔%，和约40至约60摩尔%。在另一实施方案中，该另外的磺基聚酯包含约75至约96摩尔%的间苯二甲酸残基和约25至约95摩尔%的二乙二醇残基。

[0153] 根据本发明，该纤维制品的磺基聚酯膜组分可作为单层或多层膜制成。可通过常规铸造技术制造单层膜。可通过常规层合法等制造多层膜。该膜可具有任何适宜的厚度，但总厚度通常为约2至约50密尔。

[0154] 该含膜纤维制品可包括一个或多个如上所述的水分散性纤维层。该纤维层可以是一个或多个非织造织物层、松散结合的交叠纤维层或其组合。此外，该含膜纤维制品可包括如上所述的个人和健康护理产品。

[0155] 如上所述，该纤维制品还可包括各种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含含有可与上文所述的水分散性聚合物组分相同或不同的第三水分散性聚合物的粉末。粉末和颗粒物的其它实例包括，但不限于，滑石、淀粉、各种吸水剂、水分散性或水溶胀性聚合物，如聚(丙烯腈)、磺基聚酯和聚(乙烯醇)、二氧化硅、颜料和微囊。

[0156] 本发明的新型纤维和纤维制品除上述应用外还具有许多可能的用途。本发明的新型用途包括将膜或非织造织物熔喷到平坦、弯曲或成形表面上以提供保护层。一种这样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，在该设备投入使用之前，可以洗掉磺基聚酯外层。这种一般应用概念的进一步的实施方案可涉及个人防护制品以向一些可重复使用或有限度使用的服装或覆盖物提供临时阻隔层。对于军事用途，可以刚好在收集器前将活性炭和化学吸收剂喷涂到变细的长丝图案上以使熔喷基质将这些实体锚定在暴露的表面上。甚至可以在前沿操作区域随威胁的演变通过熔喷在另一层上而改变化学吸收剂。

[0157] 磺基聚酯固有的主要优点是能轻易地通过添加离子部分(即盐)经絮凝或沉淀从水性分散体中除去或回收该聚合物。也可使用其它方法，如pH调节、添加非溶剂、冷冻等等。因此，纤维制品，如外穿防护服在成功起到防护屏障的作用后并且即使该聚合物呈现为有害废物，也可能使用认可的程序，如焚化以低得多的处置体积安全处理。

[0158] 未溶解或干燥的磺基聚酯已知与多种多样的基底，包括但不限于短纤浆、棉、丙烯酸树脂、人造丝、莱赛尔(lyocell)、PLA(聚交酯)、醋酸纤维素、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、经处理的聚烯烃、PAN(聚丙烯腈)和聚碳酸酯形成强粘合结合作用。因此，本发明的非织造织物可用作可通过已知技术，如热、射频(RF)、微波和超声法结合的层合粘合剂或粘结剂。在许多最近的专利中公开了磺基聚酯的调节以实现RF活化。因此，本发明的新型非织造织物除粘合性质外还可具有双重或甚至多重功能。例如，可以获得一次性婴儿尿布，其中本发明的非织造织物充当最终组合体的水响应性粘合剂以及流体管理组分。

[0159] 本发明还提供获得水分散性纤维的方法，其包括：

(A) 将水分散性聚合物组合物加热至高于其流点的温度，其中所述聚合物组合物包

含：

- (i) 一种或多种二羧酸的残基；
- (ii) 基于总的重复单元的约4至约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族或脂环族环上的金属磺酸盐基团的磺基单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合；和
- (iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少20摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数；(iv)基于总的重复单元的0至约25摩尔%的具有3个或更多个官能团的文化单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合；其中所述聚合物组合物含有基于聚合物组合物总重量的低于10重量%的颜料或填料；和(II) 熔纺长丝。

[0160] 如上所述，水分散性聚合物任选可以与磺基聚酯共混。此外，水不分散性聚合物任选可以与磺基聚酯共混形成共混物以使共混物是不混溶共混物。本文所用的术语“流点”是指温度，在此温度下，聚合物组合物的粘度允许经过喷丝头或挤出模头的挤出或其它加工形式。根据磺基单体的类型和浓度，二羧酸残基可以占酸残基的约60至约100摩尔%。二羧酸残基的浓度范围的其它实例是约60摩尔%至约95摩尔%，和约70摩尔%至约95摩尔%。优选的二羧酸残基是间苯二甲酸、对苯二甲酸和1,4-环己烷二甲酸，或者如果使用二酯，为对苯二甲酸二甲酯、间苯二甲酸二甲酯和1,4-环己烷二甲酸二甲酯，其中间苯二甲酸和对苯二甲酸的残基尤其优选。

[0161] 该磺基单体可以是含有磺酸盐基团的二羧酸或其酯、含有磺酸盐基团的二醇或含有磺酸盐基团的羟基酸。该磺基单体残基的浓度范围的另外的实例是基于总的重复单元的约4至约25摩尔%，约4至约20摩尔%，约4至约15摩尔%，和约4至约10摩尔%。该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。或者，该磺酸盐的阳离子可以是非金属的，如含氮碱，如上所述。可用于本发明的方法的磺基单体残基的实例是磺基邻苯二甲酸、磺基对苯二甲酸、磺基间苯二甲酸或其组合的金属磺酸盐。可用的磺基单体的另一实例是5-钠磺基间苯二甲酸或其酯。如果该磺基单体残基来自5-钠磺基间苯二甲酸，典型的磺基单体浓度范围为总酸残基的约4至约35摩尔%，约8至约30摩尔%，和约10至25摩尔%。

[0162] 本发明的磺基聚酯包含一种或多种二醇残基，其可包括脂族、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，可以以它们的纯顺式或反式异构体形式或以顺式与反式异构体的混合物形式存在。较低分子量聚乙二醇(例如其中n为2至6)的非限制性实例是二乙二醇、三乙二醇和四乙二醇。在这些较低分子量二醇中，二乙二醇和三乙二醇最优先。该磺基聚酯可任选包含文化单体。文化单体的实例如上所述。文化单体浓度范围的进一步的实例是0至约20摩尔%，和0至约10摩尔%。本发明的新型方法的磺基聚酯具有至少25°C的T<sub>g</sub>。磺基聚酯表现出的玻璃化转变温度的进一步的实例是至少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。尽管其它T<sub>g</sub>也可行，但本发明的干磺基聚酯的典型玻璃化转变温度为约30°C、约48°C、约55°C、约65°C、约70°C、约75°C、约85°C和约90°C。

[0163] 该水分散性纤维可通过熔喷法制备。该聚合物在挤出机中熔融并迫使其通过模头。通过热的高速空气使离开模头的挤出物快速变细至超细直径。纤维的取向、冷却速率、玻璃化转变温度(T<sub>g</sub>)和结晶速率是重要的，因为它们影响该聚合物在变细过程中的粘度和

加工性质。将长丝收集在可更换表面，如传送带、圆柱形转鼓、旋转芯轴等上。丸粒的预干燥（如果需要）、挤出机区域温度、熔体温度、螺杆设计、吞吐速率、空气温度、空气流速（速度）、模头气隙和退位部件（set back）、鼻尖孔径（nose tip hole size）、模头温度、模头-至-收集器（DCP）距离、骤冷环境、收集器速度和后处理都是影响产品特征，如长丝直径、基重、网厚度、孔径大小、柔软度和收缩率（shrinkage）的因素。高速空气也可用于使长丝以略微无规的方式移动，这导致大范围的交织。如果传送带经过模头下方，可通过长丝的交叠铺设、机械凝聚和热结合的组合制造非织造织物。也可以吹到另一基底，如纺粘或背衬层上。如果将长丝卷取在旋转芯轴上，则形成圆柱形产品。也可以通过纺粘法制备水分散性纤维铺设。

[0164] 本发明因此进一步提供了用于水分散性非织造织物的方法，其包括：

(A) 将水分散性聚合物组合物加热至高于其流点的温度，其中所述聚合物组合物包含：

(i) 一种或多种二羧酸的残基；

(ii) 基于总的重复单元的约4至约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族或脂环族环上的金属磺酸盐基团的磺基单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合；

(iii) 一种或多种二醇残基，其中基于总的二醇残基的至少20摩尔%是具有结构H-(OCH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH的聚(乙二醇)

其中n是2至约500的整数；

(iv) 基于总的重复单元的0至约25摩尔%的具有3个或更多个官能团的支化单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合；其中所述磺基聚酯具有至少25°C的玻璃化转变温度(Tg)；其中所述聚合物组合物含有基于聚合物组合物总重量的低于10重量%的颜料或填料；

(B) 熔纺长丝；和

(C) 交叠和收集步骤(B)的长丝以形成非织造织物。

[0165] 如上所述，水分散性聚合物可任选与磺基聚酯共混。此外，水不分散性聚合物可任选与磺基聚酯共混形成共混物以使共混物是不混溶共混物。二羧酸、磺基单体和支化单体残基如上所述。该磺基聚酯具有至少25°C的Tg。磺基聚酯表现出的玻璃化转变温度的进一步的实例是至少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。尽管其它Tg也行，但本发明的干磺基聚酯的典型玻璃化转变温度为约30°C、约48°C、约55°C、约65°C、约70°C、约75°C、约85°C和约90°C。

[0166] 在本发明的某些实施方案中，在多组分纤维已被切割、洗涤和沥除过量水后制成的水湿微纤维产物（湿浆板（wet lap））可直接用于（即不经进一步干燥）湿法成网非织造法。湿浆板产物在湿法成网非织造法中的直接使用避免了完全干燥该湿浆板的需要，由此节省大量的能量和设备成本。当湿浆板生产设施远离制造湿法成网非织造物的设施时，可以将湿浆板包装并从湿浆板生产地运往非织造物生产地。下面即刻更详细描述这种湿浆板组合物。

[0167] 本发明的一个实施方案涉及包含水和许多合成纤维的湿浆板组合物。水可构成该湿浆板组合物的至少50、55或60重量%和/或不多于90、85或80重量%。合成纤维可构成该湿

浆板组合物的至少10、15或20重量%和/或不多于50、45或40重量%。水和合成纤维一起构成该湿浆板组合物的至少95、98或99重量%。合成纤维可具有至少0.25、0.5或1毫米和/或不大于25、10或2毫米的长度。合成纤维可具有至少0.1、0.5或0.75微米和/或不大于10、5或2微米的最小横向尺寸。

[0168] 本文所用的“最小横向尺寸”是指通过外卡钳法(external caliper method)垂直于纤维伸长轴测得的纤维的最小尺寸。本文所用的“最大横向尺寸”是通过外卡钳垂直于纤维伸长轴测得的纤维的最大尺寸。图1a、1b和1c描绘在各种纤维横截面中如何可测量这些尺寸。在图1a、1b和1c中，“TD<sub>min</sub>”是最小横向尺寸，“TD<sub>max</sub>”是最大横向尺寸。本文所用的“外卡钳法”是指测量纤维外尺寸的方法，其中测得的尺寸是两条共面平行线——纤维位于它们之间并且其中各平行线在纤维的大致相对侧上接触纤维外表面——相隔的距离。本文中提供的所有纤维尺寸(例如长度、最小横向尺寸和最大横向尺寸)是属于指定组的纤维的平均尺寸。

[0169] 该湿浆板组合物可进一步包含至少10、50或100 ppmw和/或不多于1,000、500、250 ppmw的量的纤维整理组合物。在一个实施方案中，该纤维整理组合物可包含油、蜡和/或脂肪酸。在另一实施方案中，该纤维整理组合物可包含天然衍生的脂肪酸和/或天然衍生的油。在又一实施方案中，该纤维整理组合物包含矿物油、硬脂酸酯、脱水山梨糖醇酯和/或牛脚油。在还一实施方案中，该纤维整理组合物包含矿物油。

[0170] 该湿浆板组合物可进一步包含至少0.001、0.01或0.1重量%和/或不多于5、2或1重量%的水分散性聚合物。在一个实施方案中，该水分散性聚合物包含至少一种磺基聚酯。在本公开内容上文中描述了磺基聚酯。

[0171] 该磺基聚酯可包含：

(A) 基于总的酸残基的约50至约96%的一种或多种二羧酸的残基，其中所述一种或多种二羧酸包括对苯二甲酸和间苯二甲酸，

(B) 基于总的酸残基的约4至约40摩尔%的至少一种具有2个官能团和一个或多个连接到芳族或脂环族环上的磺酸盐基团的磺基单体的残基，其中所述官能团是羟基、羧基或其组合，和

(C) 一种或多种二醇残基，

该磺基聚酯可具有至少40 °C或至少50 °C的玻璃化转变温度(Tg)、在40 °C的苯酚/四氯乙烷溶剂的60/40重量份溶液中并在100毫升溶剂中0.5克磺基聚酯的浓度下测得的至少0.2 dL/g的特性粘度和在240 °C下在1 rad/sec应变速率下测得的小于约12,000、8,000或6,000泊的熔体粘度。

[0172] 该湿浆板组合物的水不分散性合成聚合物可选自聚烯烃、聚酯、共聚酯、聚酰胺、聚交酯、聚己内酯、聚碳酸酯、聚氨酯、纤维素酯、丙烯酸树脂、聚氯乙烯及其共混物。在一个实施方案中，该水不分散性合成聚合物选自聚对苯二甲酸乙二醇酯均聚物、聚对苯二甲酸乙二醇酯共聚物、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯、尼龙6、尼龙66及其共混物。

[0173] 该湿浆板组合物可通过包括下列步骤的方法制造：

(A) 制备包含至少一种水分散性磺基聚酯和一种或多种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性合成聚合物的多组分纤维，其中所述多组分纤维具有小于15 dpf的初纺

且数；

(B) 将所述多组分纤维切割成具有小于25毫米的长度的经切割的多组分纤维；

(C) 使所述经切割的多组分纤维与洗涤水接触以除去水分散性磺基聚酯，由此形成合成纤维在磺基聚酯分散体中的浆料，其中所述磺基聚酯分散体包含水和至少一部分磺基聚酯；和

(D) 从浆料中除去至少一部分磺基聚酯分散体，由此产生湿浆板组合物。

[0174] 如上论述，该湿浆板组合物可直接用于湿法成网法以制造非织造制品。为了在湿法成网法中使用该湿浆板，将湿浆板组合物从其生产地转移到湿法成网非织造区。该湿浆板组合物可以在湿法成网非织造区中和/或紧邻湿法成网非织造区的上游与另外的纤维合并。所述另外的纤维可选自纤维素纤维浆、无机纤维、聚酯纤维、尼龙纤维、莱赛尔纤维、聚烯烃纤维、人造丝纤维、纤维素酯纤维及其组合。

[0175] 作为湿法成网法的一部分，该湿浆板组合物可以在湿法成网非织造区中和/或紧邻湿法成网非织造区的上游与稀释水合并。稀释水和湿浆板可以以每1份湿浆板使用至少50、75、90或95重量份稀释水的量合并。

[0176] 在本发明的其它实施方案中，如图2、3a、3b和4中所示，提供制备微纤维产物物流的方法。多组分纤维在本公开内容上文中论述。在下列专利和专利申请中提供了关于多组分纤维的进一步的公开内容：美国专利6,989,193;7,635,745;7,902,094;7,892,993;7,687,143；和美国专利申请12/199,304;12/909,574;13/273,692;13/273,648;13/273,710;13/273,720;13/273,929、13/273,937;13/273,727、13/273,737;13/273,745;13/273,749;12/966,502;12/966,507;12/975,450;12/975,452;12/975,456;13/053,615;13/352,362;13/433,812;13/433,854;61/471,259;61/472,964；和61/558,744，它们都在不与本文中的陈述冲突的程度上经此引用并入本文。

[0177] 术语“湿浆板”和“微纤维产物物流”在本公开中将可互换使用。

[0178] 在如图2中所示的本发明的一个实施方案中，提供制备微纤维产物物流的方法。所述方法包括：

(A) 使长度小于25毫米的短切多组分纤维101在纤维打开区400中与经加热的水性物流801接触以除去一部分水分散性磺基聚酯，以产生打开的微纤维浆料401；其中所述短切多组分纤维包含至少一种水分散性磺基聚酯和至少一种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性合成聚合物；其中经加热的水性物流801在至少40°C的温度下；其中打开的微纤维浆料401包含水、微纤维和水分散性磺基聚酯；和

(B) 将打开的微纤维浆料401送至初级固液分离区500以产生微纤维产物物流503和第一母液物流501；其中第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0179] 在本发明的这一实施方案中，如图4中所示的纤维浆料区200、混合区300和纤维打开区400已合并成在打开工艺区1100中的一个单元操作。打开工艺区1100包括纤维打开区400。

[0180] 用于该方法的经处理的水性物流103可通过将水性物流102送至水处理区1000制备，以制成经处理的水性物流103。该水性物流包含水。在本发明的实施方案中，经处理的水性物流103中的一价金属阳离子浓度可以小于约1000重量ppm，小于约500重量ppm，小于约100重量ppm或小于约50重量ppm。从水性物流102中除去二价和多价金属阳离子是水处理区

1000的一个功能。在本发明的其它实施方案中,二价和多价阳离子的浓度小于约50重量ppm,小于约25重量ppm,小于约10重量ppm或小于约5重量ppm。物流103的温度可以为地下水温度至约40℃。

[0181] 可通过本领域中已知的任何方式实现水处理区1000中的水性物流102的处理。在一个实施方案中,水处理区1000包括蒸馏设备,其中生成水蒸汽并冷凝以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中,将水送至能从水中分离一价和二价金属阳离子的反渗透膜分离以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中,将水送至离子交换树脂以生成具有可接受地低的金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。在又一实施方案中,可以将水送至商业水软化装置以生成具有可接受地低的二价和多价金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。要理解的是,可以使用这些水处理选项的任何组合实现所需的经处理的水特性。

[0182] 经处理的水性物流103可送至该方法中需要其的任何位置。在一个实施方案中,将一部分物流103送至初级固液分离区500以充当洗布液(cloth wash)和/或初级固液分离区500中所含的固体的洗液(wash)。

[0183] 在一个实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800以产生经加热的水性物流。热交换器区800的一个功能是生成在特定且受控温度下的经加热的水性物流801。

[0184] 在一个实施方案中,可进给热交换器区800的物流是经处理的水性物流103和第二母液物流601。在另一实施方案中,可进给热交换器区800的物流包括经处理的水性物流103、一部分初级回收水物流703、一部分第一母液物流501和一部分第二母液物流601。

[0185] 可以使用本领域中已知用于控制物流801的温度的任何设备,包括但不限于,用蒸汽提供一部分所需能量的任何热交换器、用传热流体提供一部分所需能量的任何热交换器、用电加热元件提供一部分所需能量的任何热交换器和具有直接蒸汽注入的任何容器或罐,在此蒸汽冷凝且冷凝物与热交换器区800的水进料混合。将多组分纤维物流90送至纤维切割区100以生成经切割的多组分纤维物流101。该多组分纤维可具有本领域中已知的任何多组分结构。该多组分纤维包含如本公开内容中之前论述的水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物。

[0186] 本领域中已知的任何设备可用于切割多组分纤维物流90以生成经切割的多组分纤维物流101。在一个实施方案中,经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约50毫米。在另一些实施方案中,经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约25毫米、小于约20毫米、小于约15毫米、小于约10毫米、小于约5毫米或小于2.5毫米。

[0187] 将经切割的多组分纤维物流101和一部分经加热的经处理的水性物流801送至纤维打开区400以生成打开的微纤维浆料401。纤维打开区400的一个功能是从经切割的多组分纤维中分离水分散性聚合物以使至少一部分水不分散性聚合物微纤维从经切割的多组分纤维中分离并悬浮在打开的微纤维浆料401中。在本发明的另一实施方案中,经切割的多组分纤维浆201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约50重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。在另一些实施方案中,经切割的多组分纤维物流201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约75重量%至约100重量%、约90重量%至约100重量%或约95重量%至约100重量%作为水不

分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。

[0188] 物流201中的起始的经切割的多组分纤维的直径或旦数影响在纤维打开区400中从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。典型的多组分纤维类型通常具有约12微米至约20微米的直径。可用的多组分纤维可具有更大的起始直径至约40微米直径或更大的尺寸。从经切割的多组分纤维中分离所需量的水分散性磺基聚酯所需的时间随物流201中经切割的多组分纤维的直径提高而提高。

[0189] 在本发明的这一实施方案中,如图4中所示的纤维浆料区200、混合区300和纤维打开区400合并在如图2中所示的单个单元操作中实施。在这一实施方案中,将经切割的多组分纤维物流101直接送至单个单元操作,在此其在纤维打开区400内与经加热的水性物流801混合。例如间歇混合装置,其中在单个间隙混合装置中实现经切割的多组分纤维的打开或洗涤,其中将经切割的多组分纤维物流101和经加热的水性物流801直接添加到纤维打开区400。该纤维打开区可包括至少一个混合槽。在这一实施方案中,可以在如图5b和5c中所示的连续搅拌釜反应器中实现区域200、300和400的合并功能。在这一实施方案中,可以在能够实现区域200、300和400的适当功能所需的停留时间、温度和混合剪切力的功能要求的任何间歇或连续混合装置中实现区域200、300和400的合并功能。

[0190] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力也影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。影响纤维打开区400中的打开工艺的条件包括停留时间、浆料温度和剪切力,其中纤维打开区400中的水温、停留时间的范围和施加的剪切量取决于从起始多组分纤维中充分程度地分离水分散性磺基聚酯以使水不分散性聚合物微纤维分离并悬浮在打开的微纤维浆料401的连续水相中的需要。

[0191] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。纤维打开区400的温度可以为约55°C至约100°C,约60°C至约90°C,或约65°C至约80°C。纤维打开区400中的停留时间可以为约5分钟至约10秒,约3分钟至约20秒,或约2分钟至约30秒。在纤维打开区400中保持充分混合以保持经切割的水不分散性聚合物微纤维的悬浮,以使经切割的微纤维的沉降最小化。在本发明的其它实施方案中,纤维打开区400中沉降的经切割的水不分散性微纤维的每单位时间质量小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约5%,小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约3%,或小于进入纤维打开区400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约1%。

[0192] 纤维打开区400中的纤维打开可以在能实现可接受的停留时间、温度和混合的范围的任何设备中实现。合适的设备的实例包括,但不限于,搅拌间歇釜、如图6b和6c中所示的连续搅拌釜反应器和如图6a中所示的存在充分流动以使从浆料中沉降出的固体最少的管道。用于实现纤维打开区400中的纤维打开的单元操作的一个实例是活塞流反应器,其中将经加热的多组分纤维浆料301送至区域400活塞流装置,通常是圆形管道或导管。通过将该装置内的装填体积除以该装置中的体积流量计算活塞流装置中的材料停留时间。通过流道的横截面积除以经过该装置的液体的体积流量来定义该装置中的物料的速度。

[0193] 在本发明的另一些实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管,其中在管道中流动的物料的速度可以为0.1英尺/秒至约20英尺/秒,0.2英尺/秒至约10英尺/秒,或约0.5

英尺/秒至约5英尺/秒。对于管道或导管中的流体或浆料流，雷诺数 $Re$ 是可用于描述在方向和时间方面都不规则的流体涡流的紊流或运动的无量纲数。对于管道或管中的流，雷诺数通常被定义为：

$$Re = \frac{\rho v D_H}{\mu} = \frac{v D_H}{\nu} = \frac{Q D_H}{\nu A}$$

其中：

$D_H$ 是管道的水力直径；L，(m)。

Q是体积流量( $m^3/s$ )。

A是管道横截面积( $m^2$ )。

v是物体相对于流体的平均速度(SI单位：m/s)。

$\mu$ 是流体的动力粘度(Pa·s或N·s/m<sup>2</sup>或kg/(m·s))。

$\nu$ 是运动粘度( $\nu = \mu / \rho$ ) ( $m^2/s$ )。

$\rho$ 是流体的密度(kg/m<sup>3</sup>)。

[0194] 对于直径为D的管道中的流，实验观察表明，对于充分展开的流，当 $Re_D < 2000$ 时出现层流，当 $Re_D > 4000$ 时出现湍流。在2300至4000之间的区间，层流和湍流都有可能(“过渡”流)，取决于其它因素，如管道粗糙度和流动均匀性。

[0195] 纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程，且经过纤维打开区400中的管道或导管的流的雷诺数可以为约2,100至约6,000，约3,000至约6,000，或约3,500至约6,000。在另一些实施方案中，纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程，且经过该管道或导管的流的雷诺数为至少2,500、至少约3,500或至少约4,000。

[0196] 纤维打开区400可以在含有插在该管道或导管内的混合装置的管道或导管中实现。该装置可包括在线混合装置。该在线混合装置可以是没有活动部件的静态混合器。在另一实施方案中，该在线混合装置包含活动部件。非限制性地，这种元件是用于为经加热的多组分纤维浆料301提供比流经管道所实现的混合能多的混合能的机械装置。可以在用作纤维打开区的管段的开端、在该管段的末端或在管道流径内的任何位置插入该装置。

[0197] 可以将包含水不分散性聚合物微纤维、水和水分散性磺基聚酯的打开的纤维浆料物流401送至初级固液分离区500以生成包含微纤维的微纤维产物物流503和第一母液物流501。在一个实施方案中，第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0198] 打开的微纤维浆料401中的固体重量%可以为约0.1重量%至约20重量%，约0.3重量%至约10重量%，约0.3重量%至约5重量%，或约0.3重量%至约2.5重量%。

[0199] 微纤维产物物流503中的固体重量%可以为约10重量%至约65重量%，约15重量%至约50重量%，约25重量%至约45重量%，或约30重量%至约40重量%。

[0200] 可通过本领域中已知的任何方法实现从打开的微纤维浆料401中分离微纤维产物物流503。在一个实施方案中，将包含水的洗涤物流(wash stream)103送至初级固液分离区500。洗涤物流103可用于洗涤初级固液分离区500中的微纤维产物物流和/或初级固液分离区500中的过滤布介质以生成洗涤液物流(wash liquor stream)502。最多100重量%的一部分洗涤液物流502可以在进入初级固液分离区500之前与打开的微纤维浆料401合并。最多100重量%的一部分洗涤液物流502可送至第二固液分离区600。洗涤液物流502可含有微纤维。在一个实施方案中，在初级固液分离区500中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的微

纤维料的克数为约1至2克/平方厘米过滤面积。在本发明的其它实施方案中，初级固液分离区500中过滤介质的过滤孔(filter openings)可以为约43微米至3000微米，约100微米至2000微米，或约500微米至约2000微米。

[0201] 可通过单个或多个固液分离装置实现在初级固液分离区500中从打开的微纤维浆料中分离微纤维产物物流。可通过以间歇和或连续方式运行的固液分离装置(一个或多个)实现初级固液分离区500中的分离。初级固液分离区500中的合适的固液分离装置可包括，但不限于，下列至少一种：多孔篮离心机、连续真空带式过滤机、间歇真空吸滤器、间歇多孔沉淀池、双网脱水装置(twin wire dewatering devices)、带有压缩区的连续水平带式过滤机、带有楔形丝过滤介质的非振动倾斜筛网装置(non vibrating inclined screen devices with wedge wire filter media)、连续真空转鼓过滤机、脱水传送带等。

[0202] 在一个实施方案中，初级固液分离区500包含双网脱水装置，其中将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对行进的过滤布之间的锥形间隙。在双网脱水装置的第一区域中，由于重力和这两个活动的过滤布之间的每个渐窄间隙，水从打开的微纤维浆料401中沥出。在双网脱水装置的下游区域中，挤压这两个过滤布和这两个过滤布之间的微纤维料一次或多次以机械减少微纤维料中的水分。在一个实施方案中，通过使这两个过滤布和所含的微纤维料经过至少一组对这两个过滤布及其之间的微纤维料施加压缩力的辊，实现机械脱水。在另一实施方案中，通过使这两个过滤布和微纤维料经过至少一组压力辊之间，实现机械脱水。

[0203] 在本发明的其它实施方案中，每组压力辊通过机械脱水施加的力可以为约25至约300磅/线性英寸过滤介质宽度，约50至约200磅/线性英寸过滤介质宽度，或约70至约125磅/线性英寸过滤介质宽度。随着这两个过滤布在该装置的固体排放区分开和发散，从该双网脱水装置中排出微纤维产物物流503。排出的微纤维料的厚度可以为约0.2英寸至约1.5英寸，约0.3英寸至约1.25英寸，或约0.4英寸至约1英寸。在一个实施方案中，对过滤介质连续施加含水洗涤物流。在另一实施方案中，对过滤介质定期施加含水洗涤物流。

[0204] 在另一实施方案中，初级固液分离区500包含如图7中所例示的带式过滤装置，其包括重力排水区和压力脱水区。将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对活动过滤布之间的锥形间隙，其首先经过重力排水区，然后经过包括如图6b中所例示的复杂的辊布置的压力脱水区或挤压区。随着带进给经过这些辊，从固体中挤出水。当带经过该过程中的最后一对辊时，分开过滤布且固体离开带式过滤装置。

[0205] 在本发明的另一实施方案中，回收和再循环包含水和水分散性磺基聚酯聚合物的第一母液物流501中所含的至少一部分水。可以将第一母液物流501再循环至初级固液分离区500。根据初级液体分离区在水不分散性微纤维去除中的效率，可以将第一母液物流501再循环至纤维打开区400或在送至区域400之前再循环至热交换器区800。第一母液物流501可由于漏出和布洗涤而含有少量包含水不分散性聚合物微纤维的固体。在一个实施方案中，在初级固液分离区中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的水不分散性聚合物微纤维料的克数为约1至约2克/平方厘米过滤面积。合意的是在将物流501送至初级浓缩区700和热交换器区800之前使第一母液物流501中的水不分散性聚合物微纤维固体最少，其中水不分散性聚合物微纤维固体会收集和积聚在所述区域中，这对它们的功能具有负面影响。

[0206] 二次固液分离区600可用于除去第一母液物流501中存在的至少一部分水不分散

性聚合物微纤维固体,以生成包含水不分散性微纤维的第二湿滤饼物流602和包含水和水分散性磺基聚酯的第二母液物流601。

[0207] 在一个实施方案中,可以将第二母液物流601送至初级浓缩区700和或热交换器区800,其中送至初级浓缩区700的第二母液物流601的重量%可以为0%至100%,将该物流的其余部分送至热交换器区800。可以将第二母液物流601再循环至纤维打开区400或在送至区域400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%,或约0.1重量%至约7重量%,约0.2重量%至约5重量%,或约0.3重量%至约3重量%。

[0208] 送至初级浓缩区的第二母液601的任何部分经受分离过程以生成初级回收水物流703和富含水分散性磺基聚酯的初级聚合物浓缩物物流702,其中初级聚合物浓缩物物流702中水分散性磺基聚酯的重量%可以为约5重量%至约85%,约10重量%至约65重量%,或约15重量%至约45重量%。可将初级回收水物流703再循环至纤维打开区400或在送至区域400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流物中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%,或约0.1重量%至约7重量%,约0.2重量%至约5重量%,或约0.3重量%至约3重量%。

[0209] 可以在初级浓缩区700中通过本领域中已知的任何方法从第二母液物流601中除去水以产生初级聚合物浓缩物物流702。在一个实施方案中,除水包括通过在间歇或连续蒸发设备中将水煮干的蒸发法。例如,至少一个薄膜蒸发器可用于此应用。在另一实施方案中,包含纳滤介质的膜技术可用于生成初级聚合物浓缩物物流702。在另一实施方案中,可以使用包括萃取设备的方法从第二母液物流601中萃取水分散性聚合物并生成初级聚合物浓缩物物流702。要理解的是,可以使用蒸发、膜和萃取步骤的任何组合从第二母液物流601中分离水分散性磺基聚酯并生成初级聚合物浓缩物物流702。初级聚合物浓缩物流702可随后离开该过程。

[0210] 在一个实施方案中,可以将初级聚合物浓缩物物流702送至二次浓缩区900以生成包含水分散性磺基聚酯的熔融聚合物物流903(其中聚合物的重量%为约95%至约100%)和包含水的蒸气物流902。在一个实施方案中,903包含水分散性磺基聚酯。适用于二次浓缩区900的设备包括本领域中已知的能进给水分散性聚合物的水性分散体并生成95%至100%水分散性聚合物物流903的任何设备。这一实施方案包括将水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体进给到二次浓缩区902。进料物流的温度通常低于100℃。

[0211] 在一个实施方案中,二次浓缩区900包括至少一个以含有旋转传送螺杆的夹套管壳为特征的装置,其中用传热流体或蒸汽加热该传送螺杆,并且包括传送和高剪切混合元件。将该夹套或壳放气以使蒸气逸出。可以将壳夹套分区以沿该装置的长度设定不同的温度设定点。在连续运行过程中,初级聚合物浓缩物物流702包含水和水分散性磺基聚酯并继续进给至二次浓缩区900。在该装置内,在稳态过程中,物料以至少三种明显且不同的形式存在。物料首先作为水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体存在于该装置中。随着磺基聚酯聚合物的水性分散体经过该装置,由于夹套和内部螺杆的热,水蒸发。当足够的水蒸发时,该物料变成包含在比该磺基聚酯聚合物的熔融温度低的温度下的粘性塞(viscous plug)的第二形式。水性分散体无法流过这一粘性塞并局限于该装置的第一水性分散体区域。由于夹套的热、内部加热的螺杆的热和归因于这种高粘性塞物料的混合剪切力的热,这

一位置存在的基本所有的水蒸发且温度升高直至达到磺基聚酯的熔融温度,以产生该装置中的物料的第三种和最后一种物理形式,其包含熔融的磺基聚酯聚合物。该熔融的磺基聚酯聚合物随后经挤出模头离开该装置并通常被冷却和通过本领域中已知的任何方式切割成丸粒。要理解的是,上述用于二次浓缩区900的装置也可以以间歇方式运行,其中在该装置的整个长度内但在不同时间以相继次序出现上述三种物料物理形式,以水性分散体开始、接着粘性塞物料,最后磺基聚酯熔体。

[0212] 在一个实施方案中,可以将二次浓缩区900中生成的蒸气冷凝并送至热交换器区800,丢弃和/或送至洗涤物流103。在另一实施方案中,可以将包含水蒸气的冷凝的蒸气物流902送至热交换器区800以提供生成物流801需要的温度所需的至少一部分能量。包含含熔融相的磺基聚酯的水分散性聚合物的熔融聚合物流903可以被冷却并通过本领域中已知的任何方法切碎成丸粒。

[0213] 杂质可进入该方法并浓缩在回收和再循环的水中。可以利用一个或多个净化物流(603和701)将第二母液601和初级回收水物流701中的杂质浓度控制在可接受的水平。在一个实施方案中,可以从该方法中分离并净化一部分第二母液物流601。在一个实施方案中,可以从该方法中分离并净化一部分初级回收水物流701。

[0214] 在如图3a中所示的本发明的另一实施方案中,提供制造微纤维产物物流的方法。所述方法包括:

(A) 使长度小于25毫米的短切多组分纤维101在纤维浆料区200中与经处理的水性物流103接触以产生短切多组分纤维浆料201;其中短切多组分纤维101包含至少一种水分散性磺基聚酯和至少一种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性合成聚合物;且其中经处理的水性物流103在低于40°C的温度下;

(B) 使短切多组分纤维浆料201和经加热的水性物流801在纤维打开区400中接触以除去一部分水分散性磺基聚酯,从而产生打开的微纤维浆料401;其中所述打开的微纤维浆料包含水不分散性聚合物微纤维、水分散性磺基聚酯和水;和

(C) 将打开的微纤维浆料401送至初级固液分离区500以产生微纤维产物物流503和第一母液物流501;其中第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0215] 在本发明的这一实施方案中,如图4中所示的混合区300和纤维打开区400已合并成在打开工艺区1100中的一个单元操作。打开工艺区1100包括纤维浆料区200和纤维打开区400。

[0216] 用于该方法的经处理的水性物流103可通过将水性物流102送至水处理区1000制备,以产生经处理的水性物流103。该水性物流包含水。在本发明的实施方案中,经处理的水性物流103中的一价金属阳离子浓度可以小于约1000重量ppm,小于约500重量ppm,小于约100重量ppm或小于约50重量ppm。从水性物流102中除去二价和多价金属阳离子是水处理区1000的一个功能。在本发明的其它实施方案中,二价和多价阳离子的浓度小于约50重量ppm,小于约25重量ppm,小于约10重量ppm或小于约5重量ppm。物流103的温度可以为地下水温度至约40°C。

[0217] 可通过本领域中已知的任何方式实现水处理区1000中的水性物流102的处理。在一个实施方案中,水处理区1000包括蒸馏设备,其中生成水蒸汽并冷凝以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中,将水送至能从水中分离一价和二价金属阳离子的反渗透膜

分离以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中，将水送至离子交换树脂以生成具有可接受地低的金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。在又一实施方案中，可以将水送至商业水软化装置以生成具有可接受地低的二价和多价金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。要理解的是，可以使用这些水处理选项的任何组合实现所需的经处理的水特性。

[0218] 可将经处理的水性物流103送至该方法中需要其的任何位置。在一个实施方案中，将一部分物流103送至初级固液分离区500以充当洗布液和/或初级固液分离区500中所含的固体的洗液。

[0219] 在一个实施方案中，将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800。在另一实施方案中，将至少一部分经处理的水性物流103送至纤维浆料区200。在另一实施方案中，将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800并将至少一部分经处理的水性物流103送至纤维浆料区200。热交换器区800的一个功能是生成在特定且受控温度下的经加热的水性物流801。

[0220] 在一个实施方案中，可进给热交换器区800的物流是经处理的水性物流103和第二母液物流601。在另一实施方案中，可进给热交换器区800的物流包含经处理的水性物流103、初级回收水物流703、第一母液物流501和第二母液物流601。

[0221] 可以使用本领域中已知用于控制物流801的温度的任何设备，包括但不限于，用蒸汽提供一部分所需能量的任何热交换器、用传热流体提供一部分所需能量的任何热交换器、用电加热元件提供一部分所需能量的任何热交换器和存在直接蒸汽注入的任何容器或槽，在此蒸汽冷凝且冷凝物与至热交换器区800的水进料混合。将多组分纤维物流90送至纤维切割区100以生成经切割的多组分纤维物流101。该多组分纤维可具有本领域中已知的任何多组分结构。该多组分纤维包含如本公开内容中之前论述的水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物。

[0222] 本领域中已知的任何设备可用于切割多组分纤维物流90以生成经切割的多组分纤维物流101。在一个实施方案中，经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约50毫米。在另一些实施方案中，经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约25毫米、小于约20毫米、小于约15毫米、小于约10毫米、小于约5毫米或小于2.5毫米。

[0223] 将经切割的多组分纤维物流101和一部分经处理的水性物流103送至纤维浆料区200以生成包含水和经切割的多组分纤维的经切割的多组分纤维浆料201。在一个实施方案中，经切割的多组分纤维浆料201中的经切割的多组分纤维的重量%可以为约35重量%至约1重量%，约25重量%至约1重量%，约15重量%至约1重量%，或约7重量%至约1重量%。

[0224] 经切割的多组分纤维浆料201的温度可以为约5°C至约45°C，约10°C至约35°C，或约10°C至约25°C。在一个实施方案中，纤维浆料区200包括具有足以生成在连续水相中的经切割的多组分纤维悬浮液的搅拌的槽。

[0225] 在纤维浆料区200中可以使用本领域中已知的适合将固体与水混合并使所得经切割的多组分纤维悬浮液保持在连续相中的任何设备。纤维浆料区200可包括以连续或间歇模式运行的间歇或连续混合装置。适用于纤维浆料区200的装置包括，但不限于，水力碎浆机、连续搅拌釜反应器、以间歇模式运行的具有搅拌的槽。

[0226] 可随后将经切割的多组分纤维浆料201送至纤维打开区400。纤维打开区400的一

个功能是从经切割的多组分纤维中分离水分散性聚合物以使至少一部分水不分散性聚合物微纤维从经切割的多组分纤维中分离并悬浮在打开的微纤维浆料401中。在本发明的另一实施方案中,经切割的多组分纤维浆料201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约50重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中,并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。在另一些实施方案中,经切割的多组分纤维物流201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约75重量%至约100重量%、约90重量%至约100重量%或约95重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。

[0227] 物流201中的起始的经切割的多组分纤维的直径或且数影响在纤维打开区400中从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。典型的多组分纤维类型通常具有约12微米至约20微米的直径。可用的多组分纤维可具有更大的起始直径至约40微米直径或更大的尺寸。从经切割的多组分纤维中分离所需量的水分散性磺基聚酯所需的时间随物流201中经切割的多组分纤维的直径提高而提高。

[0228] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力也影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。影响纤维打开区400中的打开工艺的条件包括停留时间、浆料温度和剪切力,其中纤维打开区400中的水温、停留时间和施加的剪切量的范围取决于从起始多组分纤维中充分程度地分离水分散性磺基聚酯以使水不分散性聚合物微纤维分离并悬浮在打开的微纤维浆料401的连续水相中的需要。

[0229] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。纤维打开区400的温度可以为约55°C至约100°C,约60°C至约90°C,或约65°C至约80°C。纤维打开区400中的停留时间可以为约5分钟至约10秒,约3分钟至约20秒,或约2分钟至约30秒。在纤维打开区400中保持充分混合以保持经切割的水不分散性聚合物微纤维的悬浮,以使经切割的微纤维的沉降最小化。在本发明的其它实施方案中,纤维打开区400中沉降的经切割的水不分散性微纤维的每单位时间质量小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约5%,小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约3%,或小于进入纤维打开区400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约1%。

[0230] 纤维打开区400中的纤维打开可以在能实现可接受的停留时间、温度和混合的范围的任何设备中实现。合适的设备的实例包括,但不限于,搅拌间歇釜、如图6b和6c中所示的连续搅拌釜反应器和如图6a中所示的存在充分流动以使从浆料中沉降出的固体最少的管道。用于实现纤维打开区400中的纤维打开的单元操作的一个实例是活塞流反应器,其中将经加热的多组分纤维浆301送至区域400活塞流装置,其通常是圆形管道或导管。通过将该装置内的装填体积除以该装置中的体积流量计算活塞流装置中的材料停留时间。通过流道的横截面积除以经过该装置的液体的体积流量来定义该装置中的物料的速度。

[0231] 在本发明的其它实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管,其中在管道中流动的物料的速度可以为0.1英尺/秒至约20英尺/秒,0.2英尺/秒至约10英尺/秒,或约0.5英尺/秒至约5英尺/秒。对于管道或导管中的流体或浆料流,雷诺数Re是可用于描述在方向和时间方面都不规则的流体涡流的紊流或运动的无量纲数。对于管道或管中的流,雷诺数通常被定义为:

$$Re = \frac{\rho v D_H}{\mu} = \frac{v D_H}{\nu} = \frac{Q D_H}{\nu A}$$

其中：

$D_H$ 是管道的水力直径；L，(m)。

Q是体积流量( $m^3/s$ )。

A是管道横截面积( $m^2$ )。

v是物体相对于流体的平均速度(SI单位：m/s)。

$\mu$ 是流体的动态粘度(Pa·s或N·s/m<sup>2</sup>或kg/(m·s))。

$\nu$ 是运动粘度( $\nu = \mu / \rho$ ) ( $m^2/s$ )。

$\rho$ 是流体的密度(kg/m<sup>3</sup>)。

[0232] 对于直径为D的管道中的流,实验观察表明,对于充分展开的流,当 $Re_D < 2000$ 时出现层流,当 $Re_D > 4000$ 时出现湍流。在2300至4000之间的区间,层流和湍流都有可能(“过渡”流),取决于其它因素,如管道粗糙度和流动均匀性。

[0233] 纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程,且经过纤维打开区400中的管道或导管的流的雷诺数可以为约2,100至约6,000,约3,000至约6,000,或约3,500至约6,000。在另一些实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程,且经过该管道或导管的流的雷诺数为至少2,500、至少约3,500或至少约4,000。

[0234] 纤维打开区400可以在含有插在该管道或导管内的混合装置的管道或导管中实现。该装置可包括在线混合装置。该在线混合装置可以是没有活动部件的静态混合器。在另一实施方案中,该在线混合装置包括活动部件。非限制性地,这种元件是用于为经加热的多组分纤维浆料301提供比流经管道所实现的混合能多的混合能的机械装置。可以在用作纤维打开区的管段的开端、在该管段的末端或在管道流径内的任何位置插入该装置。

[0235] 可以将包含水不分散性聚合物微纤维、水和水分散性磺基聚酯的打开的纤维浆料物流401送至初级固液分离区500以生成包含微纤维的微纤维产物物流503和第一母液物流501。在一个实施方案中,第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0236] 打开的微纤维浆料401中的固体重量%可以为约0.1重量%至约20重量%,约0.3重量%至约10重量%,约0.3重量%至约5重量%,或约0.3重量%至约2.5重量%。

[0237] 微纤维产物物流503中的固体重量%可以为约10重量%至约65重量%,约15重量%至约50重量%,约25重量%至约45重量%,或约30重量%至约40重量%。

[0238] 可通过本领域中已知的任何方法实现从打开的微纤维浆料401中分离微纤维产物物流503。在一个实施方案中,将包含水的洗涤物流103送至初级固液分离区500。洗涤物流103可用于洗涤初级固液分离区500中的微纤维产物物流和/或初级固液分离区500中的过滤布介质以生成洗涤液物流502。最多100重量%的一部分洗涤液物流502可以在进入初级固液分离区500之前与打开的微纤维浆料401合并。可将最多100重量%的一部分洗涤液物流502送至第二固液分离区600。洗涤液物流502可含有微纤维。在一个实施方案中,在初级固液分离区500中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的微纤维料的克数为约1至2克/平方厘米过滤面积。在本发明的其它实施方案中,初级固液分离区500中过滤介质的过滤孔可以为约43微米至3000微米,约100微米至2000微米,或约500微米至约2000微米。

[0239] 可通过单个或多个固液分离装置实现在初级固液分离区500中从打开的微纤维浆料中分离微纤维产物物流。可通过以间歇和或连续方式运行的固液分离装置(一个或多个)实现初级固液分离区500中的分离。初级固液分离区500中的合适的固液分离装置可包括,但不限于,下列至少一种:多孔篮离心机、连续真空带式过滤机、间歇真空吸滤器、间歇多孔沉淀池、双网脱水装置、带有压缩区的连续水平带式过滤机、带有楔形丝过滤介质的非振动倾斜筛网装置、连续真空转鼓过滤机、脱水传送带等。

[0240] 在一个实施方案中,初级固液分离区500包括双网脱水装置,其中将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对行进的过滤布之间的锥形间隙。在双网脱水装置的第一区域中,由于重力和这两个活动的过滤布之间的每个渐窄间隙,水从打开的微纤维浆料401中沥出。在双网脱水装置的下游区域中,压缩这两个过滤布和这两个过滤布之间的微纤维料一次或多次以机械减少微纤维料中的水分。在一个实施方案中,通过使这两个过滤布和所含的微纤维料经过至少一组对这两个过滤布及其之间的微纤维料施加压缩力的辊,实现机械脱水。在另一实施方案中,通过使这两个过滤布和微纤维料经过至少一组压力辊之间,实现机械脱水。

[0241] 在本发明的其它实施方案中,每组压力辊通过机械脱水施加的力可以为约25至约300磅/线性英寸过滤介质宽度,约50至约200磅/线性英寸过滤介质宽度,或约70至约125磅/线性英寸过滤介质宽度。随着这两个过滤布在该装置的固体排放区分开和发散,从该双网脱水装置中排出微纤维产物物流503。排出的微纤维料的厚度可以为约0.2英寸至约1.5英寸,约0.3英寸至约1.25英寸,或约0.4英寸至约1英寸。在一个实施方案中,对过滤介质连续施加含水洗涤物流。在另一实施方案中,对过滤介质定期施加含水洗涤物流。

[0242] 在另一实施方案中,初级固液分离区500包括如图7中所例示的带式过滤装置,其包含重力排水区和压力脱水区。将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对活动过滤布之间的锥形间隙,其首先经过重力排水区,然后经过包括如图6b中所例示的复杂的辊布置的压力脱水区或挤压区。随着带进给经过这些辊,从固体中挤出水。当带经过该过程中的最后一对辊时,分开过滤布且固体离开带式过滤装置。

[0243] 在本发明的另一实施方案中,回收和再循环包含水和水分散性磺基聚酯聚合物的第一母液物流501中所含的至少一部分水。可以将第一母液物流501再循环至初级固液分离区500。根据初级液体分离区在水不分散性微纤维去除中的效率,可以将第一母液物流501再循环至纤维浆料区200、纤维打开区400或在送至区域200和/或400之前再循环至热交换器区800。第一母液物流501可由于漏出和布洗涤而含有少量包含水不分散性聚合物微纤维的固体。在一个实施方案中,在初级固液分离区中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的水不分散性聚合物微纤维料的克数为约1至约2克/平方厘米过滤面积。合意的是在将物流501送至初级浓缩区700和热交换器区800之前使第一母液物流501中的水不分散性聚合物微纤维固体最少,其中水不分散性聚合物微纤维固体会收集和积聚在所述区域中,这对它们的功能具有负面影响。

[0244] 二次固液分离区600可用于除去第一母液物流501中存在的至少一部分水不分散性聚合物微纤维固体以生成包含水不分散性微纤维的第二湿滤饼物流602和包含水和水分散性磺基聚酯的第二母液物流601。

[0245] 在一个实施方案中,可以将第二母液物流601送至初级浓缩区700和或热交换器区

800, 其中送至初级浓缩区700的第二母液物流601的重量%可以为0%至100%, 将该物流的其余部分送至热交换器区800。可将第二母液物流601再循环至纤维浆料区200、纤维打开区400或在送至区域200和/或400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%, 或约0.1重量%至约7重量%, 约0.2重量%至约5重量%, 或约0.3重量%至约3重量%。

[0246] 送至初级浓缩区的第二母液601的任何部分经受分离过程以生成初级回收水物流703和富含水分散性磺基聚酯的初级聚合物浓缩物物流702, 其中初级聚合物浓缩物物流702中水分散性磺基聚酯的重量%可以为约5重量%至约85%, 约10重量%至约65重量%, 或约15重量%至约45重量%。可将初级回收水物流703再循环至纤维浆料区200、纤维打开区400或在送至区域200和/或400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%, 或约0.1重量%至约7重量%, 约0.2重量%至约5重量%, 或约0.3重量%至约3重量%。

[0247] 可以在初级浓缩区700中通过本领域中已知的任何方法从第二母液物流601中除去水以产生初级聚合物浓缩物物流702。在一个实施方案中, 除水包括通过在间歇或连续蒸发设备中将水煮干的蒸发法。例如, 至少一个薄膜蒸发器可用于此应用。在另一实施方案中, 包含纳滤介质的膜技术可用于生成初级聚合物浓缩物物流702。在另一实施方案中, 可以使用包括萃取设备的方法从第二母液物流601中萃取水分散性聚合物并生成初级聚合物浓缩物物流702。要理解的是, 可以使用蒸发、膜和萃取步骤的任何组合从第二母液物流601中分离水分散性磺基聚酯并生成初级聚合物浓缩物物流702。初级聚合物浓缩物物流702可随后离开该过程。

[0248] 在一个实施方案中, 可以将初级聚合物浓缩物物流702送至二次浓缩区900以生成包含水分散性磺基聚酯的熔融聚合物流903(其中聚合物的重量%为约95%至约100%)和包含水的蒸气物流902。在一个实施方案中, 903包含水分散性磺基聚酯。适用于二次浓缩区900的设备包括本领域中已知的能进给水分散性聚合物的水性分散体并生成95%至100%水分散性聚合物流903的任何设备。这一实施方案包括将水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体进给到二次浓缩区902。进料物流的温度通常低于100°C。

[0249] 在一个实施方案中, 二次浓缩区900包括至少一个以含有旋转传送螺杆的夹套管壳为特征的装置, 其中用传热流体或蒸汽加热该传送螺杆, 并包括传送和高剪切混合元件。将该夹套或壳放气以便蒸气逸出。可以将壳夹套分区以沿该装置的长度设定不同的温度设定点。在连续运行过程中, 初级聚合物浓缩物物流702包含水和水分散性磺基聚酯并连续进给至二次浓缩区900。在该装置内, 在稳态过程中, 物料以至少三种明显且不同的形式存在。物料首先作为水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体存在于该装置中。随着磺基聚酯聚合物的水性分散体经过该装置, 由于夹套和内部螺杆的热, 水蒸发。当足够的水蒸发时, 该物料变成包含在比该磺基聚酯聚合物的熔融温度低的温度下的粘性塞的第二形式。水性分散体无法流过这一粘性塞并局限于该装置的第一水性分散体区域。由于夹套的热、内加热的螺杆的热和归因于这种高粘性塞物料的混合剪切力的热, 这一位置存在的基本所有的水蒸发且温度升高直至达到磺基聚酯的熔融温度, 以产生该装置中的物料的第三种和最后一种物理形式, 其包含熔融磺基聚酯聚合物。该熔融磺基聚酯聚合物随后经挤出模头离开该装置并通常被冷却和通过本领域中已知的任何方式切割成丸粒。要理解的是, 用于上述二次

浓缩区900的装置也可以以间歇方式运行，其中在该装置的整个长度内但在不同时间以相继次序出现上述三种物料物理形式，以水性分散体开始、接着粘性塞物料，最后磺基聚酯熔体。

[0250] 在一个实施方案中，可以将二次浓缩区900中生成的蒸气冷凝并送至热交换器区800，丢弃和/或送至洗涤物流103。在另一实施方案中，可以将包含水蒸气的冷凝蒸气物流902送至热交换器区800以提供生成物流801需要的温度所需的至少一部分能量。包含在熔体相中的含磺基聚酯的水分散性聚合物的熔融聚合物流903可以被冷却并通过本领域中已知的任何方法切碎成丸粒。

[0251] 杂质可进入该方法并浓缩在回收和再循环的水中。可以利用一个或多个净化物流(603和701)将第二母液601和初级回收水物流701中的杂质浓度控制在可接受的水平。在一个实施方案中，可以从该方法中分离并净化一部分第二母液物流601。在一个实施方案中，可以从该方法中分离并净化一部分初级回收水物流701。

[0252] 在如图3b中所示的本发明的另一实施方案中，提供制备微纤维产物物流的方法。所述方法包括：

(A) 使长度小于25毫米的短切多组分纤维101在混合区中与经加热的水性物流801接触以产生短切多组分纤维浆料301；其中短切多组分纤维101包含至少一种水分散性磺基聚酯和至少一种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性聚合物；且其中经加热的水性物流801在40°C或更高的温度下；

(B) 将短切多组分纤维浆料301和任选地，经加热的水性物流801送至纤维打开区400以除去一部分水分散性磺基聚酯，从而产生打开的微纤维浆料401；其中所述打开的微纤维浆料401包含水不分散性聚合物微纤维、水分散性磺基聚酯和水；和

(C) 将所述打开的微纤维浆料401送至初级固液分离区500以产生微纤维产物物流503和第一母液物流501；其中第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0253] 在如图3b中所示的本发明的这一实施方案中，纤维浆料区200和纤维混合区300已合并成在打开工艺区1100中的一个单元操作。该打开工艺区1100包括混合区200和纤维打开区400。

[0254] 用于该方法的经处理的水性物流103可通过将水性物流102送至水处理区1000制备，以制成经处理的水性物流103。该水性物流包含水。在本发明的实施方案中，经处理的水性物流103中的一价金属阳离子浓度可以小于约1000重量ppm，小于约500重量ppm，小于约100重量ppm或小于约50重量ppm。从水性物流102中除去二价和多价金属阳离子是水处理区1000的一个功能。在本发明的其它实施方案中，二价和多价阳离子的浓度小于约50重量ppm，小于约25重量ppm，小于约10重量ppm或小于约5重量ppm。物流103的温度可以为地下水温度至约40°C。

[0255] 可通过本领域中已知的任何方式实现水处理区1000中的水性物流102的处理。在一个实施方案中，水处理区1000包括蒸馏设备，其中生成水蒸汽并冷凝以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中，将水送至能从水中分离一价和二价金属阳离子的反渗透膜分离以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中，将水送至离子交换树脂以生成具有可接受地低的金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。在又再一实施方案中，可以将水送至商业水软化装置以生成具有可接受地低的二价和多价金属阳离子浓度的经处理的水性

物流103。要理解的是,可以使用这些水处理选项的任何组合实现所需的经处理的水的特性。

[0256] 可将经处理的水性物流103送至该方法中需要其的任何位置。在一个实施方案中,将一部分物流103送至初级固液分离区500以充当洗布液和/或初级固液分离区500中所含的固体的洗液。

[0257] 在一个实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800。在另一实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至混合区300。在另一实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800并将至少一部分经处理的水性物流103送至混合区300。热交换器区800的一个功能是生成在特定且受控温度下的晶加热的水性物流801。

[0258] 在一个实施方案中,可进给热交换器区800的物流是经处理的水性物流103和第二母液物流601。在另一实施方案中,可进给热交换器区800的物流包含经处理的水性物流103、初级回收水物流703、第一母液物流501和第二母液物流601。

[0259] 可以使用本领域中已知用于控制物流801的温度的任何设备,包括但不限于,用蒸汽提供一部分所需能量的任何热交换器、用传热流体提供一部分所需能量的任何热交换器、用电加热元件提供一部分所需能量的任何热交换器和存在直接蒸汽注入的任何容器或槽,在此蒸汽冷凝且冷凝物与至热交换器区800的水进料混合。将多组分纤维物流90送至纤维切割区100以生成经切割的多组分纤维物流101。该多组分纤维可具有本领域中已知的任何多组分结构。该多组分纤维包含如本公开内容中之前论述的水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物。

[0260] 本领域中已知的任何设备可用于切割多组分纤维物流90以生成经切割的多组分纤维物流101。在一个实施方案中,经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约50毫米。在另一些实施方案中,经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约25毫米、小于约20毫米、小于约15毫米、小于约10毫米、小于约5毫米或小于2.5毫米。

[0261] 将经切割的多组分纤维物流101和一部分经加热的水性物流801送至混合区300以生成包含水和经切割的多组分纤维的经加热的多组分纤维浆料301。

[0262] 经加热的多组分纤维浆料301的温度影响在纤维打开区400中经切割的多组分纤维的水分散性磺基聚酯部分与经切割的多组分纤维的水不分散性聚合物部分的分离。在本发明的另一些实施方案中,经加热的多组分纤维浆料301的温度可以为约55℃至约100℃,约60℃至约90℃,或约65℃至约80℃。

[0263] 可以控制经加热的多组分纤维浆料301中经切割的多组分纤维的重量%。在另一些实施方案中,经加热的多组分纤维浆料301中经切割多组分纤维的重量%可以为约10重量%至约0.1%重量%,约5重量%至约0.2重量%,约3重量%至约0.3重量%,或约2重量%至约0.4重量%。

[0264] 在混合区300中可以使用本领域中已知的能将经加热的水性物流801与经切割的多组分纤维101混合的任何装置。合适的装置包括连续和间歇混合装置。在一个实施方案中,适用于混合区300的混合装置包括槽和搅拌器。在另一实施方案中,合适的混合装置包括管道或导管。

[0265] 在另一些实施方案中，混合区300中的合适混合装置包括管道或导管，其直径使得导管中的速度足以混合经切割的多组分纤维浆料201和经加热的水性物流801，其中每分钟进入导管的经切割的多组分物料的低于约2重量%、低于约1重量%或低于约0.5重量%沉降并积聚在导管中。

[0266] 可随后将经加热的多组分纤维浆料301送至纤维打开区400。纤维打开区400的一个功能是从经切割的多组分纤维中分离水分散性聚合物以使至少一部分水不分散性聚合物微纤维从经切割的多组分纤维中分离并悬浮在打开的微纤维浆料401中。在本发明的另一实施方案中，经切割的多组分纤维浆料201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约50重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。在另一些实施方案中，经切割的多组分纤维物流201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约75重量%至约100重量%、约90重量%至约100重量%或约95重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。

[0267] 物流201中的起始的经切割的多组分纤维的直径或且数影响在纤维打开区400中从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。典型的多组分纤维类型通常具有约12微米至约20微米的直径。可用的多组分纤维可具有更大的起始直径至约40微米直径或更大的尺寸。从经切割的多组分纤维中分离所需量的水分散性磺基聚酯所需的时间随物流201中经切割的多组分纤维的直径提高而提高。

[0268] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力也影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。影响纤维打开区400中的打开工艺的条件包括停留时间、浆料温度和剪切力，其中纤维打开区400中的水温、停留时间和施加的剪切量的范围取决于从起始多组分纤维中充分程度地分离水分散性磺基聚酯以使水不分散性聚合物微纤维分离并悬浮在打开的微纤维浆料401的连续水相中的需要。

[0269] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。纤维打开区400的温度可以为约55°C至约100°C，约60°C至约90°C，或约65°C至约80°C。纤维打开区400中的停留时间可以为约5分钟至约10秒，约3分钟至约20秒，或约2分钟至约30秒。在纤维打开区400中保持充分混合以保持经切割的水不分散性聚合物微纤维的悬浮，以使经切割的微纤维的沉降最小化。在本发明的其它实施方案中，纤维打开区400中沉降的经切割的水不分散性微纤维的每单位时间质量小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约5%，小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约3%，或小于进入纤维打开区400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约1%。

[0270] 纤维打开区400中的纤维打开可以在能实现可接受的停留时间、温度和混合的范围的任何设备中实现。合适的设备的实例包括，但不限于，搅拌间歇釜、如图6b和6c中所示的连续搅拌釜反应器和如图6a中所示的存在充分流动以使从浆料中沉降出的固体最少的管道。用于实现纤维打开区400中的纤维打开的单元操作的一个实例是活塞流反应器，其中将经加热的多组分纤维浆料301送至区域400活塞流装置，通常是圆形管道或导管。通过将该装置内的装填体积除以该装置中的体积流量计算活塞流装置中的材料停留时间。通过流道的横截面积除以经过该装置的液体的体积流量来定义该装置中的物料的速度。

[0271] 在本发明的其它实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管,其中在管道中流动的物料的速度可以为0.1英尺/秒至约20英尺/秒,0.2英尺/秒至约10英尺/秒,或约0.5英尺/秒至约5英尺/秒。对于管道或导管中的流体或浆料流,雷诺数Re是可用于描述在方向和时间方面都不规则的流体涡流的紊流或运动的无量纲数。对于管道或管中的流,雷诺数通常被定义为:

$$Re = \frac{\rho v D_H}{\mu} = \frac{v D_H}{\nu} = \frac{Q D_H}{\nu A}$$

其中:

D<sub>H</sub>是管道的水力直径;L, (m)。

Q是体积流量(m<sup>3</sup>/s)。

A是管道横截面积(m<sup>2</sup>)。

v是物体相对于流体的平均速度(SI单位: m/s)。

$\mu$ 是流体的动态粘度(Pa · s或N · s/m<sup>2</sup>或kg/(m · s))。

$\nu$ 是运动粘度( $\nu = \mu / \rho$ ) (m<sup>2</sup>/s)。

$\rho$ 是流体的密度(kg/m<sup>3</sup>)。

[0272] 对于直径为D的管道中的流,实验观察表明,对于充分展开的流,当Re<sub>D</sub> < 2000时出现层流,当Re<sub>D</sub> > 4000时出现湍流。在2300至4000之间的区间,层流和湍流都有可能(“过渡”流),取决于其它因素,如管道粗糙度和流动均匀性。

[0273] 纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程,且经过纤维打开区400中的管道或导管的流的雷诺数可以为约2,100至约6,000,约3,000至约6,000,或约3,500至约6,000。在其它实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程,且经过该管道或导管的流体的雷诺数为至少2,500、至少约3,500或至少约4,000。

[0274] 纤维打开区400可以在含有插在该管道或导管内的混合装置的管道或导管中实现。该装置可包括在线混合装置。该在线混合装置可以是没有活动部件的静态混合器。在一实施方案中,该在线混合装置包括活动部件。非限制性地,这种元件是用于为经加热的多组分纤维浆料301提供比流经管道所实现的混合能多的混合能的机械装置。可以在用作纤维打开区的管段的开端、在该管段的末端或在管道流径内的任何位置插入该装置。

[0275] 可以将包含水不分散性聚合物微纤维、水和水分散性磺基聚酯的打开的纤维浆料物流401送至初级固液分离区500以生成包含微纤维的微纤维产物物流503和第一母液物流501。在一个实施方案中,第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0276] 打开的微纤维浆料401中的固体重量%可以为约0.1重量%至约20重量%,约0.3重量%至约10重量%,约0.3重量%至约5重量%,或约0.3重量%至约2.5重量%。

[0277] 微纤维产物物流503中的固体重量%可以为约10重量%至约65重量%,约15重量%至约50重量%,约25重量%至约45重量%,或约30重量%至约40重量%。

[0278] 可通过本领域中已知的任何方法实现从打开的微纤维浆料401中分离微纤维产物物流503。在一个实施方案中,将包含水的洗涤物流103送至初级固液分离区500。洗涤物流103可用于洗涤初级固液分离区500中的微纤维产物物流和/或初级固液分离区500中的过滤布介质以生成洗涤液物流502。最多100重量%的一部分洗涤液物流502可以在进入初级固

液分离区500之前与打开的微纤维浆料401合并。最多100重量%的一部分洗涤液物流502可送至第二固液分离区600。洗涤液物流502可含有微纤维。在一个实施方案中，在初级固液分离区500中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的微纤维料的克数为约1至2克/平方厘米过滤面积。在本发明的另一些实施方案中，初级固液分离区500中过滤介质的过滤孔可以为约43微米至3000微米，约100微米至2000微米，或约500微米至约2000微米。

[0279] 可通过单个或多个固液分离装置实现在初级固液分离区500中从打开的微纤维浆料中分离微纤维产物物流。可通过以间歇和或连续方式运行的固液分离装置(一个或多个)实现初级固液分离区500中的分离。初级固液分离区500中的合适的固液分离装置可包括，但不限于，下列至少一种：多孔篮离心机、连续真空带式过滤机、间歇真空吸滤器、间歇多孔沉淀池、双网脱水装置、带有压缩区的连续水平带式过滤机、带有楔形丝过滤介质的非振动倾斜筛网装置、连续真空转鼓过滤机、脱水传送带等。

[0280] 在一个实施方案中，初级固液分离区500包括双网脱水装置，其中将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对活动过滤布之间的锥形间隙。在双网脱水装置的第一区域中，由于重力和这两个活动的过滤布之间的每个渐窄间隙，水从打开的微纤维浆料401中沥出。在双网脱水装置的下游区域中，挤压这两个过滤布和这两个过滤布之间的微纤维料一次或多次以机械减少微纤维料中的水分。在一个实施方案中，通过使这两个过滤布和所含的微纤维料经过至少一组对这两个过滤布及其之间的微纤维料施加压缩力的辊，实现机械脱水。在另一实施方案中，通过使这两个过滤布和微纤维料经过至少一个压力辊与固定表面之间，实现机械脱水。

[0281] 在本发明的另一些实施方案中，通过机械脱水施加的力可以为约25至约300磅/线性英寸过滤介质宽度，约50至约200磅/线性英寸过滤介质宽度，或约70至约125磅/线性英寸过滤介质宽度。随着这两个过滤布在该装置的固体排放区分开和发散，从该双网脱水装置中排出微纤维产物物流503。排出的微纤维料的厚度可以为约0.2英寸至约1.5英寸，约0.3英寸至约1.25英寸，或约0.4英寸至约1英寸。在一个实施方案中，对过滤介质连续施加含水洗涤物流。在另一实施方案中，对过滤介质定期施加含水洗涤物流。

[0282] 在另一实施方案中，初级固液分离区500包括如图7中所例示的带式过滤装置，其包括重力排水区和压力脱水区。将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对活动过滤布之间的锥形间隙，其首先经过重力排水区，然后经过包含如图6b中所例示的复杂的辊布置的压力脱水区或挤压区。随着带进给经过这些辊，从固体中挤出水。当带经过该过程中的最后一对辊时，分开过滤布且固体离开带式过滤装置。

[0283] 在本发明的另一实施方案中，回收和再循环包含水和水分散性磺基聚酯聚合物的第一母液物流501中所含的至少一部分水。可以将第一母液物流501再循环至初级固液分离区500。根据初级液体分离区在水不分散性微纤维去除中的效率，可将第一母液物流501再循环至混合区300、纤维打开区400或在送至区域200、300和/或400之前再循环至热交换器区800。第一母液物流501可由于漏出和布洗涤而含有少量包含水不分散性聚合物微纤维的固体。在一个实施方案中，在初级固液分离区中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的水不分散性聚合物微纤维料的克数为约1至约2克/平方厘米过滤面积。合意的是在将物流501送至初级浓缩区700和热交换器区800之前使第一母液物流501中的水不分散性聚合物微纤维固体最少，其中水不分散性聚合物微纤维固体会收集和积聚在这些区域中，这对它们的

功能具有负面影响。

[0284] 二次固液分离区600可用于除去第一母液物流501中存在的至少一部分水不分散性聚合物微纤维固体以生成包含水不分散性微纤维的第二湿滤饼物流602和包含水和水分散性磺基聚酯的第二母液物流601。

[0285] 在一个实施方案中,可以将第二母液物流601送至初级浓缩区700和或热交换器区800,其中送至初级浓缩区700的第二母液物流601的重量%可以为0%至100%,将该物流的其余部分送至热交换器区800。可以将第二母液物流601再循环至纤维浆料区200、混合区300、纤维打开区400或在送至区域200、300和/或400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%,或约0.1重量%至约7重量%,约0.2重量%至约5重量%,或约0.3重量%至约3重量%。

[0286] 送至初级浓缩区的第二母液601的任何部分经受分离过程以生成初级回收水物流703和富含水分散性磺基聚酯的初级聚合物浓缩物物流702,其中初级聚合物浓缩物物流702中水分散性磺基聚酯的重量%可以为约5重量%至约85%,约10重量%至约65重量%,或约15重量%至约45重量%。初级回收水物流703可以送至混合区300、纤维打开区400或在送至区域200、300和/或400之前送至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%,或约0.1重量%至约7重量%,约0.2重量%至约5重量%,或约0.3重量%至约3重量%。

[0287] 可以在初级浓缩区700中通过本领域中已知的任何方法从第二母液物流601中除去水以产生初级聚合物浓缩物物流702。在一个实施方案中,除水包括通过在间歇或连续蒸发设备中将水煮干的蒸发法。例如,至少一个薄膜蒸发器可用于此应用。在另一实施方案中,包括纳滤介质的膜技术可用于生成初级聚合物浓缩物物流702。在另一实施方案中,可以使用包括萃取设备的方法从第二母液物流601中萃取水分散性聚合物并生成初级聚合物浓缩物物流702。要理解的是,可以使用蒸发、膜和萃取步骤的任何组合从第二母液物流601中分离水分散性磺基聚酯并生成初级聚合物浓缩物物流702。初级聚合物浓缩物物流702可随后离开该过程。

[0288] 在一个实施方案中,可以将初级聚合物浓缩物物流702送至二次浓缩区900以生成包含水分散性磺基聚酯的熔融聚合物物流903(其中聚合物的重量%为约95%至约100%)和包含水的蒸气物流902。在一个实施方案中,903包含水分散性磺基聚酯。适用于二次浓缩区900的设备包括本领域中已知的能进给水分散性聚合物的水性分散体并生成95%至100%水分散性聚合物物流903的任何设备。这一实施方案包括将水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体进给到二次浓缩区902。进料物流的温度通常低于100℃。

[0289] 在一个实施方案中,二次浓缩区900包括至少一个以含有旋转传送螺杆的夹套管壳为特征的装置,其中用传热流体或蒸汽加热该传送螺杆,并包括传送和高剪切混合元件。将该夹套或壳放气以便蒸气逸出。可以将壳夹套分区以沿该装置的长度设定不同的温度设定点。在连续运行过程中,初级聚合物浓缩物物流702包含水和水分散性磺基聚酯并被连续进给至二次浓缩区900。在该装置内,在稳态过程中,物料以至少三种明显且不同的形式存在。物料首先作为水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体存在于该装置中。随着磺基聚酯聚合物的水性分散体经过该装置,由于夹套和内部螺杆的热,水蒸发。当足够的水蒸发时,

该物料变成包含在比该磺基聚酯聚合物的熔融温度低的温度下的粘性塞的第二形式。水性分散体无法流过该粘性塞并局限于该装置的第一水性分散体区域。由于夹套的热、内加热螺杆的热和归因于这种高粘性塞物料的混合剪切力的热，这一位置存在的基本所有的水蒸发且温度升高直至达到磺基聚酯的熔融温度，以产生该装置中的物料的第三种和最后一种物理形式，其包含熔融磺基聚酯聚合物。该熔融磺基聚酯聚合物随后经挤出模头离开该装置并通常被冷却和通过本领域中已知的任何方式切割成丸粒。要理解的是，上述用于二次浓缩区900的装置也可以以间歇方式运行，其中在该装置的整个长度内但在不同时间以相继次序出现上述三种物料物理形式，以水性分散体开始、接着粘性塞物料，最后磺基聚酯熔体。

[0290] 在一个实施方案中，可以将二次浓缩区900中生成的蒸气冷凝并送至热交换器区800，丢弃和/或送至洗涤物流103。在另一实施方案中，可以将包含水蒸气的冷凝蒸气物流902送至热交换器区800以提供生成物流801需要的温度所需的至少一部分能量。包含在熔体相中的含磺基聚酯的水分散性聚合物的熔融聚合物流903可以被冷却并通过本领域中已知的任何方法切碎成丸粒。

[0291] 杂质可进入该方法并浓缩在回收和再循环的水中。可以利用一个或多个净化物流(603和701)将第二母液601和初级回收水物流701中的杂质浓度控制在可接受的水平。在一个实施方案中，可以从该方法中分离并净化一部分第二母液物流601。在一个实施方案中，可以从该方法中分离并净化一部分初级回收水物流701。

[0292] 在如图4中所示的本发明的另一实施方案中，提供制造微纤维产物物流的方法。所述方法包括：

(A) 使长度小于25毫米的短切多组分纤维101在纤维浆料区200中与经处理的水性物流103接触以产生短切多组分纤维浆料201；其中短切多组分纤维101包含至少一种水分散性磺基聚酯和至少一种与所述水分散性磺基聚酯不混溶的水不分散性合成聚合物；且其中经处理的水性物流103在低于40°C的温度下；

(B) 使短切多组分纤维浆料201在混合区300中与经加热的水性物流801接触以产生经加热的多组分纤维浆料301；

(C) 将经加热的多组分纤维浆料301送至纤维打开区400以除去一部分水分散性磺基聚酯，从而产生打开的微纤维浆料401；和

(D) 将打开的微纤维浆料401送至初级固液分离区500以产生微纤维产物物流503和第一母液物流501；其中第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0293] 在如图4中所示的本发明的这一实施方案中，打开工艺区1100包括纤维浆料区200、混合区300和纤维打开区400。

[0294] 用于该方法的经处理的水性物流103可通过将水性物流102送至水处理区1000制备，以制成经处理的水性物流103。该水性物流包含水。在本发明的实施方案中，经处理的水性物流103中的一价金属阳离子浓度可以小于约1000重量ppm，小于约500重量ppm，小于约100重量ppm或小于约50重量ppm。从水性物流102中除去二价和多价金属阳离子是水处理区1000的一个功能。在本发明的其它实施方案中，二价和多价阳离子的浓度小于约50重量ppm，小于约25重量ppm，小于约10重量ppm或小于约5重量ppm。物流103的温度可以为地下水温度至约40°C。

[0295] 可通过本领域中已知的任何方式实现水处理区1000中的水性物流102的处理。在一个实施方案中,水处理区1000包括蒸馏设备,其中生成水蒸汽并冷凝以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中,将水送至能从水中分离一价和二价金属阳离子的反渗透膜分离以产生经处理的水性物流103。在另一实施方案中,将水送至离子交换树脂以生成具有可接受地低的金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。在又一实施方案中,可以将水送至商业水软化装置以生成具有可接受地低的二价和多价金属阳离子浓度的经处理的水性物流103。要理解的是,可以使用这些水处理选项的任何组合实现所需的经处理的水的特性。

[0296] 可将经处理的水性物流103送至该方法中需要其的任何位置。在一个实施方案中,将一部分物流103送至初级固液分离区500以充当洗布液和/或初级固液分离区500中所含的固体的洗液。

[0297] 在一个实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800。在另一实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至纤维浆料区200。在另一实施方案中,将至少一部分经处理的水性物流103送至热交换器区800并将至少一部分经处理的水性物流103送至纤维浆料区200。热交换器区800的一个功能是生成在特定且受控温度下的经加热的水性物流801。

[0298] 在一个实施方案中,可进给热交换器区800的物流是经处理的水性物流103和第二母液物流601。在另一实施方案中,可进给热交换器区800的物流包括经处理的水性物流103、初级回收水物流703、第一母液物流501和第二母液物流601。

[0299] 可以使用本领域中已知用于控制物流801的温度的任何设备,包括但不限于,用蒸汽提供一部分所需能量的任何热交换器、用传热流体提供一部分所需能量的任何热交换器、用电加热元件提供一部分所需能量的任何热交换器和存在直接蒸汽注入的任何容器或槽,在此蒸汽冷凝且冷凝物与热交换器区800的水进料混合。

[0300] 将多组分纤维物流90送至纤维切割区100以生成经切割的多组分纤维物流101。该多组分纤维可具有本领域中已知的任何多组分结构。该多组分纤维包含如本公开内容中之前论述的水分散性磺基聚酯和水不分散性聚合物。

[0301] 本领域中已知的任何设备可用于切割多组分纤维物流90以生成经切割的多组分纤维物流101。在一个实施方案中,经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约50毫米。在另一些实施方案中,经切割的多组分纤维物流101中的经切割的纤维的长度小于约25毫米、小于约20毫米、小于约15毫米、小于约10毫米、小于约5毫米或小于2.5毫米。

[0302] 将经切割的多组分纤维物流101和一部分经处理的水性物流103送至纤维浆料区200以生成包含水和经切割的多组分纤维的经切割的多组分纤维浆料201。在一个实施方案中,经切割的多组分纤维浆料201中的经切割的多组分纤维的重量%可以为约35重量%至约1%重量%,约25重量%至约1重量%,约15重量%至约1重量%,或约7重量%至约1重量%。

[0303] 经切割的多组分纤维浆料201的温度可以为约5°C至约45°C,约10°C至约35°C,或约10°C至约25°C。在一个实施方案中,纤维浆料区200包含存在足以生成在连续水相中的经切割的多组分纤维悬浮液的搅拌的槽。

[0304] 在纤维浆料区200中可以使用本领域中已知的适合将固体与水混合并使所得经切割的多组分纤维悬浮液保持在连续相中的任何设备。纤维浆料区200可包括以连续或间歇

模式运行的间歇或连续混合装置。适用于纤维浆料区200的装置包括,但不限于,水力碎浆机、连续搅拌釜反应器、以间歇模式操作的具有搅拌的槽。

[0305] 将经切割的多组分纤维浆料201和经加热的水性物流801送至混合区300并合并以生成经加热的多组分纤维浆料301。经加热的多组分纤维浆料301的温度影响在纤维打开区400中经切割的多组分纤维的水分散性磺基聚酯部分与经切割的多组分纤维的水不分散性聚合物部分的分离。在本发明的其它实施方案中,经加热的多组分纤维浆料301的温度可以为约55°C至约100°C,约60°C至约90°C,或约65°C至约80°C。

[0306] 可以控制经加热的多组分纤维浆料301中经切割的多组分纤维的重量%。在其它实施方案中,经加热的多组分纤维浆料301中经切割的多组分纤维的重量%可以为约10重量%至约0.1%重量%,约5重量%至约0.2重量%,约3重量%至约0.3重量%,或约2重量%至约0.4重量%。

[0307] 在混合区300中可以使用本领域中已知的能将经加热的水性物流801与经切割的多组分纤维浆料201混合的任何装置。合适的装置包括连续和间歇混合装置。在一个实施方案中,适用于混合区300的混合装置包括槽和搅拌器。在另一实施方案中,合适的混合装置包含管道或导管。

[0308] 在其它实施方案中,混合区300中的合适混合装置包括管道或导管,其直径使得导管中的速度足以混合经切割的多组分纤维浆料201和经加热的水性物流801,其中每分钟进入导管的经切割的多组分物料的低于约2重量%、低于约1重量%或低于约0.5重量%沉降并积聚在导管中。

[0309] 可随后将经加热的多组分纤维浆料301送至纤维打开区400。纤维打开区400的一个功能是从经切割的多组分纤维中分离水分散性聚合物以使至少一部分水不分散性聚合物微纤维从经切割的多组分纤维中分离并悬浮在打开的微纤维浆料401中。在本发明的另一实施方案中,经切割的多组分纤维浆料201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约50重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。在其它实施方案中,经切割的多组分纤维物流201中所含的水不分散性聚合物微纤维的约75重量%至约100重量%、约90重量%至约100重量%或约95重量%至约100重量%作为水不分散性聚合物微纤维悬浮在打开的微纤维浆料401中并且不再是经切割的多组分纤维的一部分。

[0310] 物流201中的起始的经切割的多组分纤维的直径或且数影响在纤维打开区400中从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。典型的多组分纤维类型通常具有约12微米至约20微米的直径。可用的多组分纤维可具有更大的起始直径至约40微米直径或更大的尺寸。从经切割的多组分纤维中分离所需量的水分散性磺基聚酯所需的时间随物流201中经切割的多组分纤维的直径提高而提高。

[0311] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力也影响从经切割的多组分纤维中分离水分散性磺基聚酯的程度。影响纤维打开区400中的打开工艺的条件包括停留时间、浆料温度和剪切力,其中纤维打开区400中的水温、停留时间和施加的剪切量的范围取决于从起始多组分纤维中充分分离水分散性磺基聚酯以使水不分散性聚合物微纤维分离并悬浮在打开的微纤维浆料401的连续水相中的需要。

[0312] 纤维打开区400中的停留时间、温度和剪切力影响从经切割的多组分纤维中分离

水分散性磺基聚酯的程度。纤维打开区400的温度可以为约55°C至约100°C,约60°C至约90°C,或约65°C至约80°C。纤维打开区400中的停留时间可以为约5分钟至约10秒,约3分钟至约20秒,或约2分钟至约30秒。在纤维打开区400中保持充分混合以保持经切割的水不分散性聚合物微纤维的悬浮,以使经切割的微纤维的沉降最小化。在本发明的其它实施方案中,纤维打开区400中沉降的经切割的水不分散性微纤维的每单位时间质量小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约5%,小于进入区域400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约3%,或小于进入纤维打开区400的经切割的水不分散性聚合物微纤维的每单位时间质量的约1%。

[0313] 纤维打开区400中的纤维打开可以在能实现可接受的停留时间、温度和混合的范围的任何设备中实现。合适的设备的实例包括,但不限于,搅拌间歇釜、如图6b和6c中所示的连续搅拌釜反应器和如图6a中所示的存在充分流动以使从浆料中沉降出的固体最少的管道。用于实现纤维打开区400中的纤维打开的单元操作的一个实例是活塞流反应器,其中将经加热的多组分纤维浆料301送至区域400活塞流装置,通常是圆形管道或导管。通过将该装置内的装填体积除以该装置中的体积流量计算活塞流装置中的材料停留时间。通过流道的横截面积除以经过该装置的液体的体积流量来定义该装置中的物料的速度。

[0314] 在本发明的其它实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管,其中在管道中流动的物料的速度可以为0.1英尺/秒至约20英尺/秒,0.2英尺/秒至约10英尺/秒,或约0.5英尺/秒至约5英尺/秒。对于管道或导管中的流体或浆料流,雷诺数Re是可用于描述在方向和时间方面都不规则的流体涡流的紊流或运动的无量纲数。对于管道或管中的流,雷诺数通常被定义为:

$$Re = \frac{\rho v D_H}{\mu} = \frac{v D_H}{\nu} = \frac{Q D_H}{\nu A}$$

其中:

D<sub>H</sub>是管道的水力直径;L, (m)。

Q是体积流量(m<sup>3</sup>/s)。

A是管道横截面积(m<sup>2</sup>)。

v是物体相对于流体的平均速度(SI单位: m/s)。

$\mu$ 是流体的动态粘度(Pa · s或N · s/m<sup>2</sup>或kg/(m · s))。

$\nu$ 是运动粘度( $\nu = \mu / \rho$ ) (m<sup>2</sup>/s)。

$\rho$ 是流体的密度(kg/m<sup>3</sup>)。

[0315] 对于直径为D的管道中的流,实验观察表明,对于充分展开的流,当Re<sub>D</sub> < 2000时出现层流,当Re<sub>D</sub> > 4000时出现湍流。在2300至4000之间的区间,层流和湍流都有可能(“过渡”流),取决于其它因素,如管道粗糙度和流动均匀性。

[0316] 纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程,且经过纤维打开区400中的管道或导管的流的雷诺数可以为约2,100至约6,000,约3,000至约6,000,或约3,500至约6,000。在其它实施方案中,纤维打开区400可包括管道或导管以促进打开过程,且经过该管道或导管的流的雷诺数为至少2,500、至少约3,500或至少约4,000。

[0317] 纤维打开区400可以在含有插在该管道或导管内的混合装置的管道或导管中实

现。该装置可包括在线混合装置。该在线混合装置可以是没有活动部件的静态混合器。在另一实施方案中，该在线混合装置包括活动部件。非限制性地，这种元件是用于为经加热的多组分纤维浆料301提供比流经管道所实现的混合能多的混合能的机械装置。可以在用作纤维打开区的管段的开端、在该管段的末端或在管道流径内的任何位置插入该装置。

[0318] 可以将包含水不分散性聚合物微纤维、水和水分散性磺基聚酯的打开的纤维浆料物流401送至初级固液分离区500以生成包含微纤维的微纤维产物物流503和第一母液物流501。在一个实施方案中，第一母液物流501包含水和水分散性磺基聚酯。

[0319] 打开的微纤维浆料401中的固体重量%可以为约0.1重量%至约20重量%，约0.3重量%至约10重量%，约0.3重量%至约5重量%，或约0.3重量%至约2.5重量%。

[0320] 微纤维产物物流503中的固体重量%可以为约10重量%至约65重量%，约15重量%至约50重量%，约25重量%至约45重量%，或约30重量%至约40重量%。

[0321] 可通过本领域中已知的任何方法实现从打开的微纤维浆料401中分离微纤维产物物流503。在一个实施方案中，将包含水的洗涤物流103送至初级固液分离区500。洗涤物流103可用于洗涤初级固液分离区500中的微纤维产物物流和/或初级固液分离区500中的过滤布介质以生成洗涤液物流502。最多100重量%的一部分洗涤液物流502可以在进入初级固液分离区500之前与打开的微纤维浆料401合并。洗涤液物流502可含有微纤维。在一个实施方案中，在初级固液分离区500中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的微纤维料的克数为约1至2克/平方厘米过滤面积。在本发明的其它实施方案中，初级固液分离区500中过滤介质的过滤孔可以为约43微米至3000微米，约100微米至2000微米，或约500微米至约2000微米。

[0322] 可通过单个或多个固液分离装置实现在初级固液分离区500中从打开的微纤维浆料中分离微纤维产物物流。可通过以间歇和或连续方式运行的固液分离装置(一个或多个)实现初级固液分离区500中的分离。初级固液分离区500中的合适的固液分离装置可包括，但不限于，下列至少一种：多孔篮离心机、连续真空带式过滤机、间歇真空吸滤器、间歇多孔沉淀池、双网脱水装置、带有压缩区的连续水平带式过滤机、带有楔形丝过滤介质的非振动倾斜筛网装置、连续真空转鼓过滤机、脱水传送带等。

[0323] 在一个实施方案中，初级固液分离区500包括双网脱水装置，其中将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对行进的过滤布之间的锥形间隙。在双网脱水装置的第一区域中，由于重力和这两个活动的过滤布之间的每个渐窄间隙，水从打开的微纤维浆料401中沥出。在双网脱水装置的下游区域中，压缩这两个过滤布和这两个过滤布之间的微纤维料一次或多次以机械减少微纤维料中的水分。在一个实施方案中，通过使这两个过滤布和所含的微纤维料经过至少一组对这两个过滤布及其之间的微纤维料施加压缩力的辊，实现机械脱水。在另一实施方案中，通过使这两个过滤布和微纤维料经过至少一个压力辊与固定表面之间，实现机械脱水。

[0324] 在本发明的其它实施方案中，通过机械脱水施加的力可以为约25至约300磅/线性英寸过滤介质宽度，约50至约200磅/线性英寸过滤介质宽度，或约70至约125磅/线性英寸过滤介质宽度。随着这两个过滤布在该装置的固体排放区分开和发散，从该双网脱水装置中排出微纤维产物物流503。排出的微纤维料的厚度可以为约0.2英寸至约1.5英寸，约0.3英寸至约1.25英寸，或约0.4英寸至约1英寸。在一个实施方案中，对过滤介质连续施加含水

洗涤物流。在另一实施方案中，对过滤介质定期施加含水洗涤物流。

[0325] 在另一实施方案中，初级固液分离区500包括如图7中所例示的带式过滤装置，其包括重力排水区和压力脱水区。将打开的微纤维浆料401送至以相同方向行进的一对活动过滤布之间的锥形间隙，其首先经过重力排水区，然后经过包括如图6b中所例示的复杂的辊布置的压力脱水区或挤压区。随着带进给经过这些辊，从固体中挤出水。当带经过该过程中的最后一对辊时，分开过滤布且固体离开带式过滤装置。

[0326] 在本发明的另一实施方案中，回收和再循环包含水和水分散性磺基聚酯聚合物的第一母液物流501中所含的至少一部分水。可以将第一母液物流501再循环至初级固液分离区500。根据初级液体分离区在水不分散性微纤维脱除中的效率，可将第一母液物流501再循环至纤维浆料区200、混合区300、纤维打开区400或在送至区域200、300和/或400之前再循环至热交换器区800。第一母液物流501可由于漏出和布洗涤而含有少量包含水不分散性聚合物微纤维的固体。在一个实施方案中，在初级固液分离区中漏过开孔最多为2000微米的过滤介质的水不分散性聚合物微纤维料的克数为约1至约2克/平方厘米过滤面积。合意的是在将物流501送至初级浓缩区700和热交换器区800之前使第一母液物流501中的水不分散性聚合物微纤维固体最少，其中水不分散性聚合物微纤维固体会收集和积聚在这些区域中，这对它们的功能具有负面影响。

[0327] 二次固液分离区600可用于除去第一母液物流501中存在的至少一部分水不分散性聚合物微纤维固体以生成包含水不分散性微纤维的第二湿滤饼物流602和包含水和水分散性磺基聚酯的第二母液物流601。

[0328] 在一个实施方案中，可以将第二母液物流601送至初级浓缩区700和或热交换器区800，其中送至初级浓缩区700的第二母液物流601的重量%可以为0%至100%，将该物流的其余部分送至热交换器区800。可以将第二母液物流601再循环至纤维浆料区200、混合区300、纤维打开区400或在送至区域200、300和/或400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%，或约0.1重量%至约7重量%，约0.2重量%至约5重量%，或约0.3重量%至约3重量%。

[0329] 送至初级浓缩区的第二母液601的任何部分可经受分离过程以生成初级回收水物流703和富含水分散性磺基聚酯的初级聚合物浓缩物物流702，其中初级聚合物浓缩物物流702中水分散性磺基聚酯的重量%可以为约5重量%至约85%，约10重量%至约65重量%，或约15重量%至约45重量%。可以将初级回收水物流703再循环至纤维浆料区200、混合区300、纤维打开区400或在送至区域200、300和/或400之前再循环至热交换器区800。送至纤维打开区400的第二母液物流中水分散性磺基聚酯的量可以为基于第二母液物流的重量%的约0.01重量%至约7重量%，或约0.1重量%至约7重量%，约0.2重量%至约5重量%，或约0.3重量%至约3重量%。

[0330] 在本发明的一个实施方案中，提供了回收初级聚合物浓缩物物流(702)的方法，所述方法包括将第二母液物流(601)送至初级浓缩区(700)以从第二母液物流(601)中除去水，以产生初级聚合物浓缩物物流(702)和初级回收水物流(703)；其中初级浓缩区(700)包括至少一个超滤膜。在本公开内容中使用的术语“膜”或“过滤器”是指分离两种流体的薄的、膜状结构。其充当作选择性屏障，允许某些颗粒或化学物质通过，而不允许其他物质通

过。膜是材料的层，当暴露于的驱动力的作用时其用作两相之间的选择性屏障且对特定颗粒、分子或物质保持不可渗透。某些组分被允许通过膜进入渗透物流中，而其他被其截留并在滞留物流中积聚。

[0331] 膜可以用于如图8所例示的错流过滤装置中。错流过滤包括使进料液体与膜表面接触同时进料液体横跨或平行于膜表面流动。滞留物流上的进料泵和阀门形成迫使进料物流的一部分通过膜(形成渗透物)的正跨膜压力。进料物流中的不通过膜的任何组分留在后面产生滞留物流。包括电荷和疏水性的膜表面特性、膜聚合物类型和膜孔尺寸影响分离。合意的是具有足够的通过膜表面的流速以最小化由膜中或膜附近的固体收集和浓缩所引起的膜结垢速率。可用的膜的技术包括，但不限于，反渗透(RO)、纳滤(NF)、超滤(UF)和微滤(MF)。通常，纳滤(NF)是介于超滤(UF)和反渗透(RO)之间的错流过滤技术。纳滤膜通常通过截留分子量(MWCO)分级，所述截留分子量被定义为将通过膜成为渗透物的最小颗粒，其中较大颗粒的截留率(retention)大于90%。纳滤MWCO通常小于约1000原子质量单位(道尔顿)。通常，超滤(UF)是介于纳滤(NF)和微滤(MF)之间的错流过滤技术。超滤膜通常通过截留分子量(MWCO)分级。超滤MWCO典型地为约 $10^3$ -约 $10^6$ 原子质量单位(道尔顿)。

[0332] 在本发明的一个实施方案中，第二母液物流(601)被送至包括至少一个用于错流过滤中的错流膜的初级浓缩区(700)。用于初级分离区(700)中的错流膜可以是超滤膜。在超滤膜的功能选择性屏障包含至少一种聚合物。所述聚合物可以选自：聚砜(PS)、聚醚砜(PES)、聚酰胺(PA)、含氟聚合物、纤维素聚合物以及这些聚合物的共混物。第二母液物流(601)的温度可为约10°C至约70°C，约15°C至约70°C，约20°C至约70°C，约25°C至约70°C，约35°C至约70°C，约45°C至约70°C。对第二母液物流的体积流量没有限制。

[0333] 初级浓缩区(700)中的错流膜的构造可以是本领域中公知的任一种。在本发明的一个实施方案中，至少一个错流膜被容纳在至少一个螺旋膜滤芯中。多个螺旋膜滤芯可以用于初级浓缩区(700)中并且可以串联放置。

[0334] 初级回收水物流(703)包含的水的wt.%大于第二母液物流(601)中的水的wt.%。初级回收水物流(703)中的磺基聚酯的重量百分比可以为0至约1wt.%，0至约0.5wt.%，0至约0.1wt.%，0至约0.08wt.%，0至约0.05wt.%，0至约0.04wt.%，和0至约0.01wt.%。在一个实施方案中，在初级回收水物流(703)中的磺基聚酯的重量%小于0.02%。

[0335] 初级聚合物浓缩物物流(702)包含的磺基聚酯的wt.%大于第二母液物流(601)中的磺基聚酯聚合物的wt.%。渗透通量(初级回收水物流703)被定义为升/平方米过滤面积/小时。渗透流通率(permeate flux rate)(初级回收水物流703)通常随着第二母液物流(601)中的磺基聚酯浓度的增加而降低。例如，在第二母液物流(601)中的1wt%磺基聚酯和110psi平均压力下在初级浓缩区(700)中使用错流过滤，渗透流通率(初级回收水物流703)可以为约50(L/m<sup>2</sup>hr)至约370(L/m<sup>2</sup>hr)。在第二母液物流中的15wt%磺基聚酯和110psi平均压力下在初级浓缩区(700)中使用错流过滤，渗透流通率(初级回收水物流703)可以为约30(L/m<sup>2</sup>hr)至约90(L/m<sup>2</sup>hr)。在第二母液物流(601)中的30wt%磺基聚酯和110psi平均压力下在初级浓缩区(700)中使用错流过滤，渗透流通率(初级回收水物流703)可以为约16(L/m<sup>2</sup>hr)至约50(L/m<sup>2</sup>hr)。本发明的一个目的是产生包含水和浓度非常低的磺基聚酯的初级回收水物流。在本发明的一个实施方案中，在使用具有超滤膜的初级浓缩区(700)的初级回收水物流(703)中的磺基聚酯的重量百分比为约0.01wt.%至约0.08wt.%。

[0336] 初级浓缩区(700)中的错流过滤可以以间歇或连续的方式来实现。在本发明的一个实施方案中，错流过滤区包括如图9所例示的至少一个间歇操作的超滤膜。第二母液物流(601)被送至包括至少一个超滤膜的初级浓缩区(700)。初级聚合物浓缩物(702)被再循环到至初级浓缩区(700)的进料，直到达到所希望的磺基聚酯浓度。初级聚合物浓缩物(702)的磺基聚酯分子浓度增加，该分子不会穿过超滤膜进入初级回收水物流(703)中。

[0337] 在本发明的另一个实施方案中，初级浓缩区(700)中的错流过滤在连续膜过滤系统中完成，该系统包括在相对于流动路径串联的一个或多个膜单元，如图10所例示的。在本发明的一个实施方案中，各个膜单元包括至少一个超滤膜并且可以包含多个平行的超滤膜以实现为适应第二母液物流(601)的进料速率所需的期望的膜过滤面积。在另一个实施方案中，第一膜单元下游的膜单元可以包括超滤膜之外的膜。例如，用于从第二母液物流(601)产生初级聚合物浓缩物(702)的连续错流过滤单元可包括两个串联的膜单元，其中第一膜单元包括至少一个超滤膜且第二膜单元包括至少一个纳滤膜。然而，本发明的实施方案不限于两个膜单元区。可以使用多个膜单元区，并且这些膜单元区可在不同的压力下运行。

[0338] 在一个实施方案中，结垢的膜可以被再生，以使该膜被重新使用。结垢的膜被定义为对于给定的跨膜压力而言膜中的渗透通量(初级回收水物流703)相对于新膜已经下降了约5%至约10%、约5%至约15%、约8%至约20%以及约10%至约30%的膜。结垢的膜的再生可以通过本领域中已知的任何方法来实现。在本发明的一个实施方案中，再生方法包括：(1)用经处理的水冲洗结垢的膜，(2)循环与膜相容的水性洗涤剂溶液；和3)用经处理的水冲洗膜以置换水性洗涤剂溶液。

[0339] 用于洗涤结垢的膜的经处理的水(103)包括水，其中一价金属阳离子的浓度小于1000ppm，小于500ppm，小于100ppm，和小于50ppm并且二价和多价阳离子的浓度小于50ppm。在本发明的另一个实施方案中，物流中103的二价和多价阳离子的浓度小于25ppm。经处理的水可接受的源包括蒸馏水和去离子水。

[0340] 在本发明的一个实施方案中，水性洗涤剂溶液包含至少一种阴离子洗涤剂和水。水性洗涤剂溶液中的阴离子洗涤剂的浓度范围可以为约0.1wt%至约5wt%，约0.5wt%至约4wt%，约1wt%至约3wt%。通常，所使用的水为如先前所述的经处理的水。阴离子洗涤剂的一个实例是具有C<sub>10</sub>-C<sub>16</sub>烷基的烷基苯磺酸盐洗涤剂。烷基苯磺酸盐水性洗涤剂溶液的具体配方包含如表1中所示的成分。

[0341] 表1

成分	wt %
水	40-60%
(C <sub>10</sub> -C <sub>16</sub> )烷基苯磺酸钠	10-20%
醇乙氧基化物	1-5%
椰油二乙醇酰胺	1-5%
二甲苯磺酸钠	2-7%
三钾EDTA	1-5%

[0342] 水性洗涤剂溶液或可用于产生水性洗涤剂溶液的洗涤剂的商业实例包括但不限于，获自Alconox Company in White Plains, NY的Liqui-Nox<sup>®</sup>洗涤剂和Alcanox<sup>®</sup>洗涤

剂。

[0343] 用于结垢的膜的再生过程可在约20℃至约70℃或约40℃至约60℃的温度下进行。膜清洗程序的第一步包括用去离子水置换初级聚合物浓缩物物流(702)。接着,将膜的结垢表面与水性阴离子洗涤剂接触,其中停留时间足以恢复至少约80%的原始清洁膜流通率。在本发明的其他实施方案中,将膜的结垢表面与水性阴离子洗涤剂接触约2至约6小时或约3至约4小时的停留时间。

[0344] 在再生方法的一个实施方案中,结垢的膜是由包括以下步骤的方法再生:1)用经处理的水冲洗结垢的膜以置换初级聚合物浓缩物物流(702);2)在50℃下将1wt% Liqui-Nox<sup>®</sup>洗涤剂在去离子水中的溶液循环3小时,(3)用经处理的水冲洗系统来置换Liqui-Nox<sup>®</sup>洗涤剂溶液,以及(4)在50℃下将经处理的水循环1小时。在膜再生方法的另一实施方案中,Alconox<sup>®</sup>洗涤剂是替代Liqui-Nox<sup>®</sup>洗涤剂的清洁剂。

[0345] 膜再生的频率是通过在初级浓缩区(700)的操作期间渗透流通率(初级回收水流703)随着时间推移的下降来确定,但通常是约12小时至约24小时,约12小时至约48小时,约12小时至约72小时,以及约12小时至约100小时。在本发明的一个实施方案中,聚合物浓缩物物流702可以被送至二次浓缩区900,以产生包含水分散性磺基聚酯的熔融的聚合物物流903以及包含水的蒸气物流902,其中聚合物的重量%为约95%至约100%。在一个实施方案中,903包含水分散性磺基聚酯。适合于二次浓缩区900的设备包括本领域中已知的能够进给水分散性聚合物的水性分散体并产生95%-100%水分散性聚合物流903的任何设备。该实施方案包括将水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体进给至二次浓缩区902。进料物流的温度通常低于100℃。

[0346] 在一个实施方案中,二次浓缩区900包括至少一个以含有旋转传送螺杆的夹套管壳为特征的装置,其中用传热流体或蒸汽加热该传送螺杆,并包括传送和高剪切混合元件。将该夹套或壳放气以便蒸气逸出。可以将壳夹套分区以沿该装置的长度设定不同的温度设定点。在连续运行过程中,初级聚合物浓缩物物流702包含水和水分散性磺基聚酯并连续进给至二次浓缩区900。在该装置内,在稳态过程中,物料以至少三种明显且不同的形式存在。物料首先作为水分散性磺基聚酯聚合物的水性分散体存在于该装置内。随着磺基聚酯聚合物的水性分散体经过该装置,由于夹套和内部螺杆的热,水蒸发。当足够的水蒸发时,该物料变成包含在比该磺基聚酯聚合物的熔融温度低的温度下的粘性塞的第二形式。水性分散体无法流过这一粘性塞并局限于该装置的第一水性分散体区域。由于夹套的热、内加热螺杆的热和归因于这种高粘性塞物料的混合剪切力的热,这一位置存在的基本所有的水蒸发且温度升高直至达到磺基聚酯的熔融温度,以产生该装置中的物料的第三种和最后一种物理形式,其包含熔融磺基聚酯聚合物。该熔融磺基聚酯聚合物随后经挤出模头离开该装置并通常被冷却和通过本领域中已知的任何方式切割成丸粒。要理解的是,用于上述二次浓缩区900的装置也可以以间歇方式运行,其中在该装置的整个长度内但在不同时间以相继次序出现上述三种物料物理形式,以水性分散体开始、接着粘性塞物料,最后磺基聚酯熔体。

[0347] 在一个实施方案中,可以将二次浓缩区900中生成的蒸气冷凝并送至热交换器区800,丢弃和/或送往洗涤物流103。在另一实施方案中,可以将包含水蒸气的冷凝蒸气物流902送往热交换器区800以提供生成物流801需要的温度所需的至少一部分能量。包含在熔

体相中的含磺基聚酯的水分散性聚合物的熔融聚合物流903可以冷却并通过本领域中已知的任何方法切碎成丸粒。

[0348] 杂质可进入该方法并浓缩在回收和再循环的水中。可以利用一个或多个净化物流(603和701)将第二母液601和初级回收水物流701中的杂质浓度控制在可接受的水平。在一个实施方案中,可以从该方法中分离并净化一部分第二母液物流601。在一个实施方案中,可以从该方法中分离并净化一部分初级回收水物流701。

[0349] 通过下列实施例进一步例示本发明。

## 实施例

[0350] 所有实验均使用表2中所示的市售膜和来自Alfa Laval的M20错流膜单元完成。M20错流单元同时允许多个平板膜的筛选。使用蒸馏水在实验室中制备具有15wt%固体和30wt%固体的磺基聚酯分散体。1wt%磺基聚酯分散体通过稀释较高固体分散体制备。将Lauda E630循环浴连接到热交换器以在实验过程中保持温度。

[0351] 表2:Alfa Laval膜评估

膜	MWCO <sup>1</sup>	描述
ETNA01PP	1000	含氟聚合物(疏水性的)
GR95PP	2000	聚醚砜(亲水性的)
UFX5pHT	5000	聚砜(亲水性的)
GR81PP	10000	聚醚砜(亲水性的)
ETNA10PP	10000	含氟聚合物(疏水性的)
UFX10pHT	10000	聚砜(亲水性的)
GR61PP	20000	聚砜(亲水性的)
GR51PP	50000	聚砜(亲水性的)
NF99HF	400	聚酰胺(疏水性的)

<sup>1</sup>截留分子量。

[0352] 以下程序用在所有的实施例中。将来自每种类型的一组平板膜安装在M20中,每个实验产生2-4个膜组的组。每组膜的面积为0.035m<sup>2</sup>。在使用前在40℃下用去离子水将新膜冲洗约1小时。对于每组膜而言,采用去离子水测量通量与压力的相对关系。通量是表示为L/m<sup>2</sup>\*hr的速率/单位面积的量度。所有速率实验在约40℃下实施。对于大多数的实验而言泵速率保持在11L/min,数量有限的实验在18L/min下实施。使用1wt%、15wt%和30wt%磺基聚酯分散体测量渗透通量与压力的相对关系。

[0353] 一旦完成速率实验,则进行确定磺基聚酯分散体浓度对结垢速率的影响的研究。如下进行结垢实验:1)将已知浓度的磺基聚酯分散体加入到进料容器,2)设定实验条件(泵速率、压力和温度),以及3) M20错流膜单元全循环运行(渗透物和滞留物返回到进料容器)。周期性地,测量和记录每个膜的渗透速率。实验的持续时间为24-96小时。一旦完成每个实验,将进料容器排干,完成清洗循环以除去污垢,并测量水通量来评估清洗程序。对于采用错流过滤过程的许多方法而言,在循环后恢复性能循环的清洗方法是合意的。制造商建议采用弱苛性碱来清洗膜,因此使用0.1M氢氧化钠完成最初的研究;然而,随后的研究考察由Alconox Company in New York制造的Alconox<sup>®</sup>和Liqui-Nox<sup>®</sup>洗涤剂。通常,制造商建

议基于每天的清洗,这导致增加的系统的停机时间,因此,完成实验以考察为保持性能从而产生初级聚合物浓缩物所需的清洗频率。

[0354] 实施例1:在进料物流(第二母液物流601)中1wt%磺基聚酯下的渗透通量(初级回收水物流703)

采用1wt%磺基聚酯分散体针对前面列出的每个膜确定通量。数据在图11中示出。所有被测试的膜是新鲜的且未使用的。清楚地看到超滤膜影响渗透物的所需分离。超滤膜中的五个膜在较低的压力下表现出比对照NF99HF纳滤膜更高的通量。

[0355] 实施例2:在进料物流(第二母液物流601)中15wt%磺基聚酯下的渗透通量(初级回收水物流703)

采用15wt%磺基聚酯针对前面列出的每个膜确定通量。数据在图12中示出。清楚地看到超滤膜影响渗透物的所需分离。超滤膜中的五个膜在较低的压力下表现出比对照NF99HF纳滤膜更高的通量。

[0356] 实施例3:在进料物流(第二母液物流601)中30wt%磺基聚酯下的渗透通量(初级回收水物流703)

采用30wt%磺基聚酯针对前面列出的每个膜确定渗透通量。数据在图13中示出。清楚地看到超滤膜可以影响渗透物的所需分离。超滤膜中的两个膜在较低的压力下表现出比NF99HF纳滤膜更高的通量。

为了实现与实施例1-实施例3中呈现的数据的对比,用于此实验的平均压力为约80 psi。效果是显著的,其中在较高的流量下通量增加了50%或更高(图14)。

[0357] 实施例4:膜结垢速率的测定

使用基于通量性能选择的四种膜:GR51PP、GR61PP、ETNA10PP和NF99HF进行广泛的结垢研究。对于该组膜而言,使用20wt%和30wt%磺基聚酯分散体完成多个结垢循环。在结垢循环之间,进行清洗循环,并将水通量与新膜的结果进行比较。如果水通量不在新膜的水流通率的80-100%的范围内,则重复清洗步骤。注意,结垢循环在20wt%和30wt%磺基聚酯浓度下进行。所有实验均在恒定的流量(1L/min)、温度(40°C)和平均压力(40psi)下进行。

[0358] 在被测试的膜组中,在通量和结垢速率两方面的性能非常相似。在磺基聚酯分散体(第二母液物流(601))的20wt%磺基聚酯浓度下,在96小时的运行时间之后通量下降约20%。在磺基聚酯分散体(第二母液物流(601))的30%的磺基聚酯浓度下,在48小时的运行时间之后通量下降约20%。

[0359] 实验5:结垢的膜的再生

在初始的膜筛选实验的过程中,评估了三种洗涤剂:0.1M氢氧化钠、获自Alconox Company in New York的0.1%Alconox®洗涤剂和也获自Alconox Company in New York的0.1%Liqui-Nox®洗涤剂。0.1M氢氧化钠是Alfa Laval推荐的标准膜洗涤试剂。除了洗涤剂之外,评估了温度和冲洗时间。再生或清洗实验开始于蒸馏水冲洗,随后是洗涤剂的循环,然后是最终的去离子水冲洗以除去洗涤剂。评估高达70°C的温度;然而,由于可能的膜损害的证据,将清洗温度设定为50°C。在初步的实验后,Liqui-Nox®被选为洗涤剂。遵循采用0.1M氢氧化钠的实验的膜的考察揭示被认为包含磺基聚酯的沉淀物质的存在。这可以是一个负面结果,因为固体可以积聚且不可逆地污染膜。确定标准供应商推荐的洗涤剂对于清洗用于浓缩磺基聚酯分散体的结垢的膜而言是不可接受的。使用用于这种应用的Liqui-

Nox<sup>®</sup>洗涤剂的稀释溶液,因为它表现良好,并且相比于Alconox<sup>®</sup>洗涤剂更容易在水中稀释。图8-11示出了在结垢研究的过程中进行再生实验的结果。按照每个结垢/清洗循环,确定水通量与压力的相对关系来评估再生程序的有效性。在被测试的膜组中,在通量和结垢速度两个方面中的性能非常相似。在20wt%磺基聚酯浓度下,在96小时的运行时间之后通量下降约20%。在30wt%磺基聚酯浓度下,在48小时的运行时间之后通量下降约20%。针对0.105平方米的膜面积的清洗,以(L/min)记录与膜表面接触的图7中的清洗溶液的体积流量。

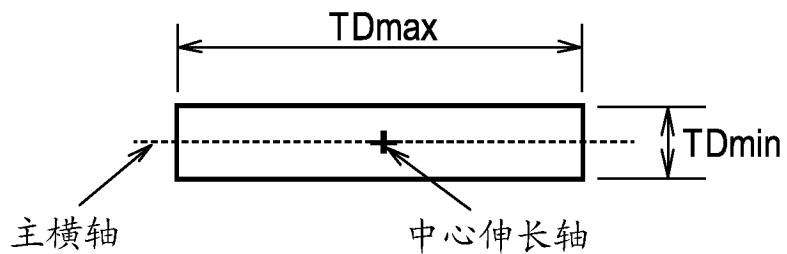


图 1a

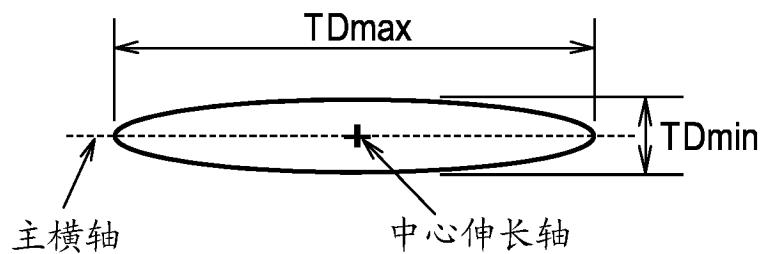


图 1b

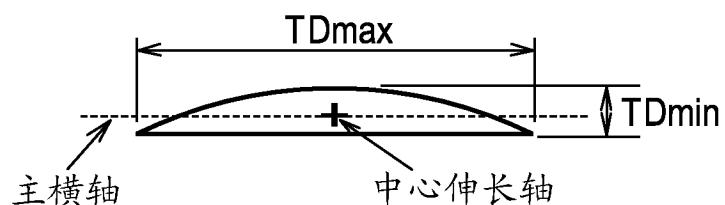


图 1c

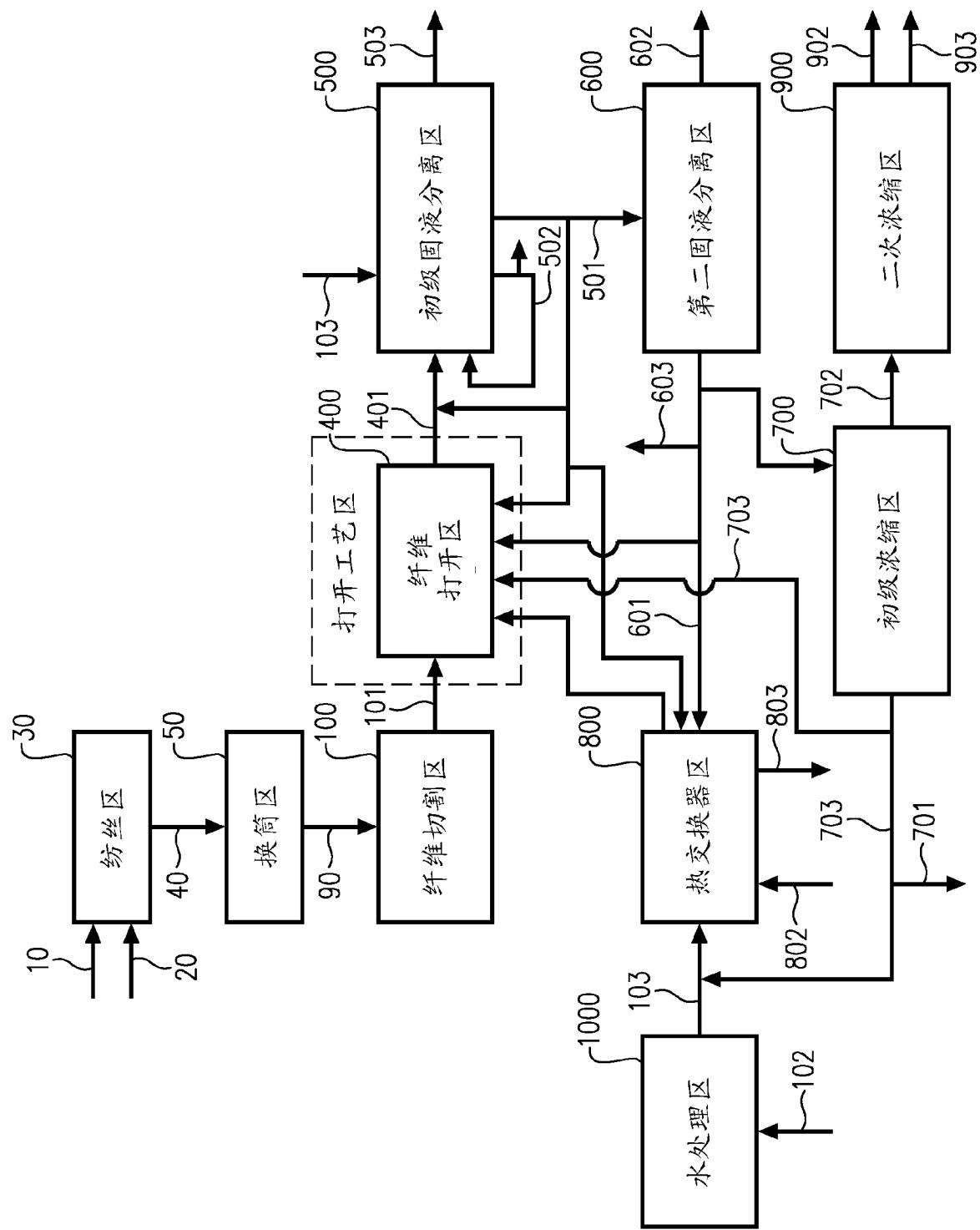


图 2

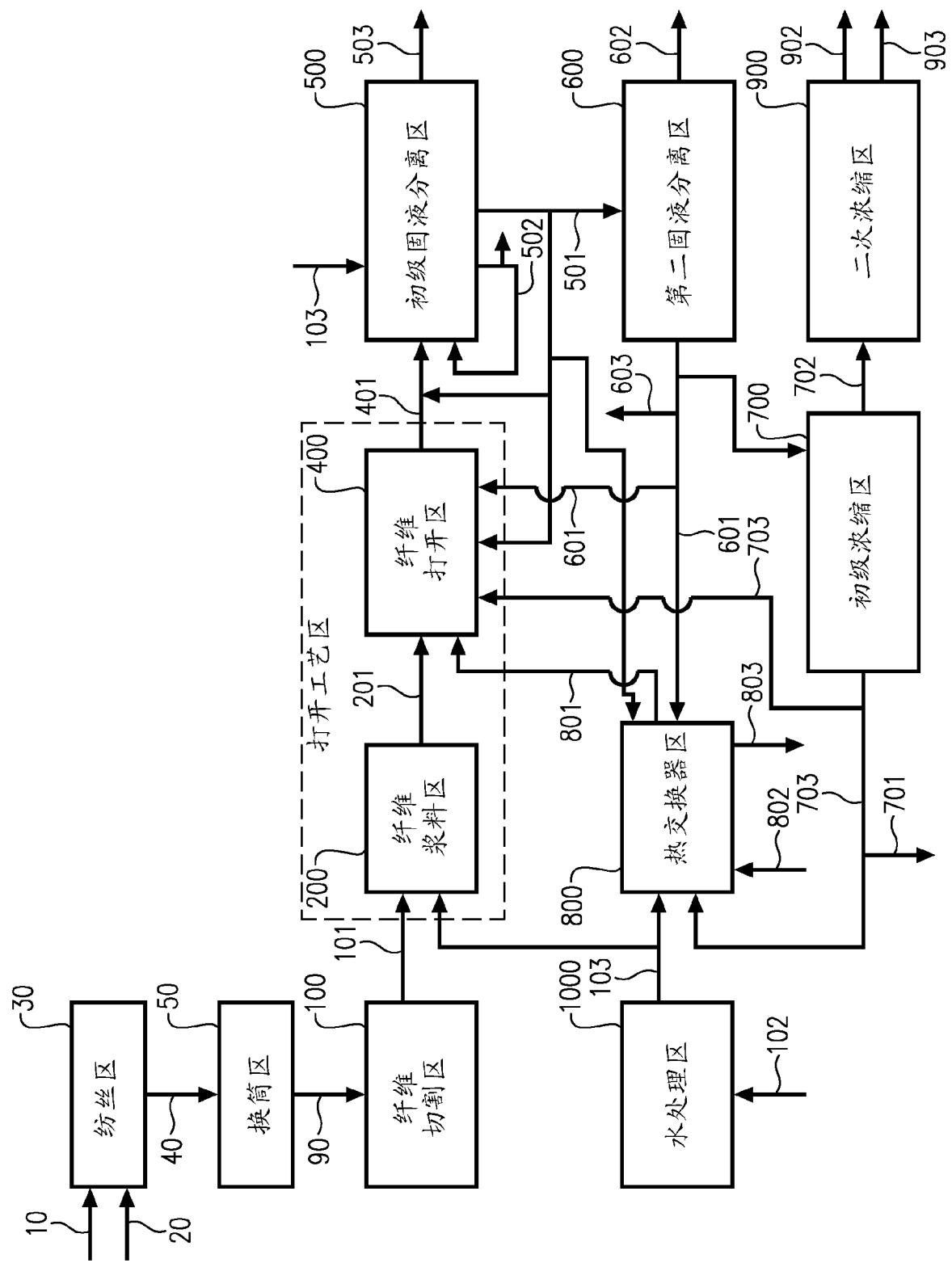


图 3a

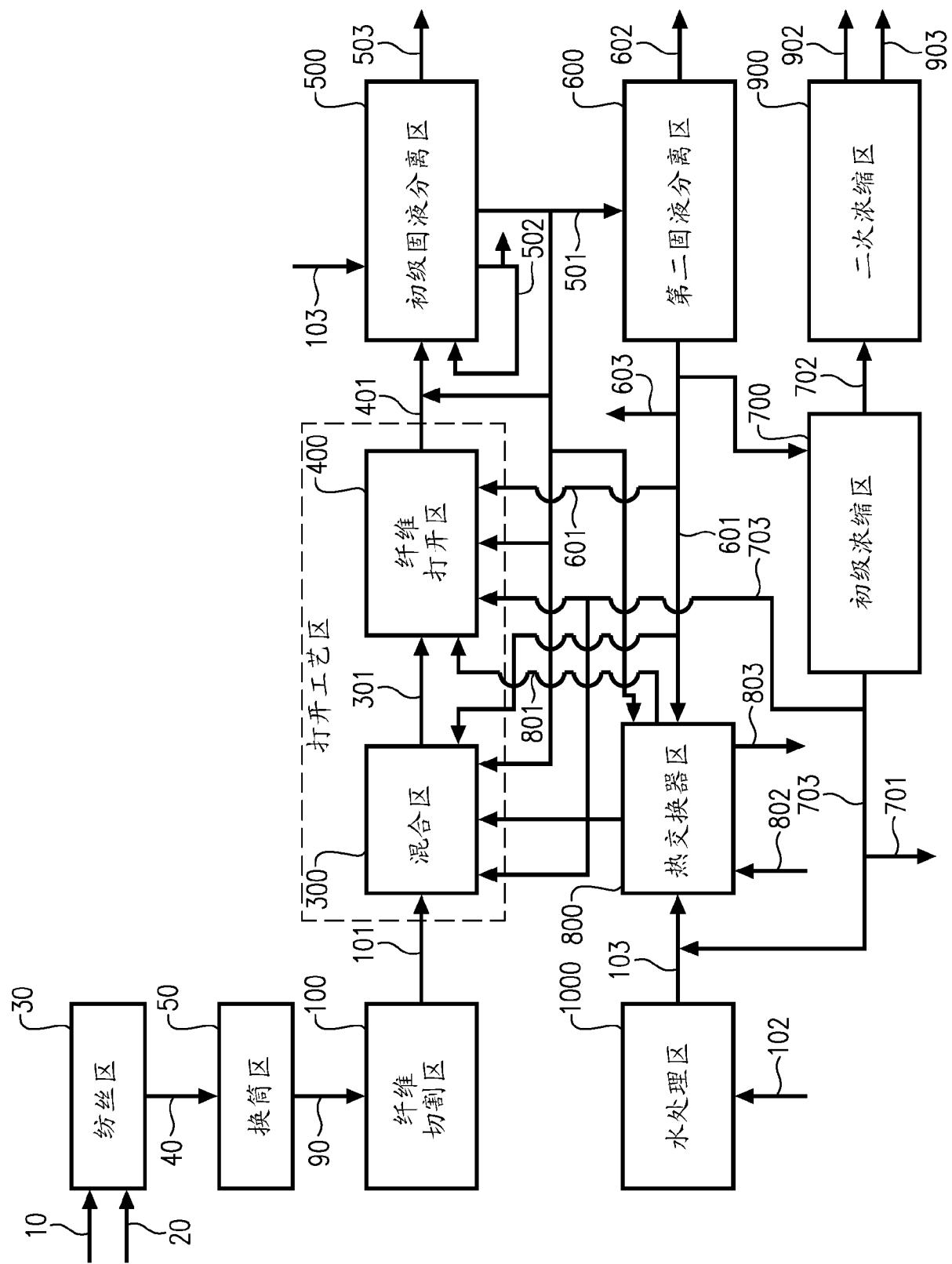


图 3b

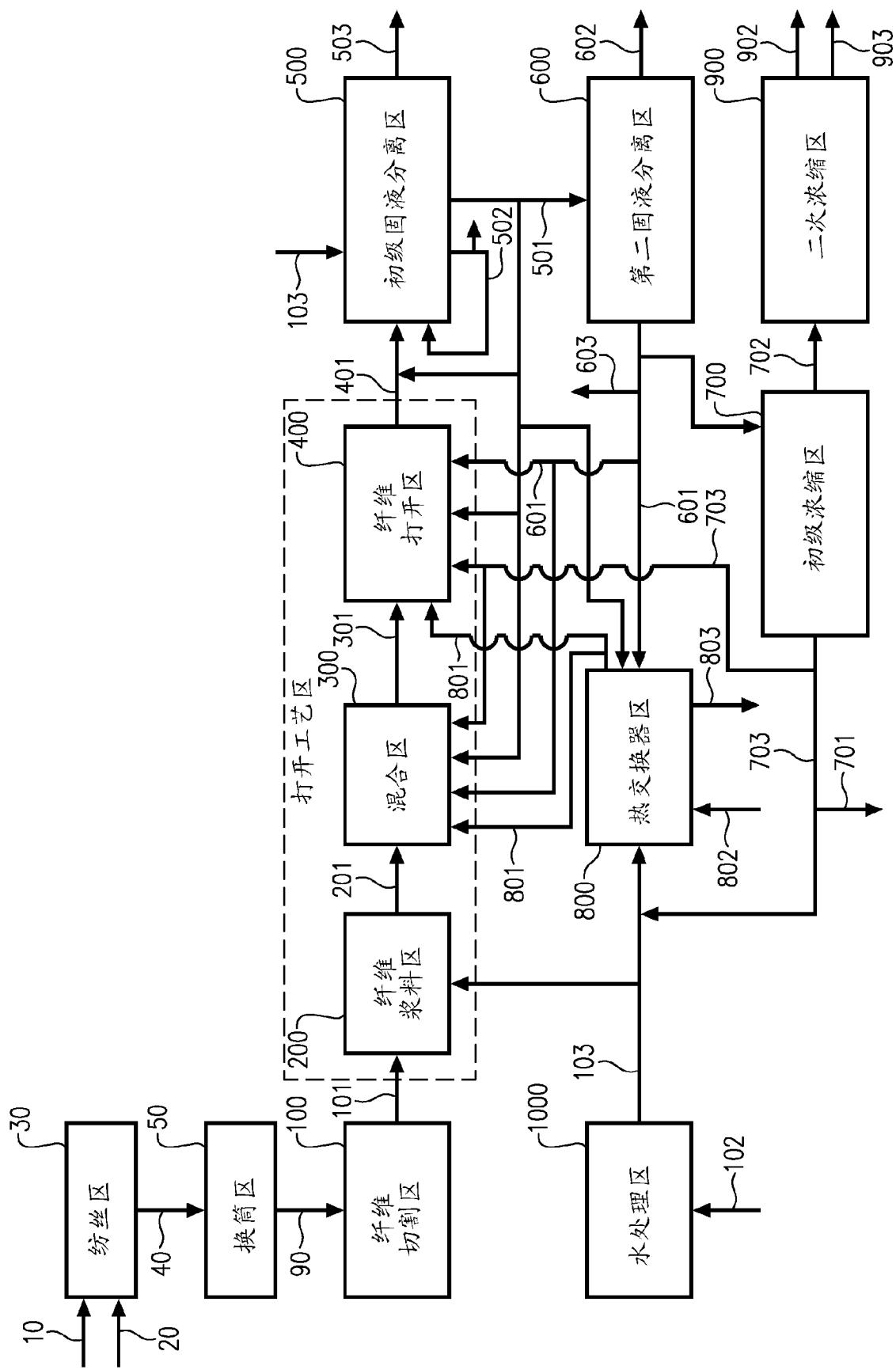


图 4

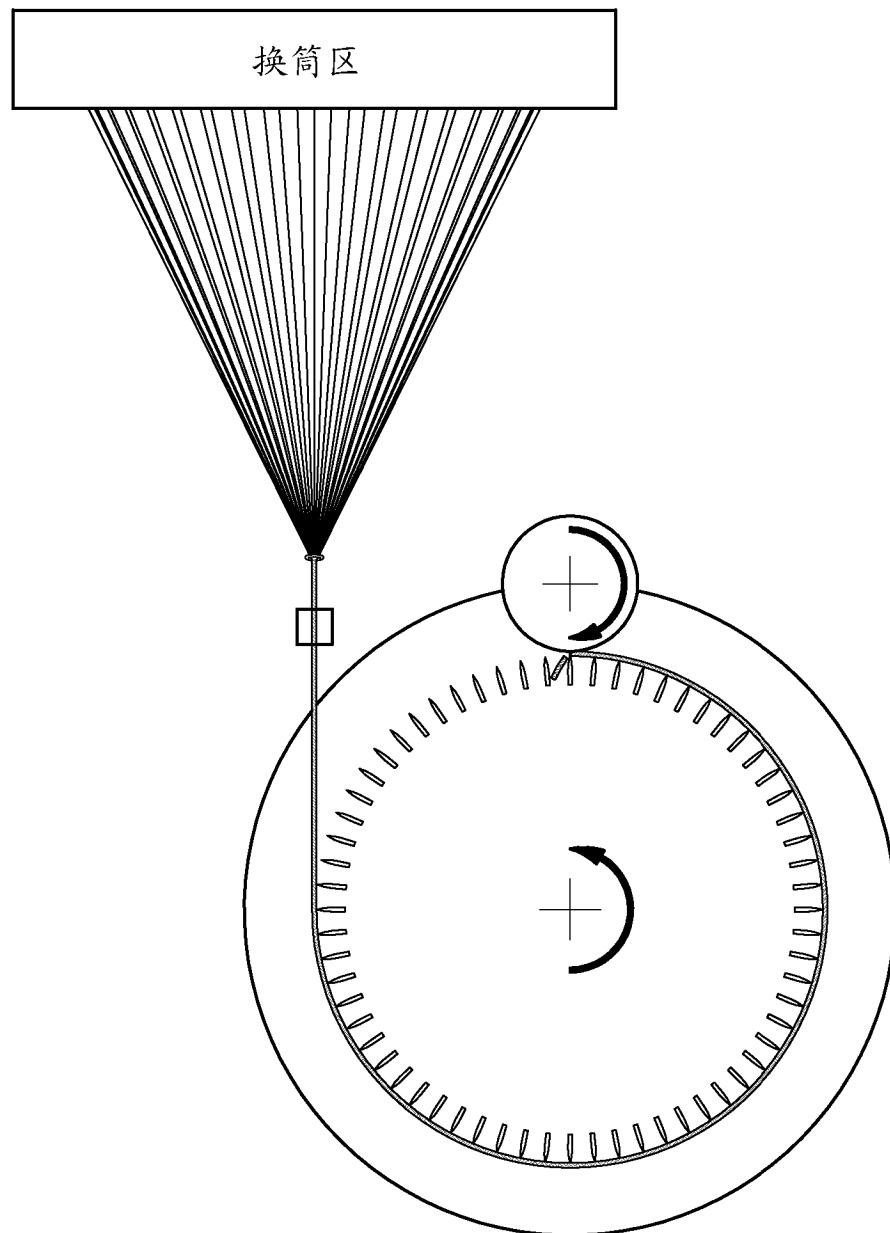


图 5

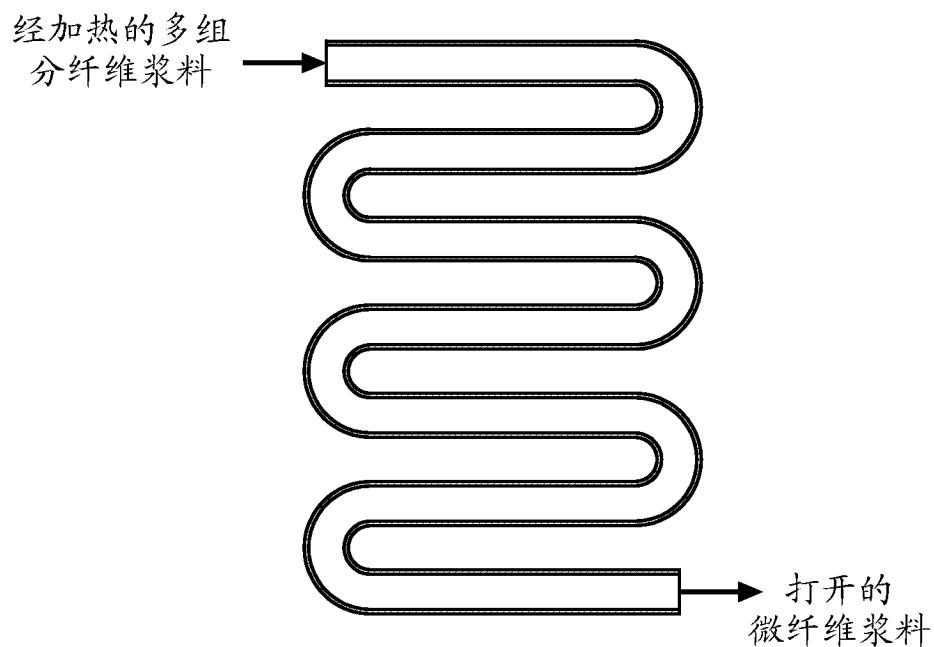


图 6a

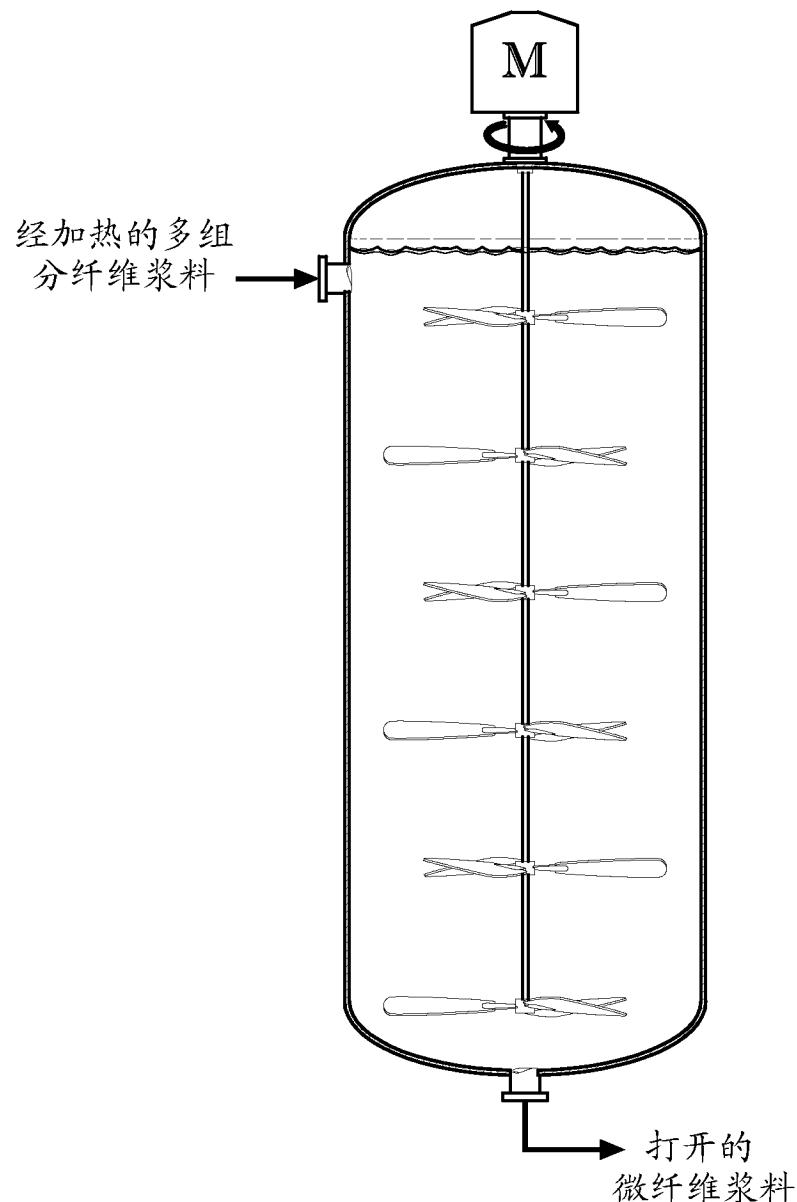


图 6b

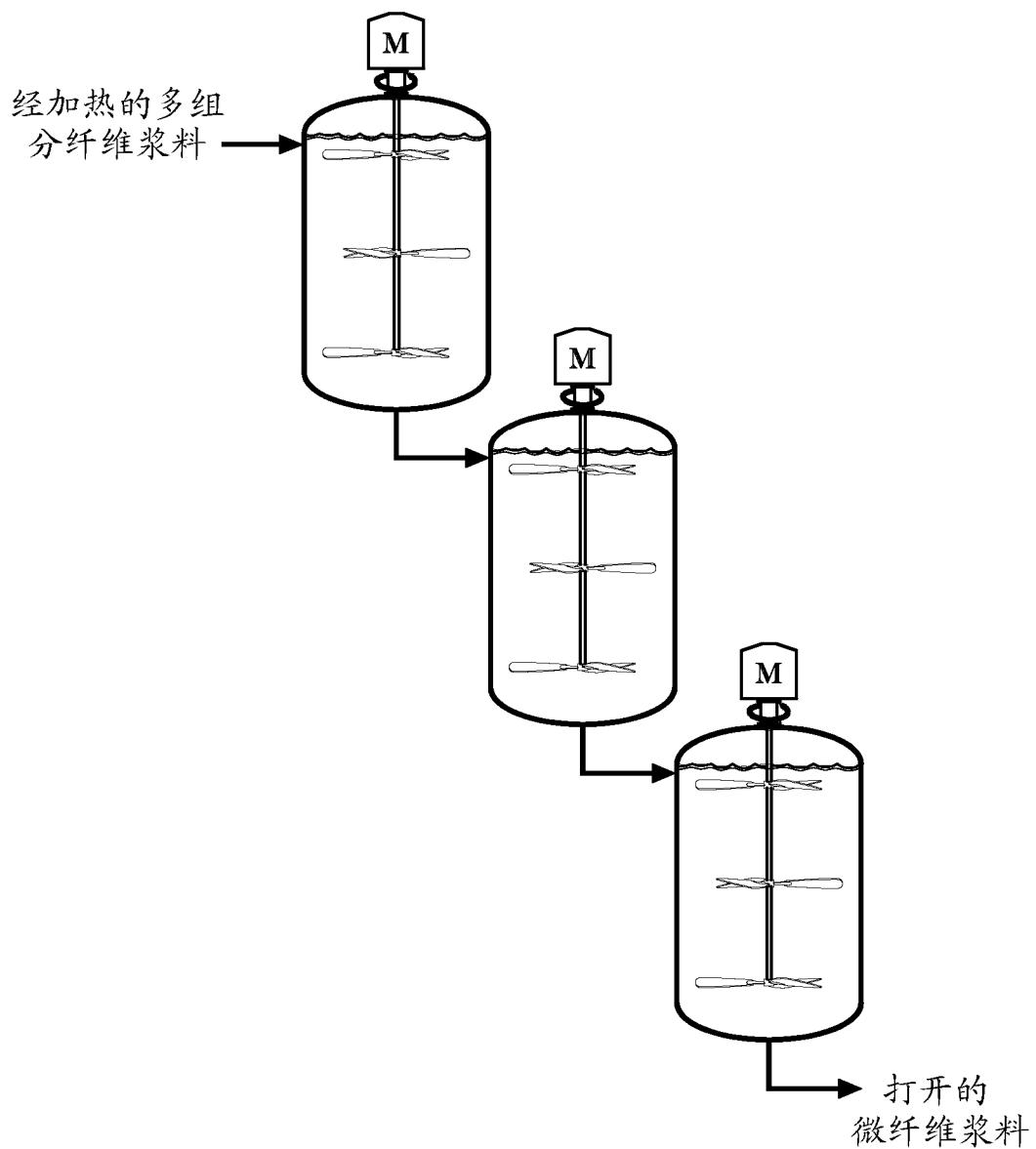


图 6c

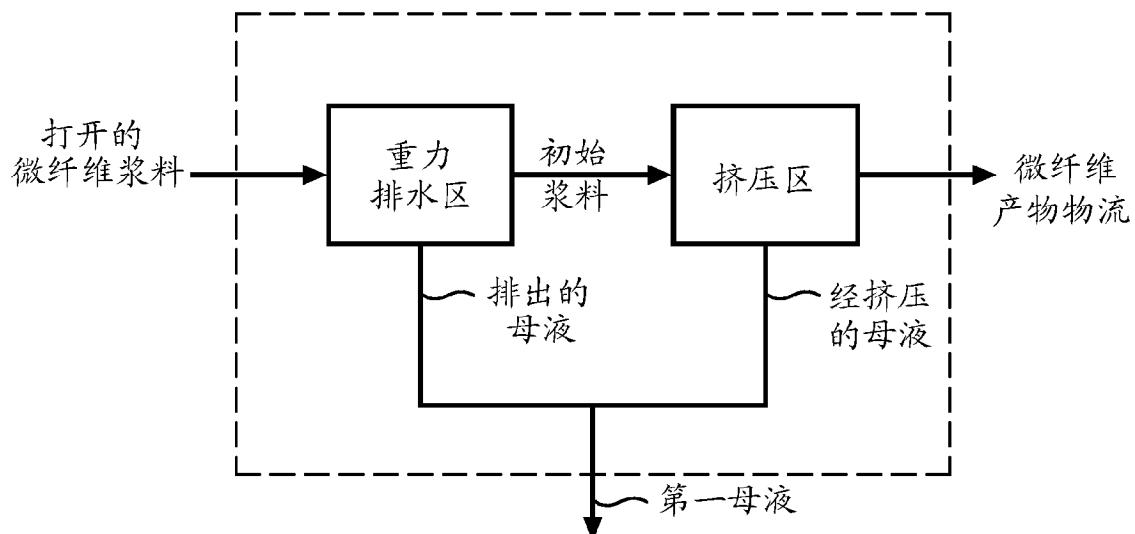


图 7a

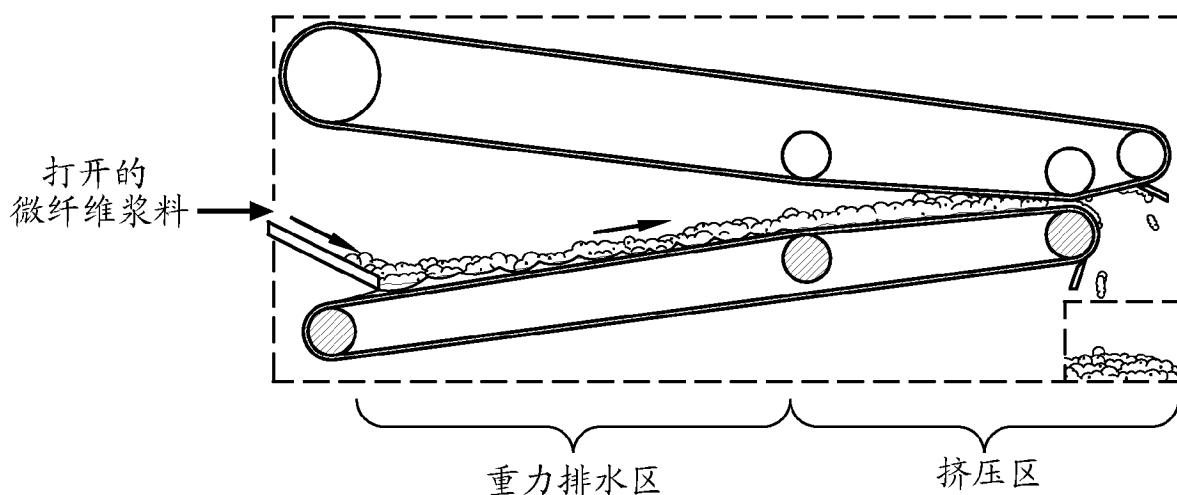


图 7b

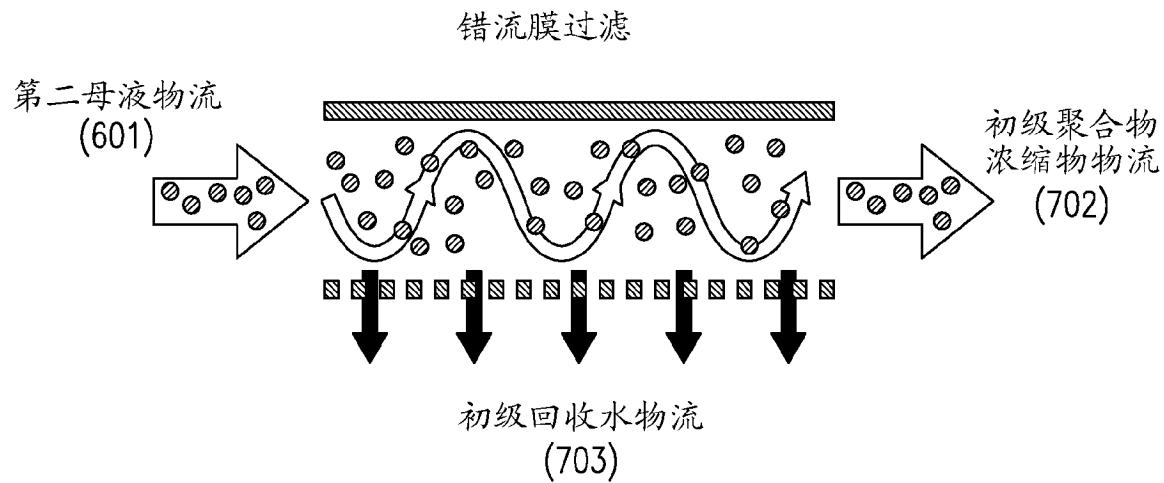


图 8

## 间歇错流过滤

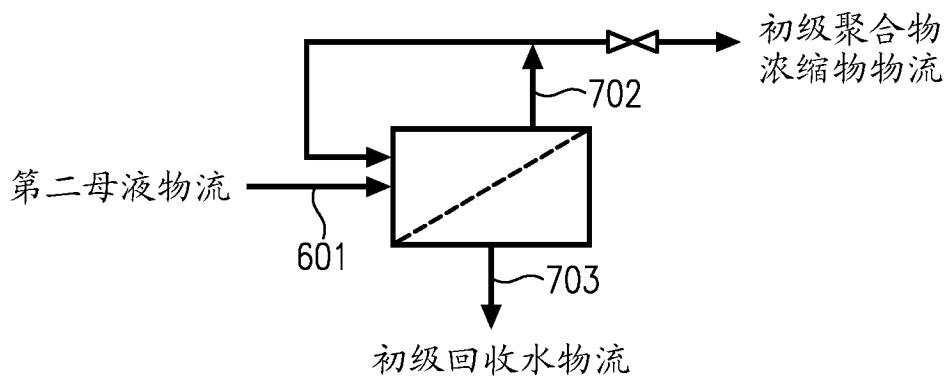


图 9

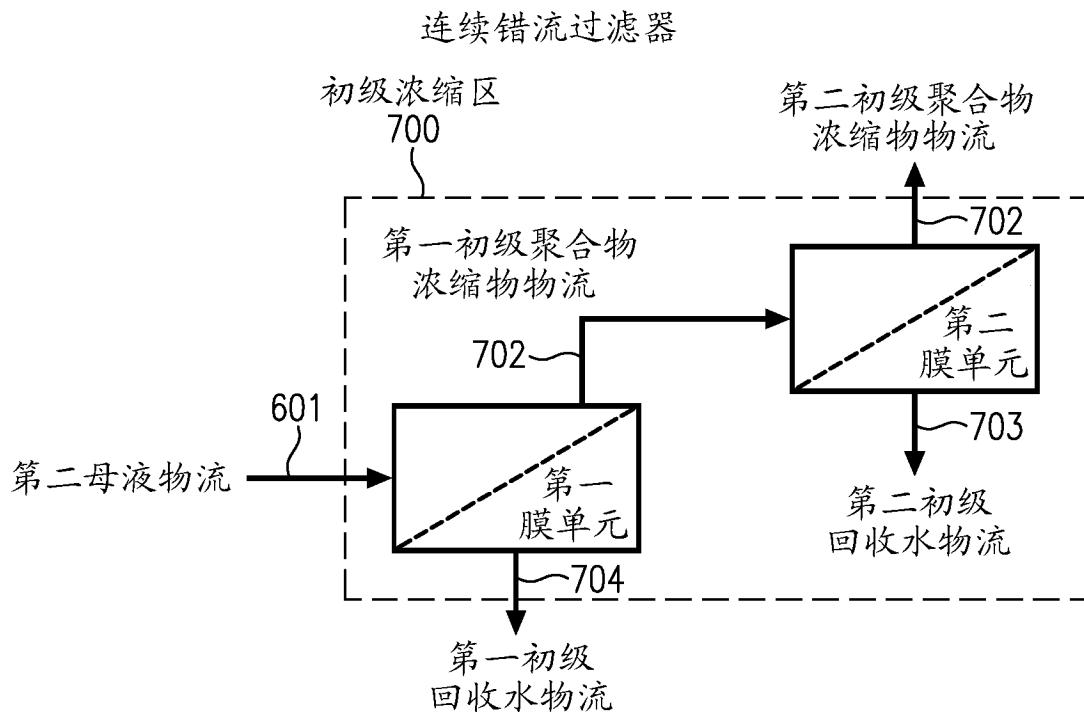


图 10

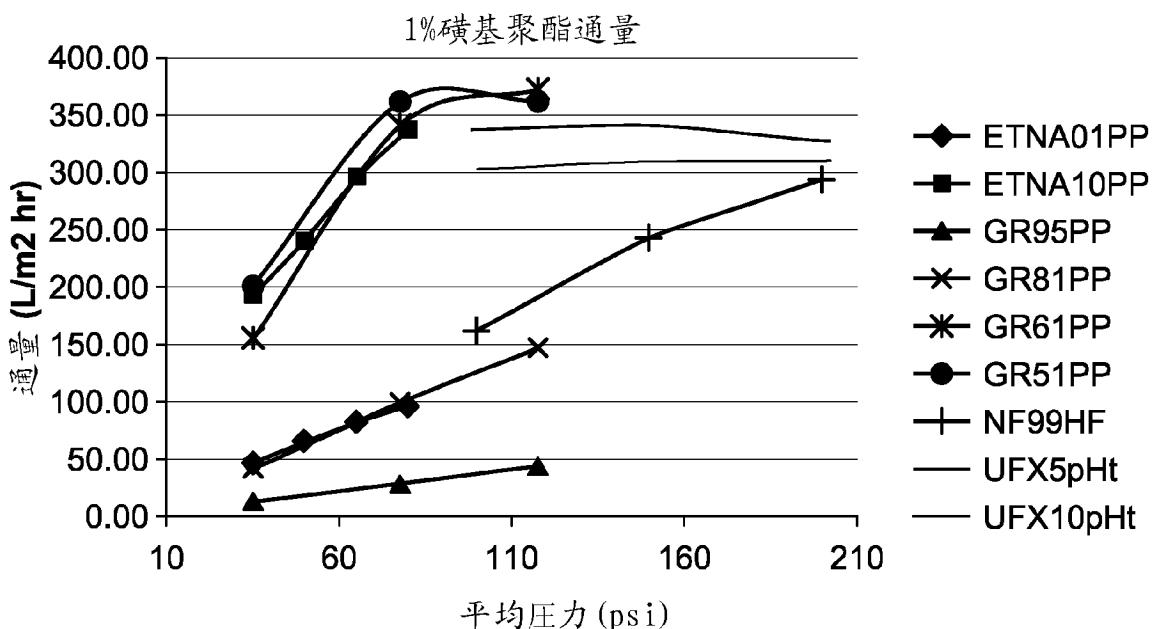


图 11

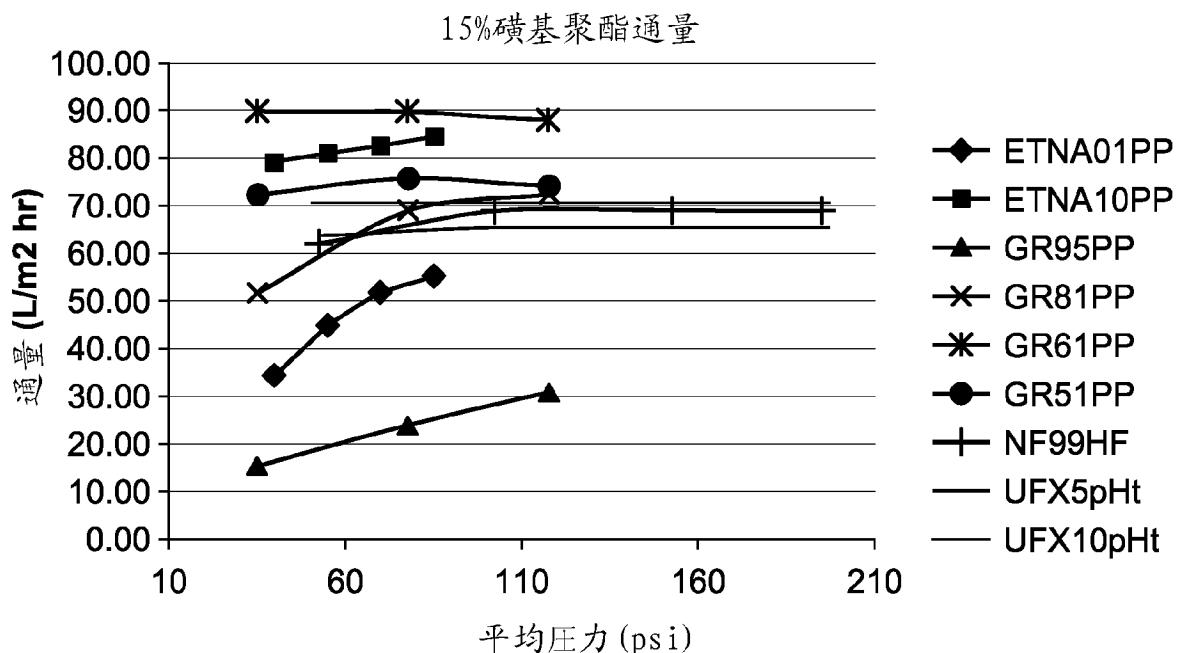


图 12

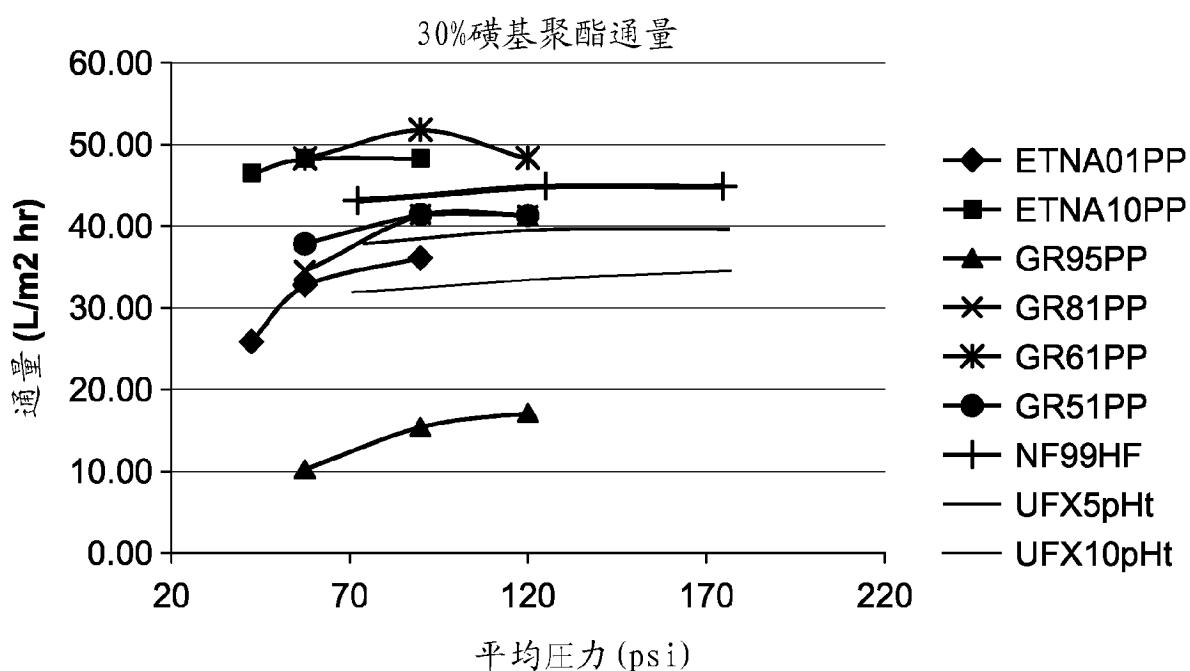


图 13

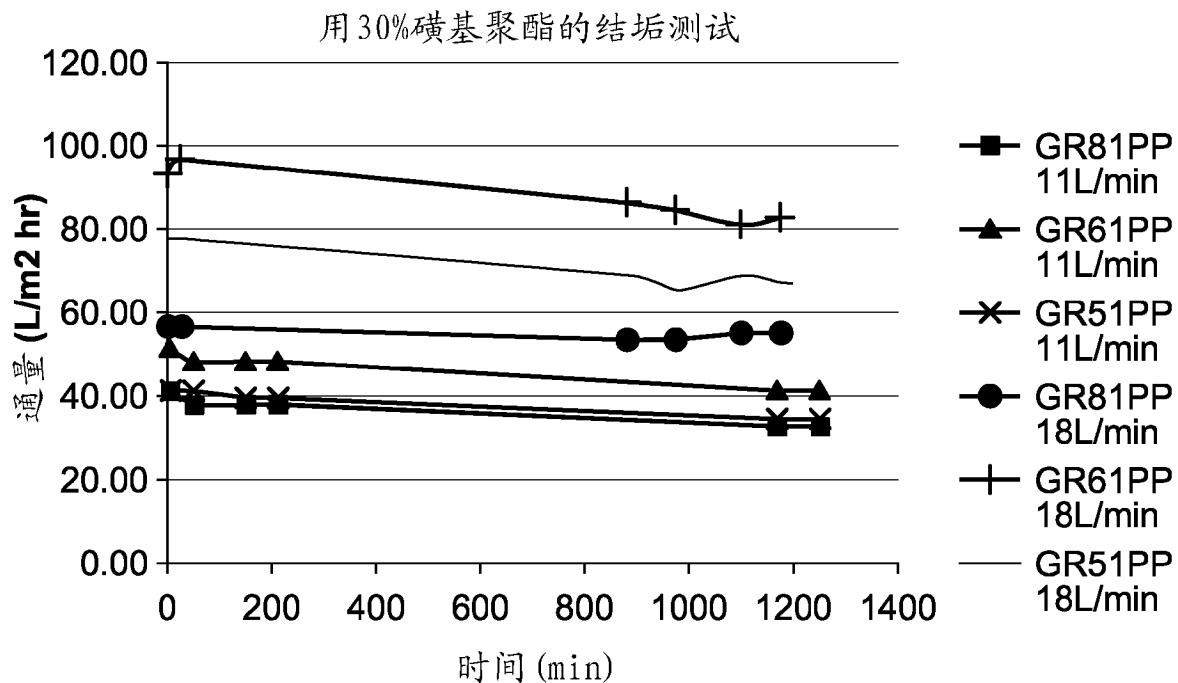


图 14

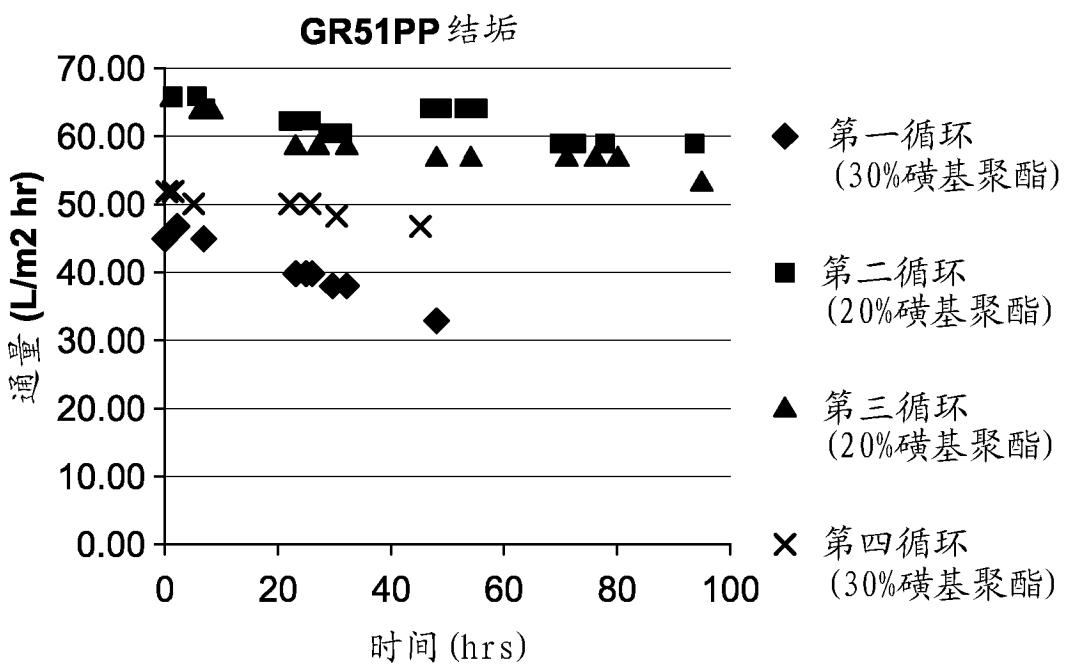


图 15

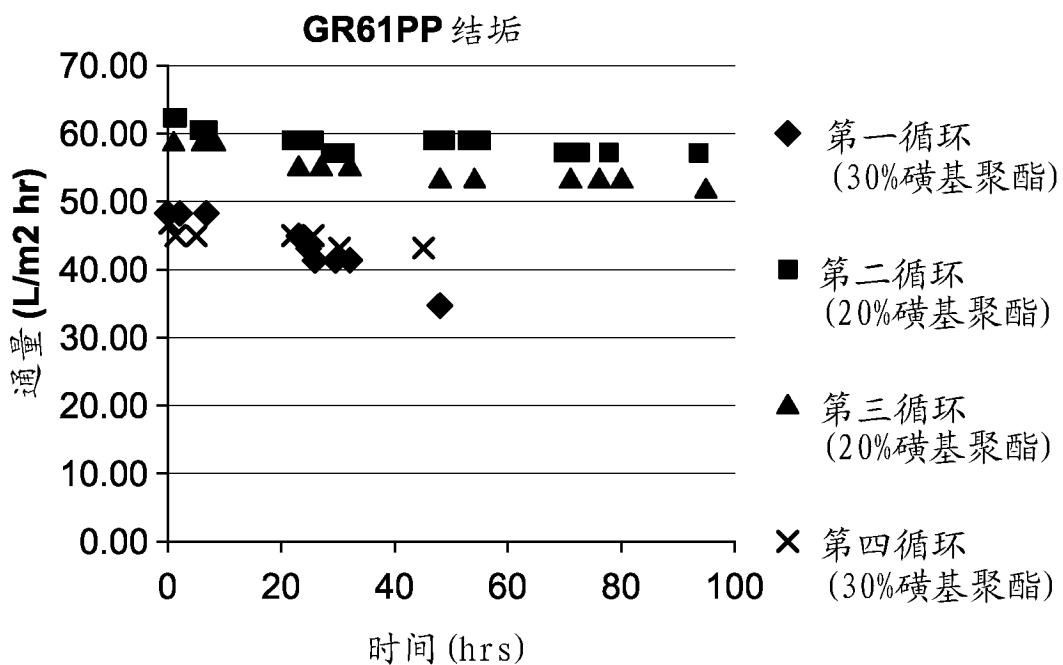


图 16

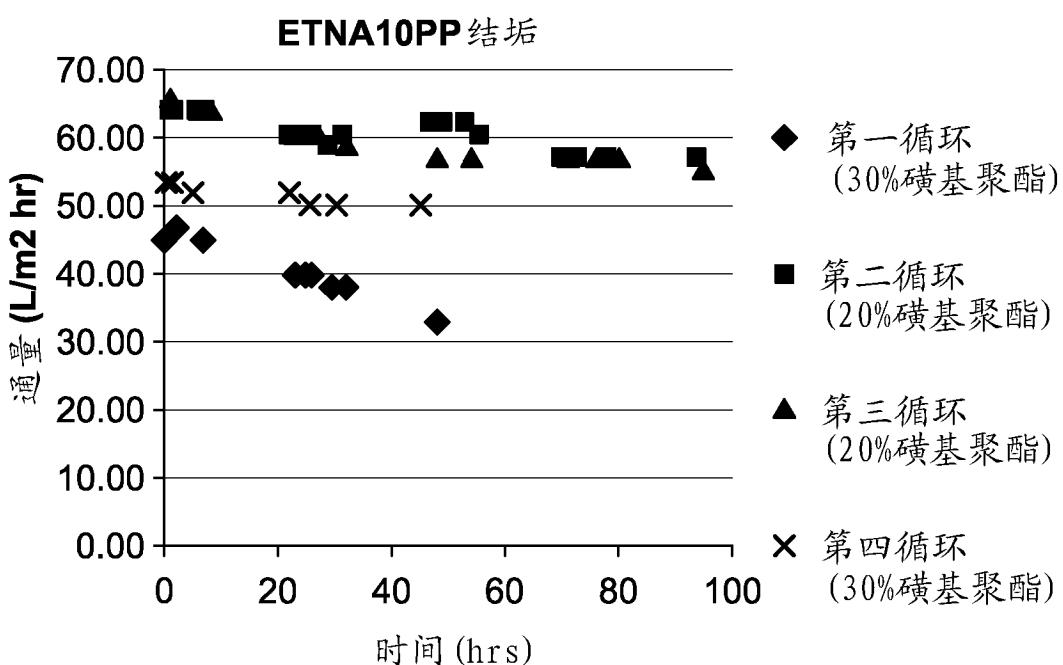


图 17

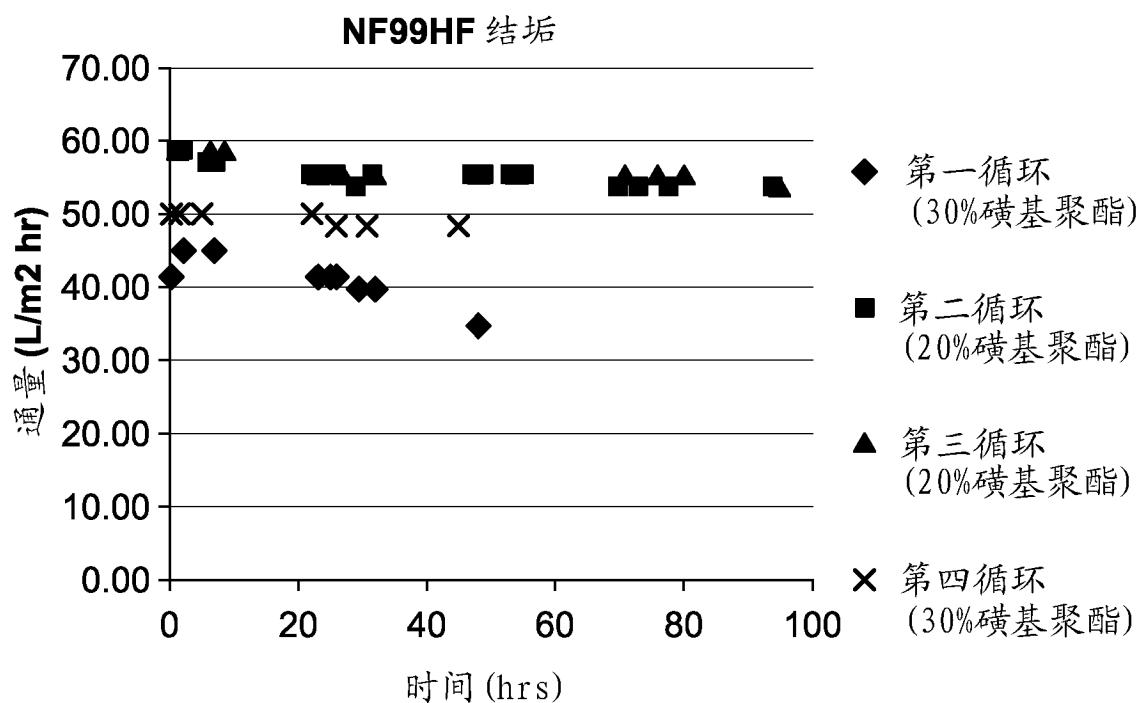


图 18