

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

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

D21H 23/72

D21H 25/08 //D21H21: 22

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00808499.8

[43] 公开日 2002 年 6 月 12 日

[11] 公开号 CN 1353785A

[22] 申请日 2000.5.2 [21] 申请号 00808499.8

[30] 优先权

[32] 1999.5.5 [33] US [31] 09/305,765

[86] 国际申请 PCT/US00/11831 2000.5.2

[87] 国际公布 WO00/68503 英 2000.11.16

[85] 进入国家阶段日期 2001.12.11

[71] 申请人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州辛辛那提

[72] 发明人 乔纳森·A·菲克

肯尼思·D·文森

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

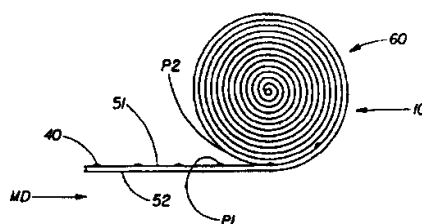
代理人 封新琴 巫肖南

权利要求书 2 页 说明书 57 页 附图页数 4 页

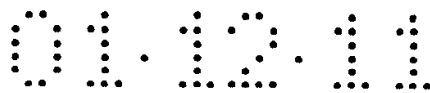
[54] 发明名称 将化学造纸添加剂施用到纸幅基质上的方法和装置

[57] 摘要

公开了将化学添加剂如柔软剂施用到纤维幅上的方法,包括下列步骤:提供具有第一面和与第一面相对的第二面的纤维幅;提供化学添加剂;将化学添加剂仅沉积在纤维幅的第一面上;使纤维幅的第一面与纤维幅的第二面接触,从而将化学添加剂从纤维幅的第一面部分传递到第二面,使得纤维幅的第一面与第二面均包含功能足够量的化学添加剂。优选,使纤维幅的两面相接触的步骤包含将纸幅卷至卷筒上。



ISSN 1008-4274



## 权 利 要 求 书

1. 一种将化学添加剂施用到纤维幅上的方法，该方法包括下列步骤：
- (a) 提供具有第一面和与第一面相对的第二面的纤维幅；
- 5 (b) 提供化学添加剂；
- (c) 将化学添加剂仅沉积在纤维幅的第一面上，优选通过挤压涂布、喷涂、印刷涂布或其任意组合而沉积；
- (d) 使纤维幅的第一面与纤维幅的第二面接触，从而将化学添加剂从纤维幅的第一面部分地传递到第二面，使得纤维幅的第一面与第二面均包含
- 10 功能足够量的化学添加剂。
2. 权利要求 1 的方法，其中步骤(d)包含将化学添加剂从纤维幅的第一面上的第一位置转移到纤维幅的第二面上的第二位置，第二位置相对于纸幅平面偏离第一位置，优选是在机器方向。
3. 权利要求 2 的方法，还包含在机器方向连续移动纤维幅的步骤，其中
- 15 步骤(d)包含将纤维幅连续卷至卷轴上。
4. 权利要求 3 的方法，其中在步骤(d)中，从纤维幅的第一面传递到纤维幅的第二面的化学添加剂的量为使得第二面上的化学添加剂的表面浓度 SC2 与第一面上的化学添加剂的表面浓度 SC1 的比例 R 为至少 1:4、优选至少 1:2、更优选约 1:1 的量。
- 20 5. 权利要求 1 的方法，其中在步骤(b)中，化学添加剂选自柔软剂、乳液、润肤剂、润肤露、外用药物、皂、抗微生物剂和抗菌剂、滋润剂、涂料、油墨和染料、强度添加剂、吸收添加剂、粘结剂、遮光剂、填料及其组合，优选化学添加剂是选自润滑剂、增塑剂、阳离子剥离剂、非阳离子剥离剂及其混合物的化学柔软剂。
- 25 6. 权利要求 5 的方法，其中，在步骤(d)中，功能足够量的化学添加剂至少是 20 磅/吨，优选至少是 50 磅/吨，更优选至少是 90 磅/吨。
7. 权利要求 1 的方法，还包含将纸幅的第一面上沉积的化学添加剂保持在可传递条件下的步骤，所述步骤优选包含提供开放时间与滴吸收时间的比例小于约 3.0、更优选小于约 1.0、最优选小于约 0.5。
- 30 8. 一种将化学添加剂施用到纤维幅上的方法，该方法包含下列步骤：
- (a) 提供具有第一面和与第一面相对的第二面的纤维幅；

(b) 提供选自润滑剂、增塑剂、阳离子剥离剂、非阳离子剥离剂及其混合物的柔软组合物;

5 (c) 将柔软组合物以至少 0.05 克柔软组合物/平方米纸幅的量仅沉积在纤维幅的第一面上, 优选将柔软组合物非压缩地沉积在纤维幅的第一面的第一区上;

(d) 将纤维幅的第一面上沉积的柔软组合物保持在可传递条件下;

10 (e) 连续地将纤维幅卷至卷轴上, 以使纤维幅的第一面与纤维幅的第二面接触, 从而将沉积在第一面上的柔软组合物从纤维幅的第一面部分地传递到纤维幅的第二面上, 其中从纤维幅的第一面部分传递到纤维幅的第二面上的柔软组合物的量为使得第二面上的化学添加剂的表面浓度与第一面上的化学添加剂的表面浓度的比例至少为 1:4 的量。

9. 权利要求 8 的方法, 其中在步骤(a)中, 纤维幅的第一面优选包含第一区和第二区, 第一区相对于第二区隆起, 更优选纤维幅包含图案致密的结构, 第一区具有第一密度, 第二区具有不同于第一密度的第二密度。

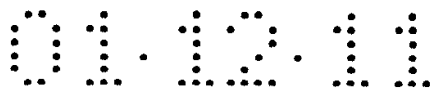
15 10. 一种柔软薄页纸产品, 包含施用于表面的柔软组合物, 该产品通过包括下列步骤的方法制备:

(a) 提供具有第一面和第二面的薄页纸幅, 优选包含图案致密的结构, 更优选薄页纸幅的至少第一面包含第一区和第二区, 第一区相对于第二区隆起;

20 (b) 提供化学柔软组合物;

(c) 将化学柔软组合物施用到纤维幅的第一面上;

(d) 将纸幅卷在卷轴上, 从而在纸幅的第一面与第二面接触时, 一部分化学柔软组合物从纸幅的第一面传递到第二面上, 其中纤维幅的第一面与第二面均包含功能足够量的化学柔软组合物。



## 说明书

### 将化学造纸添加剂施用到纸幅基质上 的方法和装置

5

#### 技术领域

本发明一般性地涉及纸幅基质，如薄页纸，和制备纸幅基质的方法。  
更具体地，本发明涉及具有化学功能添加剂的纸幅基质和将少量化学功能  
10 添加剂施用到纸幅基质上以增强纸幅性能如强度、柔软度、吸收性和美学  
的方法和设备。

#### 发明背景

目前已广泛使用一次性纸产品。在市场上以适应各种用途的形式提供  
了由纤维素纤维制备的一次性消费品，如擦面纸，卫生纸、吸收性毛巾纸  
15 和尿布等。

所有这些卫生产品均满足了共同的要求，具体地说，是触觉柔软的。  
柔软度是：当产品对着皮肤进行摩擦时，由产品产生的综合的触感。需要  
柔软的目的在于：在没有刺激的情况下能够使用这些产品来清洁皮肤。对  
于许多人来说，有效地清洁皮肤是持久的个人卫生问题。来自会阴区的尿、  
20 月经以及粪便这样的令人讨厌的排出物或耳鼻喉粘液排出物，并不总是在  
人们方便进行彻底清洗时，如在具有肥皂和大量水的时候排出。作为进行  
彻底清洗的替代物，提供了各种薄页纸产品和毛巾纸产品，以便帮助从皮  
肤清除排出物并留住所述的排出物，以便以卫生的方式进行处理。意想得  
到的是，使用这些产品不能达到通过更为彻底的清洗方法所达到的清洁程  
25 度，因此，薄页纸产品和毛巾纸产品的生产者一直在努力制备更能与彻底  
清洗方法竞争的产品。

薄页纸产品的缺点例如在于：在彻底清洁皮肤之前将使许多使用者停  
止清洁。这种行为由薄页纸的粗糙度所引起，这是因为利用粗糙的器具进  
行连续的擦试将擦伤敏感的皮肤，并造成严重的疼痛。另一选择方案是，  
30 留下部分清洗的皮肤不管，尽管这常常会引起恶臭散发并污染内衣，以及  
久而久之还会造成皮肤发炎。

肛门疾病例如痔疮，将使会阴区极其敏感，并使遭受所述疾病之苦的人们在需要不引起发炎下清洁其肛门时特别有受伤害感。

引起人们感觉不好的另一值得注意的情况是：患有感冒的病人需要反复擤鼻涕。即使在使用当今可买到的最柔软的薄页纸时，反复地擤和擦也可能使鼻子疼痛情况加剧。

因此，长期以来，在不损害性能下制备能舒适进行清洁的柔软薄页纸和毛巾纸产品，一直是致力于研究改善薄页纸的工程师及科学家们的目标。目前已有许多减少摩擦作用的尝试，即改善薄页纸产品柔软度的尝试。

在这点上，已开发出的一个领域是选择和改善纤维素纤维的形态以及设计纸张结构，以便最佳利用各种可利用的形态。在该领域适用的技术包括：US 5,228,954 (Vinson 等人，1993 年 7 月 20 日授权)；US 5,405,499 (Vinson, 1995 年 4 月 11 日授权)；US 4,874,465 (Cochrane 等人，1989 年 10 月 17 日授权)；和 US 法定发明注册 H1672 (Statutory Invention Registration H1672) (Hermans 等人，1997 年 8 月 5 日出版)；所有这些文献均披露了：选择或改良使薄页纸和毛巾纸具有优异性能的纤维源的方法。另外，Carstens 还在 US 4,300,981 (1981 年 11 月 17 日授权)中阐明了适用的现有技术，该文献讨论了如何加入纤维来与纸张结构相一致，以致使纸张有最大的柔软度潜力。尽管由这些现有技术的例子阐明的这些技术是普遍认可的，但是它们仅能提供有限的使薄页纸成为真正有效舒适的清洁器具的潜在能力。

已引起广泛重视的另一领域是：将化学柔软剂(在此也称之为“化学柔软剂”或“柔软组合物”和其替换)添加至薄页纸和毛巾纸产品中。在此使用的术语“化学柔软剂”指的是：能改善由握住特定的纸产品并在其皮肤上摩擦的消费者所感受到的触感的任何化学成份。尽管对于毛巾纸产品来说柔软度多少是希望的，但柔软度对于搭面纸和卫生纸却是特别重要的性能。所述触感柔软度的特征在于，但不局限于：摩擦性，柔韧性和平滑性，以及主观描述词，如象光滑，天鹅绒，丝质或法兰绒的感觉。合适的物质包括那些赋予薄页纸润滑感的物质。只是为了举例，化学柔软剂可包括：基蜡(basic waxes)如石蜡和蜂蜡，油如矿物油和硅油，以及矿脂和更复杂的润滑剂和润肤剂如带长烷基链的季铵化合物，功能聚硅氧烷，脂肪酸，脂肪醇以及脂肪酯。

在现有技术中涉及化学柔软剂的工作领域有两个途径。第一途径的特

征在于：在薄页纸幅成形期间，借助或者将有吸引力的成份添加至最终将形成薄页纸幅的浆槽中、或者添加至到达造纸机的纸浆中、或者添加至留在造纸机的长网毛布或烘缸毛布上的湿纸幅中，而将柔软剂添加到薄页纸幅中。第二个途径是：在纸幅干燥之后将化学柔软剂添加至薄页纸幅中。

5 在后一种情况下，通常将柔软剂施用到薄页纸的一面或两面上。适用的方法能引入造纸操作中，例如在卷成纸卷之前喷至干燥的纸幅上。

归类于在组装成纸幅之前将化学柔软剂添加至薄页纸中的前一种途径的举例性现有技术包括：普通转让的 US 5,264,082 (1993 年 11 月 23 日授权于 Phan 和 Trokhan)，在此将该专利引入作为参考。这些方法在工业上已找到了广泛的用途，尤其是当需要降低可能会存在于纸张中的强度以及当造纸工艺(特别是具有起皱操作的造纸工艺中)足够坚固而能够承受结合抑制剂的加入时。然而，本领域普通技术人员公知的是：与这些方法相关联，存在一些问题。首先，没有控制化学柔软剂的位置；化学柔软剂在纸张结构中如其所施用的纤维配料那样广泛铺展。另外，伴随这些添加剂的使用，15 纸张强度将会有损失。尽管不希望受理论的束缚，但申请人认为，添加剂往往抑制纤维与纤维间氢键的形成。当从扬克式烘缸上起皱时，可能失去对纸页的控制。另外，普遍相信的理论是添加剂干扰扬克式烘缸上的涂层，从而减弱了湿纸幅和烘缸之间的连接。现有技术如 1996 年 1 月 30 日授予 Vinson 等人的普通转让的 US 5,487,813(本发明引入作为参考)披露了为减轻20 上文提到的对强度和与起皱滚筒之间的粘结的影响，加入化学组合物；但是，仍需要以目标方式将化学柔软剂加入纸幅中，且对纸幅强度和对生产方法的干扰的不利影响最小化。

在薄页纸幅成形期间将化学柔软剂添加至其中的另一举例性现有技术包括：普通转让的 US 5,059,282 (1991 年 10 月 22 日授权于 Ampulski 等人)，25 在此将其引入作为参考。Ampulski 的专利披露了一种将聚硅氧烷化合物添加至湿薄页纸幅 (优选的是，纤维稠度在约 20%和约 35%之间)中的方法。所述方法与将化学剂添加至供应到造纸机的浆料槽中的方法相比，在某些方面显示出一定的优点。例如，所述方法的目标是将化学剂施加至纸幅的一个表面上，而不是将添加剂分布于所有的配料纤维上。

30 由于前面提到的对强度的影响和对造纸方法的破坏，因此大量的现有技术采用将化学柔软剂施用到已经干燥的纸幅上的方法，该施用或者在造

纸机的所谓的干部或在造纸步骤之后的独立的转换操作中进行。该领域的  
举例性的现有技术包括1993年6月1日授予 Ampulski 等人的 US 5,215,626、  
1993年9月21日授予 Ampulski 等人的 US 5,246,545、1996年6月11日授  
予 Warner 等人的 US 5,525,345 和 1998年4月1日以 Vinson 等人的名义提  
5 交的美国专利申请流水号 09/053,319, 将所有上述文件引入本发明作为参  
考。尽管这些参考文件中的每一个相对于现有的所谓湿部法有一些好处,  
特别是在消除对造纸过程的恶化影响方面, 该方法通常需要在压缩纸幅的  
同时进行柔软剂的施用。伴随薄页纸幅厚度的损失(这可能是一个问题), 当  
10 采用具有多个隆起的多区薄页纸幅时, 这些施用方法不允许将柔软剂有效  
施用到薄页纸幅的最外隆起上。前述的施用方法也不产生凸出的沉积, 即,  
伸出薄页纸幅的最外隆起的沉积物。这对前述的方法是至关重要的, 因为  
凸出的沉积物往往会从在机器表面上的纸幅上除去, 引起由于柔软剂的转  
移而带来的加工问题。如果在施用凸出的沉积物时没有这些转移和堆积问  
题, 这是非常有利的, 因为借此将促使从薄页纸幅的一个表面向纸幅的第  
15 二表面的转移, 实际上得到双面的表面柔软的薄页纸幅, 但是仅需将表面  
柔软剂施用到一面上即可。

本领域普通技术人员通常认为与柔软度相关的最重要的物理性能之一  
是纸幅的强度。强度是产品及构成产品的纸幅保持物理完整性和在使用条  
件下的耐撕裂、耐破裂和耐破碎的能力。长期以来认为在不破坏强度下获  
20 得高柔软度是提供改进的薄页纸产品的一种途径。因此, 一直希望得到具  
有良好的强度性能的柔软薄页纸产品。

因此, 需要改进的将表面柔软的技术, 该技术能够应用于这类薄页纸  
产品上以提供必须的柔软度而不会不可接受地降低产品的强度或产品的其  
它重要性能。还需要表面柔软化的薄页纸幅, 其中通过非压缩技术将表面  
25 柔软剂施用到多隆起纸幅的最外隆起上。最后, 需要使用单面的表面施用  
柔软剂的技术而提供双面的表面柔软的薄页纸幅。

正如下面的公开内容所示, 本发明提供了这类改进的产品和方法。

### 发明内容

30 本发明描述了双面的表面柔软的薄页纸幅以及制备该纸幅的方法, 其  
中起始施用表面柔软组合物, 优选单面、非压缩地施用到纸幅的一面上,

然后通过纸幅的一面与另一面的接触而将表面柔软组合物转移到纸幅的另一面上。

所述方法包括下列步骤：提供具有第一面和与第一面相对的第二面的纤维幅；提供化学添加剂；将化学添加剂仅沉积在纤维幅的第一面上；使纤维幅的第一面与纤维幅的第二面接触，从而将化学添加剂从纤维幅的第一面部分地传递到第二面，使得纤维幅的第一面与第二面均包含功能足够量的化学添加剂。本文所用的功能足够量优选是至少 0.05 克添加剂/平方米纸幅。就表面浓度而言，功能足够量优选至少是 20 磅添加剂/吨表面纤维(磅/吨)，更优选至少是 50 磅/吨，最优选至少 90 磅/吨。

优选的是，使纤维幅的第一面与纤维幅的第二面接触的步骤包含将化学添加剂从纤维幅的第一面上的第一位置转移到纤维幅的第二面上的第二位置，第二位置相对于纸幅平面偏离第一位置。在该方法的优选实施方案中，纸幅沿机器方向连续运行，在这种情况下，纤维幅的第二面上的第二位置在机器方向上与纤维幅的第一面上的第一位置偏离。

在最优选的实施方案中，当纸幅在机器方向上运行时，纸幅连续地卷在卷轴上，从而使其上具有化学功能添加剂的第一面接触纸幅的第二面。从纤维幅的第一面传递到纤维幅的第二面的化学添加剂的量为使得第二面上的化学添加剂的表面浓度与第一面上的化学添加剂的表面浓度的比例为至少 1:4、优选至少 1:2、更优选约 1:1 的量。

将化学添加剂仅沉积在纤维幅的第一面上的步骤可以包含挤压涂布、喷涂、印刷涂布，或其任意组合。

优选的是，化学添加剂选自柔软剂、乳液、润肤剂、润肤露、外用药物、皂、抗微生物剂(anti-microbial agents)和抗菌剂(anti-bacterial agents)、滋润剂、涂料、油墨和染料、强度添加剂、吸收添加剂、粘结剂、遮光剂、填料以及它们的组合。化学添加剂优选是选自润滑剂、增塑剂、阳离子剥离剂、非阳离子剥离剂及其混合物的化学柔软剂。优选的化学柔软剂是季铵化合物。

包含强度添加剂的化学添加剂可以选自永久湿强度树脂、暂时湿强度树脂、干强度树脂及其混合物。

包含吸收添加剂的化学添加剂可以选自聚乙氧基化物、烷基乙氧基化酯、烷基乙氧基化醇、烷基聚乙氧基化的壬基苯酚及其混合物。

为了将化学添加剂从纸幅的第一面有效转移到第二面，重要的是将沉积在纸幅的第一面上的化学添加剂保持在可转移的条件(condition)下。就该目的来说，有用的是提供的开放时间(open time)与滴吸收时间(drop absorbency time)的比例优选小于约 3.0、更优选小于约 1.0、最优选小于约 0.5。

在优选的实施方案中，纤维幅的第一面包含第一区和第二区，第一区相对于第二区隆起。在这种情况下，将化学添加剂沉积到纤维幅的第一面上的步骤包含优选非压缩地将添加剂沉积到纤维幅的第一面的第一区上。更优选的是，纤维幅包含图案致密的结构，其中第一区具有第一密度，第二区具有第二密度，第一密度和第二密度不相等，优选第一密度低于第二密度。

可以在造纸过程中(与转换过程相对)进行将化学添加剂仅沉积在纤维幅的第一面上的步骤。

除非特别指明，本文所有的百分数、比值和比例均是重量比。

#### 附图简述

尽管本说明书以特别指出并明确地要求了本发明的保护范围的权利要求书结束，但据信，根据结合所附实施例和下述附图的下面的说明，将能更好地理解本发明，其中相同的标号代表相同的元件，并且其中：

图 1 是本发明的方法的示意性的侧视图。

图 2 是本发明的方法和纸产品的部分和更详细的侧视图。

图 3 是本发明的纸产品的示意性的侧视图。

图 4 是制备本发明的产品的造纸网带的一个实施方案的示意性的平面图。

图 5 是制备本发明的产品的造纸网带的另一个实施方案的平面图。

图 6 是沿图 3 的线 6-6 所取的示意性的横截面图。

图 7 是与纸幅一起的挤压模的示意性的横截面图。

图 8 是能够用于本发明的另一挤压模的示意性的透视图，挤压模部分拆开示出。

图 9 是本发明的方法的一个实施方案的示意性代表图。

## 具体实施方式

简单地说，本发明提供了一种方法，通过这种方法可以将化学功能添加剂施用于纤维幅的一面上，然后通过接触(与通过毛细作用相反)，将所述添加剂转移到纸幅的另一面上。添加剂可以施用到干纸幅或半干纸幅上。

- 5 所得的薄页纸幅的每一侧上具有功能足够量的添加剂，从而具有增强的性能，如通过触觉可感受到的柔软性。

本文所用的术语“干薄页纸幅”包括两种纸幅，一种是干燥到水分含量小于其平衡水分含量的纸幅，另一种是水分含量与大气水分平衡的纸幅。半干的薄页纸幅包括水分含量超过其平衡水分含量的薄页纸幅。最优选的是，本文的组合物施用于干薄页纸幅上。

还描述了优选的柔软组合物，以及制备组合物的方法和将组合物施用到薄页纸上的方法。

令人惊奇的是，本发明人发现，当根据本发明将很低含量的柔软剂添加剂如阳离子柔软剂施用到薄页纸幅表面上时，提供了显著的薄页纸柔软效果。重要的是，发明人发现，用于柔软薄页纸的柔软剂添加剂的量应足够低以便使薄页纸保持高润湿性。而且，由于当施用柔软组合物时，柔软组合物具有高活性程度，所以能够将该组合物施用到干薄页纸幅上而不需要进一步干燥薄页纸幅。

可以使用热薄页纸幅来实施本发明。本文所用的术语“热薄页纸幅”指相对于室温，温度升高时的薄页纸幅。一般，热纸幅的升高的温度至少约 43℃，通常大于约 65℃。

薄页纸幅的水分含量与纸幅的温度和纸幅所放置的环境的相对湿度有关。本文所用的术语“过干燥的薄页纸幅”指在 23℃和 50%相对湿度的标准测试条件下，将薄页纸幅干燥到水分含量小于其平衡水分含量。放置在 23℃和 50%相对湿度的标准测试条件下的薄页纸幅的平衡水分含量约为 7%。可以通过使用本领域公知的干燥手段如扬克式烘缸或穿透干燥法将本发明的薄页纸幅的温度提高到升高的温度下，而对所述纸幅进行过干燥。过干燥的薄页纸幅的水分含量按重量计优选小于 7%、更优选约 0 至约 6%、最优选是约 0 至约 3%。

暴露于正常环境中的纸张通常的平衡水分含量范围为 5 至 8%。当纸张干燥并起皱时，纸页的水分含量通常小于 3%。当生产后，纸张从大气中吸

收水分。在本发明的优选方法中，当纸张从扬克式烘缸上移走时，利用纸张离开刮刀时纸张内的低水分含量的好处(或者如果所述方法不包括扬克式烘缸，利用类似的纸幅从其它干燥装置移走时所述纸幅的低水分含量的好处)。

- 5 在一个实施方案中，在纸幅从干燥装置上分离后且在其卷在母辊上之前不久，将本发明的组合物施用到过干燥的薄页纸幅上。或者，可以将本发明的组合物施用到半干的薄页纸幅上，例如，当纸幅在长网布上、在干燥毛毯或织物上，或当纸幅与扬克式烘缸或其它干燥装置接触时。最后，当纸幅从母辊上解卷时如在脱机转换操作期间，可以将组合物施用到水分
- 10 与其环境平衡的干薄页纸上。

### 纤维幅

纤维幅能够通过本领域公知的各种方法制备，这些方法均在本发明的考虑中。这些方法包括：常规造纸法、穿透空气干燥造纸法和多定量造纸法。

- 15 一般来说，本发明适用于薄页纸，包括但不限于：常规毛毯压榨的薄页纸；图案致密的薄页纸(pattern-densified tissue paper)；以及高松厚、未压实的薄页纸。所述薄页纸可以是均一或多层结构；并且由此制得的薄页纸产品可以是单层或多层结构。薄页纸的定量优选在约 10 克/米<sup>2</sup>和约 200 克/米<sup>2</sup>之间，密度约为 0.60 克/厘米<sup>3</sup>或更低。优选的是，薄页纸的定量是
- 20 约 100 克/米<sup>2</sup>或更低，密度约为 0.30 克/厘米<sup>3</sup>或更低。最为优选的是，密度在约 0.04 克/厘米<sup>3</sup>和约 0.20 克/厘米<sup>3</sup>之间。

- 常规压榨的薄页纸及其制备方法在现有技术中是已知的。所述薄页纸通常是将造纸配料沉积至多孔成形网上而制得的。所述成形网在现有技术中常被称为长网(Fourdriner wire)。在配料沉积至成形网上之后，它被称为纸
- 25 幅。总的说来，水通过真空、机械压缩和加热手段从纸幅中除去。借助对纸幅进行压榨和高温干燥而使纸幅脱水。对于本领域普通技术人员来说，刚才描述的制备纸幅的特定技术和常用设备是熟知的。在典型的方法中，将低稠度纸浆配料供至加压流浆箱(网前箱)中。该流浆箱有一将纸浆配料薄沉积层输送至长网上以形成湿纸幅的开口。然后，通过真空脱水并进一步
- 30 的通过压榨操作而进行干燥，使纸幅脱水至约 7%至约 45%的纤维稠度(以总纸幅重量计)；其中纸幅将经受由相对机械部件例如圆柱辊产生的压力。

脱水纸幅然后借助蒸汽鼓装置(现有技术中称之为扬克式烘缸)进一步进行压榨和干燥。可借助机械手段如相对的圆柱鼓对纸幅进行压榨,在扬克式烘缸上产生压力。可以使用多个扬克式烘缸,借此,在烘缸之间任选产生辅助的压榨。所形成的薄页纸结构随后称之为常规压榨的薄页纸结构。这样的纸页被认为是压实的,这是因为纤维在处于湿态以及压缩状态下进行干燥时,纸幅经受了基本上整体的机械压缩力。最终所得的结构是强韧的并且通常具有单一密度,但松厚性、吸收性和柔软度十分低。

图案致密的薄页纸的特征在于:具有相对低纤维密度的相对高松厚区和相对高纤维密度的阵列致密区。或者,高松厚区还可以称为枕区。致密区可以称为压节区。致密区可以离散地分隔在高松厚区内或可以是在高松厚区内部分或全部互相连接的。

本发明也能够用于未起皱的薄页纸。本文所用的术语“未起皱的薄页纸”指未压缩干燥,最优选是通过穿透空气干燥的薄页纸。所得的穿透空气干燥的纸幅是图案致密化的,从而使得相对高密度区分散在高松厚区内,包括图案致密化的薄页纸,其中相对高密度区是连续的,而高松厚区是不连续的。

为生产未起皱薄页纸幅,从其上放置纸胚的多孔成形载体上将纸胚转移至移动速度更低的、高的纤维支承引纸织物载体上。然后将纸幅转移至在其上干燥至最终干度的干燥织物上。与起皱纸幅相比,所述纸幅在表面平滑性方面能提供某些优点。

以此方式生产未起皱薄页纸的技术在现有技术中已有教导。例如,Wendt等人在EP 0 677 622 A2(1995年10月18日出版并在此引入作为参考)中教导了一种在不起皱的情况下制备柔软薄页纸产品的方法。在另一种情况下,Hyland等人在EP 0 617 164 A1(1994年9月28日出版并在此引入作为参考)中教导了光滑未起皱穿透干燥纸页的制备方法。最后,Farrington等人在US 5,656,132(1997年8月12日出版,在此将其引入作为参考)中描述了在不使用扬克式烘缸下,用纸机制备柔软穿透干燥薄页纸。

在一优选的实施方案中,使用图4-6中示意性描述的树脂涂敷的成形带80,能够来制备纸张。将增强结构85连接到树脂构架81上。树脂构架81优选包含固化的聚合物光敏树脂。构架81(以及整个带)具有纸幅接触面81a和相对的背面81b,该背面81b朝向上面使用了网带的造纸机。

在一个实施方案中，图 4，基本上连续的树脂构架 81 中具有多个通透的挠曲管道 82。在另一实施方案中，图 5，树脂构架包含多个从增强结构 85 向外伸出的不连续的突起。突起从造纸网带平面(X-Y)上向上突出，并且优选是不连续的。突起塞住通过造纸网带的选择区域的排水，且可在纸张中分别产生低定量和高定量区。如果需要，每个突起中可具有通透的挠曲管道 82。本发明还考虑包含基本上连续的树脂构架和多个不连续的突起的组合的实施方案(未示出)。

造纸网带在宏观上是单平面的。造纸网带的平面限定了 X-Y 方向。造纸网带的 Z 方向与 X-Y 方向所形成的平面(和造纸网带的平面)垂直(图 6)。类似地，本发明的纸张可以被认为是宏观上单平面的并位于 X-Y 平面内。纸张的 Z 方向与 X-Y 方向和纸张的平面垂直(图 6)。

优选的是，树脂构架 81 限定出预定的图案，其将类似的图案压印到本发明的纸张上。构架的特别优选的图案是图 4 所示的基本上连续的网络。如果选择优选的基本上连续的网络图案用于构架，不连续的挠曲管道 82 将在网带的两个相对的平面之间延伸。基本上连续的网络 81 包围并限定挠曲管道 82。

网带的纸幅接触面 81a 与其上所载的纸张相接触。在造纸期间，网带的纸幅接触面将相应于构架图案的图案压印到纸张上。构架 81 将相应于构架图案的图案压印到其上所载的纸张上。压印在网带和纸张通过具有足以引起压印的间隙的两个刚性表面之间的任何时间发生。这通常在两个辊之间的压区内发生，最通常是当网带将纸张传送到扬克式烘缸上时发生。压印是借助对着压辊表面上的纸张压缩构架 81 而引起的。

网带的背面 81b 是网带的机器接触面。背面 81b 内可以设有其中具有通道 89 的背面网络，所述通道与挠曲管道不同(图 6)。通道提供了网带的背面构造内的不规则性。通道使得能够在网带的 X-Y 平面内进行空气泄漏，从而缓和了突然施加的压差，如真空压力，从而又缓和了纸幅内的所谓的“针孔”的形成。

网带的第二主要组成部分是增强结构 85。增强结构 85，如构架 81，具有两个相对面，一个是朝向纸幅面，另一个是与朝向纸幅面相对的朝向机器面。增强结构主要分布在网带的相对的表面 81a，81b 之间，且可以具有与网带的背侧表面 81b 相符合的表面。增强结构 85 为构架 81 提供了支承。

增强结构组成部分通常是织造的，正如本领域所公知的那样。增强结构 85 与挠曲管道 82 相对准的部分防止造纸纤维完全通过挠曲通道 82，从而减少了针孔的产生。如果人们不希望将织造织物用于增强结构时，非织造元件、筛网、网格或其中具有多个孔的板可以为本发明的构架提供足够的强度和  
5 支承。

造纸网带可以根据下列任一普通转让的美国专利制备：4,514,345，1985 年 4 月 30 日授予 Johnson 等人；4,528,239，1985 年 7 月 9 日授予 Trokhan；5,098,522，1992 年 3 月 24 日授权；5,260,171，1993 年 11 月 9 日授予 Smurkoski 等人；5,275,700，1994 年 1 月 4 日授予 Trokhan；5,328,565，1994 年 7 月  
10 12 日授予 Rasch 等人；5,334,289，1994 年 8 月 2 日授予 Trokhan 等人；5,431,786，1995 年 7 月 11 日授予 Rasch 等人；5,496,624，1996 年 3 月 5 日授予 Stelljes, Jr.等人；5,500,277，1996 年 3 月 19 日授予 Trokhan 等人；5,514,523，1996 年 5 月 7 日授予 Trokhan 等人；5,554,467，1996 年 9 月 10 日授予 Trokhan 等人；5,566,724，1996 年 10 月 22 日授予 Trokhan 等人；  
15 5,624,790，1997 年 4 月 29 日授予 Trokhan 等人；5,628,876，1997 年 5 月 13 日授予 Ayers 等人；5,679,222，1997 年 10 月 21 日授予 Rasch 等人；和 5,714,041，1998 年 2 月 3 日授予 Ayers 等人，将所述专利的公开内容引入本发明作为参考。

用于本发明的造纸网带还可以根据普通转让的下列美国专利制备：  
20 5,503,715，1996 年 4 月 2 日授予 Trokhan 等人；5,614,061，1997 年 3 月 25 日授予 Phan 等人；5,804,281，1998 年 9 月 8 日授予 Phan 等人和 5,820,730，1998 年 10 月 13 日授予 Phan 等人，将所述专利的公开内容引入本发明作为参考。

图 3 所示的纤维幅 50 可以具有两个主要区域。第一区 50a 能够包含对  
25 着网带的构架 81 压印的压印区。压印区优选包含基本上连续的网络。纸张的第一区的连续网络是在网带的基本上连续的构架 81 上制备的，且通常在几何上与所述构架相符合，在造纸期间在很靠近构架的位置进行分布。

纸张 50 的第二区 50b 可以包含多个在整个压印网络区中分布的圆顶 (domes)。圆顶通常在几何上和造纸期间的位置上与网带内的挠曲管道 82 相  
30 一致。通过在造纸期间与挠曲管道相一致，圆顶从纸张的基本上连续的网络区向外突出。通过在造纸期间与挠曲管道相一致，圆顶内的纤维在构架

81 的朝向纸幅面和增强结构 85 的朝向纸幅面之间在 Z-方向挠曲。优选，圆顶是不连续的。

不希望受理论的束缚，发明人认为，圆顶和纸张的基本上连续的网络区通常可具有相当的定量。借助将圆顶挠曲到挠曲管道中，圆顶的密度相  
5 对于基本上连续的网络区的密度减少了。而且，基本上连续的网络区(或可以选择的其它图案)以后可以进行压印，如对着扬克式烘缸进行压印。这样的压印增加了基本上连续的网络区相对于圆顶的密度。所得的纸张以后可以如本领域公知的那样进行压花。

根据本发明的纸张可以根据下列任一普通转让的美国专利进行制备：  
10 4,529,480，1985 年 7 月 16 日授予 Trokhan；4,637,859，1987 年 1 月 20 日授予 Trokhan；5,364,504，1994 年 11 月 15 日授予 Smurkoski 等人；和 5,529,664，1996 年 6 月 25 日授予 Trokhan 等人和 5,679,222，1997 年 10 月 21 日授予 Rasch 等人，将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

如果需要，纸张可以被干燥并在不具有构图的构架的穿透空气干燥带  
15 上进行。这类纸张将具有不连续的、高密度区和基本上连续的低密度区网络。在干燥期间或干燥后，纸张可以经受差压(真空)以增加其厚度(caliper)和去压实的选择区。这类纸张以及相关的带可以根据下列专利进行制备：  
3,301,746，1967 年 1 月 31 日授予 Sanford 等人；3,905,863，1975 年 9 月 16 日授予 Ayers；3,974,025，1976 年 8 月 10 日授予 Ayers；4,191,609，1980  
20 年 3 月 4 日授予 Trokhan；4,239,065，1980 年 12 月 16 日授予 Trokhan；5,366,785，1994 年 11 月 22 日授予 Sawdai；和 5,520,778，1996 年 5 月 28 日授予 Sawdai，将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

在另一实施方案中，增强结构可以包含毛毯(felt)，也称为压榨毛毯，正如不需穿透空气干燥的常规造纸中所用的那些。构架可以应用于如下列  
25 普通转让的美国专利所教导的毛毯增强结构，所述专利为：5,549,790，1996 年 8 月 27 日授予 Phan；5,556,509，1996 年 9 月 17 日授予 Trokhan 等人；5,580,423，1996 年 12 月 3 日授予 Ampulski 等人；5,609,725，1997 年 3 月 11 日授予 Phan；5,629,052，1997 年 5 月 13 日授予 Trokhan 等人；5,637,194，1997 年 6 月 10 日授予 Ampulski 等人；5,674,663，1997 年 10 月 7 日授予  
30 McFarland 等人；5,693,187，1997 年 12 月 2 日授予 Ampulski 等人；5,709,775，1998 年 1 月 20 日授予 Trokhan 等人；5,795,440，1998 年 8 月 18 日授予

Ampulski 等人; 5,814,190, 1998 年 9 月 29 日授予 Phan; 5,817,377, 1998 年 10 月 6 日授予 Trokhan 等人; 和 5,846,379, 1998 年 12 月 8 日授予 Ampulski 等人, 将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

也可以如本领域公知的那样, 对纸张进行按透视法缩小。可以通过从  
5 刚性表面, 优选从圆筒上对纸张进行起皱而能够按透视法进行缩小。扬克式烘缸通常用于该目的。正如本领域公知的那样, 用刮刀完成起皱。可以根据 1992 年 4 月 24 日授予 Sawdai 的普通转让的美国专利 4,919,756 完成起皱, 将该专利的公开内容引入本发明作为参考。可供选择的或者另外的是, 通过如 1984 年 4 月 3 日授予 Wells 等人的普通转让的美国专利 4,440,597 中  
10 所教导的那样, 完成按透视法缩小, 将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

如果需要, 纸张可以具有多个定量。优先, 多个定量的纸张具有两个或多个能够区别开的区域: 具有相对高定量的区域和具有相对低定量的区域。优选, 高定量区包含基本上连续的网络。低定量区可以是不连续的。  
15 如果需要, 本发明的纸张还可以包含分布在低定量区内的中等定量区。这类纸张可以根据 1993 年 9 月 14 日授予 Trokhan 等人的普通转让的美国专利 5,245,025 制备, 将该专利的公开内容引入本发明作为参考。如果纸张仅具有两个不同定量的区域, 即基本上连续的高定量区和分布在整个基本上连续的高定量区内的不连续的低定量区, 这类纸张可以根据下列普通转让的  
20 美国专利制备: 5,527,428, 1996 年 6 月 18 日授予 Trokhan 等人; 5,534,326, 1996 年 7 月 9 日授予 Trokhan 等人; 和 5,654,076, 1997 年 8 月 5 日授予 Trokhan 等人, 将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

人们可能进一步希望将纸张的所选区域致密化。这类纸张将具有多密度区和多定量区。这类纸张可以根据下列普通转让的美国专利制备:  
25 5,277,761, 1994 年 1 月 11 日授予 Phan 等人; 5,443,691, 1995 年 8 月 22 日授予 Phan 等人; 5,804,036, 1998 年 9 月 8 日授予 Phan 等人, 将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

如果需要, 可以使用具有提花织纹的网带来代替具有上述构图的构架的网带。这类网带可以用作成形网带、干燥织物、压印织物、转移毛布等。  
30 在文献中记录了提花织纹特别适用于在人们不希望在压区内压缩或压印纸张的地方, 如通常在转移到扬克式烘缸上时发生的那样。具有提花织纹的

举例性的带见于1995年7月4日授予Chiu等人的美国专利5,429,686和1997年9月30日授予Wendt等人的5,672,248。

5 本发明的纸张可以分层。如果纸张分层，可以使用本领域公知的多通道网前箱。这类网前箱可以具有两个、三个或更多个通道。每个通道可以设置不同的纤维素纤维淤浆。任选的是，可以在两个或多个通道中设置相同的淤浆。但是，本领域普通技术人员将认识到如果所有的通道包含相同的配料，将得到共混的纸张。

10 通常将纸张分层以便使较短的阔叶木纤维在外侧以便给使用者提供柔软的触感。更长的针叶木纤维位于内侧以便提供强度。因此，三通道的网前箱可以产生单层产品，具有两个包含主要是阔叶木纤维的外层和包含主要是针叶木纤维的内层。

另外，双通道的网前箱可以产生具有一层主要是针叶木纤维和一层主要是阔叶木纤维的纸。这样的纸连接到类似纸的另一层上，从而所得的双层层压物的针叶木层彼此相面向内取向，而阔叶木层朝向外。

15 在另一生产技术中，可以使用多网前箱来替代具有多通道的单网前箱。在多网前箱布置中，第一网前箱将不连续层的纤维素纤维沉积在成形网上。第二网前箱将第二层纤维素纤维沉积在第一层。当然，尽管两层之间发生缠结，但是得到主要是层状的纸张。

20 具有恒定定量的层状纸张可以根据下列普通转让的美国专利进行制备：3,994,771，1976年11月30日授予Morgan, Jr.等人；4,225,382，1980年9月30日授予Kearney等人；和4,300,981，1981年11月17日授予Carstens，将上述专利的公开内容引入本发明作为参考。

### 配料

25 优选的是，配料先多孔成形载体，如长网上，形成湿幅。将纸幅脱水并转移到压印织物上。配料也可以在一开始沉积在也用作压印织物的多孔支撑载体上。一旦形成，湿幅脱水，并优选加热预干燥到约40%至约80%的所选纤维稠度。优选用吸水箱或其它真空装置或吹透烘缸(blow-through dryers)来进行脱水。如上文所讨论的那样，在纸幅完全干燥之前，压印织物的关节压印压入纸幅中。一种用于完成上述操作的方法是通过施加机械压力。这可以通过如对着干燥烘缸如扬克式烘缸的表面压榨支撑压印织物的压辊，其中纸幅分布在压辊和干燥烘缸之间。还优选的是，在完成干燥之

30

前，通过用真空装置如吸水箱或吹透烘缸施加流体压力，将纸幅对着压印织物进行成形。可以施加流体压力以在开始脱水期间在独立的、随后的操作阶段或其组合中诱导产生致密化区的压印。

### 造纸纤维

- 5        用于本发明的造纸纤维通常将包括由木浆得到的纤维。其它纤维素纤维浆，如棉短绒，蔗渣等也能使用，并落入本发明的范围。合成纤维，如人造丝、聚乙烯和聚丙烯纤维也可以与天然纤维素纤维结合使用。可以使用的一种举例性聚乙烯纤维是得自 Hercules, Inc. (Wilmington, DE) 的 Pulpex®。
- 10        适用的木浆包括化学浆，如牛皮浆，亚硫酸盐浆和硫酸盐浆，以及机械浆，例如包括磨木浆，热磨机械浆和化学改性热磨机械浆。然而，由于化学浆赋予由此制得的薄页纸以优异的触觉柔软度，因此，它们是优选的。可以使用由阔叶树(在下文也称之为“阔叶木”)和针叶树(在下文也称之为“针叶木”)得到的纸浆。另外还适用于本发明的是由回用纸得到的纤维，
- 15        它们可能包含：上述纤维的任一种或全部，以及其它非纤维材料如用来促进起始造纸的填料和粘合剂。

### 功能添加剂

- 本文所用的术语“功能添加剂”、“化学功能添加剂”、“化学添加剂”、“化学组合物”及其互换指可以加入纸幅中以改善纸幅的功能，如柔软度、
- 20        强度和吸收性的物质。取决于特定的方法，可以在纸幅形成过程中将功能添加剂加入造纸纤维中，和/或在纸幅通常已经形成后将添加剂施用到纸幅的一个或两个表面上。如果将功能添加剂施用到纸幅的至少一个表面上，可能理想的是以这样一种方式施用功能添加剂如柔软剂，使得添加剂保留在纸幅的表面上且不会渗透到纸幅的厚度中。
- 25        多种物质能添加至含水造纸配料中或纸胚中，以便赋予产品以其它希望的特性或改善造纸方法，只要它们与本发明的产品相容并且不明显且有害地影响本发明产品的柔软度或强度特性即可。明显包括下列材料，但所提供的这些材料并不包括所有材料。只要其它材料不干扰或抵消本发明的优点，它们就可以包括在本发明的配方中。
- 30        通常将阳离子电荷偏倚的物质添加至造纸过程中，以控制输送至造纸过程中时含水造纸配料的 $\zeta$ -电位。由于绝大多数固体具有负表面电荷这样的

性质，包括纤维素纤维和细小物质以及大多数无机填料的表面，所以使用这些物质。一种传统上使用的阳离子电荷偏倚的物质是明矾。近年来，现有技术中借助使用相对低分子量的阳离子合成聚合物而进行电荷偏倚，所述聚合物的分子量优选不大于约 500,000；更优选不大于约 200,000；更为  
5 优选的是约为 100,000。所述低分子量阳离子合成聚合物的电荷密度相对较高。这些电荷密度的范围是每千克聚合物约 4 至约 8 当量阳离子氮。举例性的材料是 Cypro514<sup>®</sup>，Cytec, Inc. (Stamford, CT) 的产品。在本发明的实践中明显允许使用所述的材料。

在现有技术中教导了：为了改善匀度，滤水性，强度以及留着率，可  
10 以使用高表面积、高阴离子电荷的微粒。例如参见 US 5,221,435 (1993 年 6 月 22 日授权于 Smith)，在此将其引入作为参考。为此目的常用的材料是硅胶或膨润土。这些材料的掺入明显包括在本发明的范围内。

如果希望永久湿强度，那么可以将下列这类化学剂添加至造纸配料中或添加至纸胚中：聚酰胺-表氯醇、聚丙烯酰胺、苯乙烯-丁二烯胶乳；不溶  
15 性聚乙烯醇；脲-甲醛；聚乙烯亚胺；脱乙酰壳多糖聚合物及其混合物。优选的树脂是阳离子湿强度树脂，如聚酰胺-表氯醇树脂。合适种类的所述树脂描述于 US 3,700,623 (1972 年 10 月 24 日授权于 Keim) 和 US 3,772,076 (1973 年 11 月 13 日授权于 Keim) 中，在此将其引入作为参考。有用的聚酰胺-表氯醇树脂的市场来源是 Hercules, Inc. (Wilmington, Delaware)，该公司以商标  
20 Kymene 557H<sup>®</sup> 销售所述树脂。

由于需要通过厕所将许多纸产品处理进入化粪池体系或下水道，因此当湿润时它们必须具有有限的强度。如果将湿强度赋予这些产品的話，优选是特征在于在处于水中时其部分或全部起始强度将衰减的短暂湿强度。如果希望短暂湿强度，那么可以选择如下的粘合剂材料：二醛淀粉或其它具  
25 有醛官能团的树脂，如由 National Starch and Chemical Company (Scarborough, ME) 提供的 Co-Bond 1000<sup>®</sup>；由 Cytec (Stamford, CT) 提供的 Parex 750<sup>®</sup>；和 US 4,981,557 (1991 年 1 月 1 日授权于 Bjorkquist，在此将其引入作为参考) 中描述的树脂；以及现有技术中已知的具有上述衰减性能的其他这类树脂。

30 如果需要增强的吸收性，那么可以使用表面活性剂来处理本发明的薄页纸幅。如果使用的話，以薄页纸幅干纤维重量计，表面活性剂的用量优

选从约 0.01%至约 2.0%重量。所述表面活性剂优选具有带八个或更多个碳原子的烷基链。举例性的阴离子表面活性剂包括：线性烷基磺酸盐和烷基苯磺酸盐。举例性的非离子表面活性剂包括：烷基苷类，包括烷基苷酯，如得自 Croda, Inc.(New York, NY)的 Crodesta SL-40®；在 US4,011,389(1977 年 3 月 8 日授权于 Langdon 等人)中描述的烷基苷醚；以及烷基聚乙氧基化酯，如得自 Glyco Chemicals, Inc.(Greenwich, CT)的 Pegosperse 200 ML 和得自 Rhone Poulenc Corporation (Cranbury, NJ)的 IGEPAL RC-520®。

尽管本发明的实质是沉积在薄页纸幅表面上的柔软剂组合物的存在，但本发明还明显包括其中作为造纸过程的一部分添加化学柔软剂的变型。例如，可以通过湿部添加法包括化学柔软剂。优选的化学柔软剂包括季铵化合物，包括但不限于公知的二烷基二甲基铵盐(如，二牛脂二甲基氯化铵、二牛脂二甲基甲基硫酸铵、二(氢化牛脂)二甲基氯化铵等)。这些柔软剂的特别优选的变体包括前面提到的二烷基二甲基铵盐的单或二酯变体。另一类造纸中添加的化学柔软剂包含公知的有机反应性的聚二甲基硅氧烷成分，包括最优选的氨基官能的聚二甲基硅氧烷。

填料也可以掺入本发明的薄页纸中。US5,611,890(1997 年 3 月 18 日授权于 Vinson 等人，在此引入作为参考)披露了加填料的薄页纸产品，该产品作为本发明的基材是可以接受的。

上面列出的任选的化学添加剂只是举例性的，并不意味着限定本发明的范围。

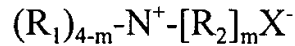
### 柔软组合物

本发明在施用柔软组合物(或柔软剂)的领域中特别具有实用性。特别优选的组合物包含在载体中的柔软活性成份的分散体。当如本发明中所述施用于薄页纸上时，所述组合物在柔软薄页纸方面是有效的。优选的柔软组合物具有能以工业规模容易地进行施加这样的性能(例如成份，流变性，pH 等)。例如，尽管某些挥发性有机溶剂可能容易溶解高浓度的有效柔软物质，但由于所述溶剂所引起的增加的处理安全性和环境负担(VOC)问题，因此所述溶剂并不是所希望具有的。下文将讨论本发明的优选柔软组合物的各种组分、组合物的性能、组合物的制备方法和组合物的施用方法。

### 组分

#### 柔软活性成份

具有下式的季铵化合物适用于本发明:



式中  $m$  为 1-3;

每个  $R_1$  为  $C_1$ - $C_6$  烷基基团、羟烷基基团、烃基或取代的烃基、烷氧基  
5 化基团、苄基基团或其混合物;

每个  $R_2$  为  $C_{14}$ - $C_{22}$  烷基基团、羟烷基基团、烃基或取代的烃基、烷氧基  
化基团、苄基基团或其混合物; 以及

$X$  为任何与柔软剂相容的阴离子。优选的是, 每个  $R_1$  为甲基,  $X$  为氯离  
子或甲基硫酸根。优选的是, 每个  $R_2$  为  $C_{16}$ - $C_{18}$  烷基或烯基, 最优选每个  
10  $R_2$  为直链  $C_{18}$  烷基或烯基。任选的是,  $R_2$  取代基也可以由植物油源衍生得到。  
若干种植物油(例如橄榄油、低芥酸菜子油、红花油、向日葵油等)可用作脂  
肪酸源来合成季铵化合物。

所述结构包括: 熟知的二烷基二甲基铵盐(例如二牛脂二甲基氯化铵、  
二牛脂二甲基甲基硫酸铵、二(氢化牛脂)二甲基氯化铵等), 其中  $R_1$  为甲基  
15 基团,  $R_2$  为不同饱和度的牛脂基团, 而  $X$  为氯离子或甲基硫酸根。

如在 Swern 编辑的 Bailey' s Industrial Oil and Fat Products (第三版,  
John Wiley and Sons, New York 1964)中所讨论的那样, 牛脂是具有可变组成的  
天然存在的物质。Swern 编辑的上述参考文献的表 6.13 中指出: 通常牛  
脂的 78%或更多的脂肪酸包含 16 或 18 个碳原子。通常, 存在于牛脂中的  
20 一半脂肪酸是不饱和的, 主要为油酸。合成的或天然的“牛脂”均落在本  
发明的范围内。另外, 已知的是, 取决于产品的性能要求, 二牛脂的饱和  
度可从非氢化的(柔软的)至少许氢化(部分氢化)或完全氢化(硬的)进行改  
变。所有上述饱和度均明显包括在本发明的范围内。

这些柔软活性成份的特别优选的变体为: 被认为是具有下式的这些季  
25 铵化合物的单酯或二酯的变体:



式中

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

$m$  为 1-3;

30  $n$  为 0-4;

每个  $R_1$  为  $C_1$ - $C_6$  烷基基团、羟烷基基团、烃基或取代的烃基、烷氧基

化基团、苄基基团或其混合物；

每个  $R_3$  为  $C_{13}$ - $C_{21}$  烷基基团、羟烷基基团、烃基或取代的烃基、烷氧基化基团、苄基基团或其混合物；

$X^-$  为任何与柔软剂相容的阴离子。

- 5 优选的是， $Y$  为  $-O-(O)C-$  或  $-C(O)-O-$ ； $m=2$ ； $n=2$ 。每个  $R_1$  取代基优选为  $C_1$ - $C_3$  烷基基团，其中甲基最为优选。优选的是，每个  $R_3$  为  $C_{13}$ - $C_{17}$  烷基和/或链烯基，更优选的是每个  $R_3$  为直链  $C_{15}$ - $C_{17}$  烷基和/或链烯基、 $C_{15}$ - $C_{17}$  烷基，最优选的是，每个  $R_3$  为直链  $C_{17}$  烷基。任选的是， $R_3$  取代基也可以由植物油源衍生得到。若干种植物油(例如橄榄油，低芥酸菜子油，红花油，向日葵油等)可用作脂肪酸源来合成季铵化合物。优选的是，用橄榄油，低芥酸菜籽油，高油酸红花油，和/或高芥酸菜籽油来合成季铵化合物。
- 10

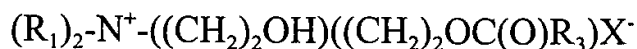
如上所述， $X$  可为任何与柔软剂相容的阴离子，例如在本发明中还可以使用乙酸根、氯离子、溴离子、甲基硫酸根、甲酸根、硫酸根、硝酸根等。优选的  $X$  为氯离子或甲基硫酸根。

- 15 具有上述结构并适用于本发明的酯-官能季铵化合物的具体例子包括熟知的二酯二烷基二甲基铵盐，如二酯二牛脂二甲基氯化铵、单酯二牛脂二甲基氯化铵、二酯二牛脂二甲基甲基硫酸铵、二酯二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵、二酯二(氢化)牛脂二甲基氯化铵及其混合物。二酯二牛脂二甲基氯化铵和二酯二(氢化)牛脂二甲基氯化铵是特别优选的。这些具体的物质可
- 20 得自 Witco Chemical Company Inc. (Dublin, OH)，其商品名为 ADOGEN SDMC。

- 如上所述，通常存在于牛脂中的一半脂肪酸是不饱和的，主要呈油酸形式。合成的和天然的“牛脂”均落在本发明的范围内。另外还已知的是，取决于产品的性能要求，这类牛脂的饱和度可从非氢化的(柔软的)至部分氢
- 25 化(少许)或完全氢化(硬的)进行改变。所有上述饱和度均包括在本发明的范围内。

- 应理解的是，取代基  $R_1$ 、 $R_2$  和  $R_3$  可以用各种基团进行取代或不取代，所述基团如烷氧基、羟基；或者可以是支链的。如上所述，优选的是每个  $R_1$  为甲基或羟乙基。优选的是每个  $R_2$  为  $C_{12}$ - $C_{18}$  烷基和/或链烯基，更优选
- 30 的是每个  $R_2$  为直链  $C_{12}$ - $C_{18}$  烷基和/或链烯基，最优选的是每个  $R_2$  为直链  $C_{18}$  烷基或链烯基。优选的是  $R_3$  为  $C_{13}$ - $C_{17}$  烷基和/或链烯基，最优选的是  $R_3$  为

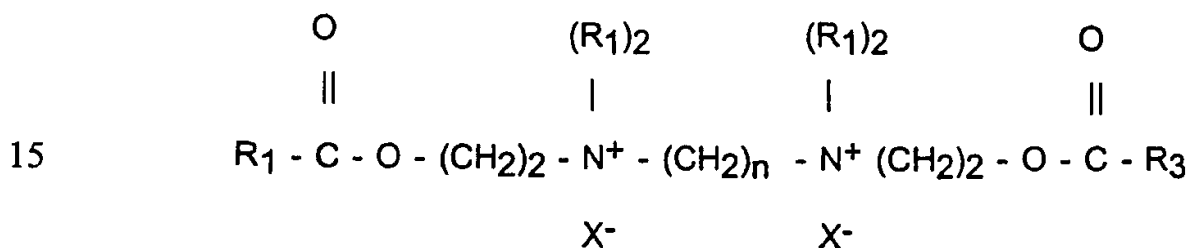
直链 C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub> 烷基和/或链烯基。优选的是, X<sup>-</sup>为氯离子或甲基硫酸根。此外, 酯官能的季铵化合物任选可包含至多约 10%的单(长链烷基)衍生物作为少量成份, 例如:



5 这些少量成份能起乳化剂的作用, 并可用于本发明中。

适用于本发明的其它类合适的季铵化合物描述于下面的文献中: US 5,543,067(1996 年 8 月 6 日授权于 Phan 等人; US 5,538,595 (1996 年 7 月 23 日授权于 Trokhan 等人); US 5,510,000(1996 年 4 月 23 日授权于 Phan 等人); US 5,415,737(1995 年 5 月 16 日授权于 Phan 等人); 和转让给金伯利克拉克公司的 EP0 688 901 A2(1995 年 12 月 12 日出版); 在此将其引入作为参考。

另外, 也可以使用酯官能季铵化合物的二季铵变体(di-quaternary variations), 并且所述变体也落入本发明的范围内。这些化合物的结构式如下:



在上述结构中, 每个 R<sub>1</sub> 为 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 烷基或羟烷基基团, R<sub>3</sub> 为 C<sub>11</sub>-C<sub>21</sub> 烃基基团, n 为 2-4, X<sup>-</sup>为合适的阴离子, 如卤离子(例如氯离子或溴离子)或甲基硫酸根。优选的是, 每个 R<sub>3</sub> 为 C<sub>13</sub>-C<sub>17</sub> 烷基和/或烯基, 最优选的是每个 R<sub>3</sub> 为直链 C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub> 烷基和/或链烯基, R<sub>1</sub> 为甲基。

顺便要指出的是, 不希望被理论束缚, 据信上述季铵化合物的酯部分将给所述化合物提供生物降解性的量度。重要的是, 在本发明中使用的酯官能季铵化合物, 与常规的二烷基二甲基铵化学柔软剂相比能更为迅速地生物降解。

如果上文所述的季铵成份伴随有适当的增塑剂, 那么使用所述季铵成份将是最为有效的。在此使用的术语增塑剂指的是: 在给定温度下能降低季铵组分熔点和粘度的成份。增塑剂可在制备季铵成分的季铵化步骤期间添加, 或可以在季铵化之后但在作为添加剂用于纤维幅上之前添加。增塑剂的特征在于: 在化学合成期间基本上是惰性的, 在此期间它起粘度降低剂的作用, 以便帮助合成。优选的增塑剂是非挥发性多羟基化合物。优选

的多羟基化合物包括：甘油和分子量为约 200 至约 2000 的聚乙二醇，其中分子量为约 200 至约 600 的聚乙二醇是特别优选的。当所述增塑剂在制备季铵成份期间添加时，它们占所制备产品的约 5%至约 75%。特别优选的混合物包含约 15%至约 50%的增塑剂。

## 5      载体

在此使用的“载体”指完全溶解化学造纸添加剂的流体，或用于乳化化学造纸添加剂的流体，或用于悬浮化学造纸添加剂的流体。载体也可以用作包含化学添加剂或有助于输送化学造纸添加剂的载体。所有参考是可互换的，且是非限制性的。分散体是包含化学造纸添加剂的流体。本文所用的术语“分散体”包括真正的溶液、悬浮液和乳液。对于本发明来说，  
10 所有术语可互换且非限制性的。如果载体是水或水溶液，那么，在接触组合物之前，优选将热纸幅干燥到其平衡水分含量(在标准条件下)之下。但是，该方法也适用于在其平衡水分含量时或附近的薄页纸。

载体用于稀释上文所述的形成本发明的分散体的组合物的活性成分。  
15 载体可以溶解所述组分(真溶液或胶束溶液)或所述组分可以完全分散于整个载体中(分散体或乳液)。悬浮液或乳液的载体通常是其连续相。也就是说，分散体或乳液的其它组分以分子水平或离散颗粒的形式分散在整个载体中。

对于本发明来说，载体所起到的一个作用是稀释柔软活性组分的浓度  
20 以便使这类组分可以被有效且经济地施用到薄页纸幅上。例如，如下文所讨论，施用这类活性组分的一种方式是将其喷射到辊上，然后将所述活性成分传送到移动的薄页纸幅上。通常，仅需要很低量(如，相关的薄页纸重量的 2%量级)的柔软活性组分来有效改善薄页纸的柔软触感。这意指需要很准确的计量和喷射体系来将“纯”柔软活性组分分布在工业规模的薄页  
25 纸幅的整个宽度。

载体的另一作用是输送活性柔软组合物，该组合物呈相对于薄页纸结构不易移动的形式。具体地说，施用本发明的组合物使得组合物的活性组分主要位于吸收性薄页纸幅的表面上且吸收入纸幅内部最小是合乎需要的。尽管不希望受理论的束缚，申请人认为柔软组合物与优选的载体的相  
30 互作用产生了悬浮颗粒，该颗粒比如果在没有载体下施用活性组分更快且更永久地结合。例如，认为季化柔软剂在水中的悬浮液呈液晶形式，其能

够牢固地沉积在薄页纸幅表面的纤维表面上。相比而言，在没有载体帮助下施用的季化柔软剂，即以熔融形式施用的季化柔软剂往往将芯吸到薄页纸幅的内部。

5 申请人已经发现，载体和包含所述载体的柔软组合物特别适合于帮助柔软活性成份以工业规模施用到薄页纸幅上。

在本发明的最简单实施方案中，柔软成份能溶解于载体中，并在其中形成溶液。但是，如上文所指出的那样，用作适合的柔软活性成份的溶剂的材料，就安全性和环境原因，在工业上并不是希望的。因此，就本发明而言，适合于供载体使用的材料必须与在此所述的柔软活性成份相容，且  
10 与本发明的柔软组合物将沉积于其上的薄页纸基材相容。此外，合适的材料必须不含任何产生安全性问题的成份(在对于薄页纸制备过程中或就使用本文所述的柔软组合物的薄页纸产品的使用者来说)且不会产生不可接受的环境问题。就本发明的载体而言，合适的材料包括羟基官能的液体，最优选是水。

#### 15 电解质

尽管水是用于本发明的载体中的特别优选的物质，但单独将水用作载体并不是优选的。具体地说，当本发明的优选柔软活性成份以适合于应用至薄页纸幅上的水平分散于水中时，该分散体将具有不可接受的高粘度。不被理论束服，申请人认为将水和本发明的柔软活性成份组合以形成这类  
20 分散体将产生具有高粘度的液晶相。具有所述高粘度的组合物难于施用到薄页纸幅上而起柔软纸幅的作用。

申请人已发现，通过简单地将合适的电解质添加至载体中，柔软活性成份在水中的分散体的粘度能够大大地降低，同时保持了柔软组合物中的柔软活性成份的希望的高含量。另外，不被理论束服，申请人认为，电解质  
25 通过屏蔽电双层而部分起作用，所述电双层包围阳离子柔软活性组分的颗粒的水悬浮液。

就适用于本发明的载体中的材料并且能有效地降低柔软活性成份在水中的分散体的粘度而言，满足上述总体要求的任何电解质适用于本发明的载体中。特别是，满足上述要求的任一已知的水溶性电解质均可包括在本  
30 发明柔软组合物的载体中。当存在电解质时，其用量可高达柔软组合物重量的约 25%重量，但优选不大于柔软组合物重量的约 15%重量。优选的是，

电解质的用量,以无水电解质重量计,在柔软组合物重量的约 0.1%和约 10%重量之间。更优选的是,电解质的用量在柔软组合物重量的约 0.3%和约 1.0%重量之间。电解质的最小用量为足以提供希望粘度的量。分散体通常显示出非牛顿流变性,并且是剪切稀化的,当利用下面测试方法部分所述的方法,在 25℃和 100 秒<sup>-1</sup>剪切速率下进行测量时,具有通常从约 10 厘泊(cp)至约 1000 厘泊、优选从约 10 厘泊至约 200 厘泊的希望粘度。合适的电解质包括:碱金属或碱土金属的卤化物、硝酸盐、亚硝酸盐和硫酸盐,以及相应的铵盐。其它有用的电解质包括:简单有机酸的碱金属盐和碱土金属盐,如甲酸钠和乙酸钠,以及相应的铵盐。优选的电解质包括:钠、钙和镁的氯化物盐。氯化钙是本发明柔软组合物特别优选的电解质。不被理论束服,据信,氯化钙的保湿性能和其赋予施用了组合物的吸收性薄页纸产品的平衡水分含量的永久变化使得氯化钙是特别优选的。即,申请人认为,氯化钙的保湿性能使之成为水分储存器,该储存器能够向薄页纸的纤维素结构供应水分。正如本领域公知的那样,水分用作纤维素的增塑剂。因此,与不存在氯化钙的类似结构相比,水合氯化钙所供应的水分使得纤维素在更广的环境相对湿度范围内具有理想的柔软度。如果需要,各种电解质的相容性掺混物也是适用的。

### 双层破坏剂

本发明的柔软组合物进一步优选包含双层破坏剂(bilayer disrupter)。正如上面所示出的那样,尽管载体,特别是其电解质,在制备本发明柔软薄页纸幅时起所需的作用,但也希望限制沉积在薄页纸幅上的载体的量。如上所述,添加电解质能使柔软组合物中柔软活性成份的浓度增加,而不过度地增加粘度。然而,如果使用过多的电解质,可能会发生相分离。申请人已发现,将双层破坏剂添加至柔软组合物中,将使更多的柔软活性成份能够掺入其中,同时将粘度保持在可接受的水平。在此使用的“双层破坏剂”是有机物质,当与载体中的柔软活性成份的分散体混合时,它与载体或柔软活性成份的至少一种相容,并将使分散体的粘度下降。

不被理论束服,据信,双层破坏剂通过渗透柔软活性成份在载体中的分散体的液晶结构的栅栏层(palliside layer)并破坏液晶结构的顺序而起作用。所述破坏作用据信将减少疏水性物质-水界面处的界面张力,因此将促进柔韧性,并使粘度降低。在此使用的术语“栅栏层”,意指描述亲水基

团和疏水层中开始的几个碳原子之间的区域 (M. J. Rosen, 表面活性剂和界面现象, 第二版, 第 125 页和 126 页)。

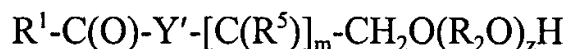
除提供上述粘度降低益处以外, 适合于用作双层破坏剂的材料应当与柔软组合物的其它组份相容。例如, 合适的材料应当不与使柔软组合物损失柔软能力的其它组份反应。

用于本发明组合物中的双层破坏剂优选是表面活性物质。所述物质包含疏水部分和亲水部分。优选的亲水部分是聚烷氧基化基团, 优选的是聚乙氧基化基团。这样的优选物质的用量在柔软活性成份量的约 1% 和约 15% 之间。优选的是, 双层破坏剂的含量在柔软活性成份量的约 3% 和约 10% 之间。

特别优选的双层破坏剂是: 由饱和和/或不饱和的、伯、仲和/或支链的胺, 酰胺, 氧化胺脂肪醇, 脂肪酸, 烷基苯酚, 和/或烷基芳基羧酸化合物衍生得到的非离子表面活性剂; 优选的是, 每种物质的疏水链、更优选的是烷基或烯基链中含有约 6 至约 22、更优选约 8 至 18 个碳原子; 其中所述化合物的至少一个活性氢被环氧乙烷部分乙氧基化, 其中环氧乙烷部分小于等于 50, 优选小于等于 30, 更优选为约 3 至约 15, 更为优选的是约 5 至约 12, 以便提供约 6 至约 20、优选约 8 至约 18、更为优选从约 10 至约 15 的 HLB 值。

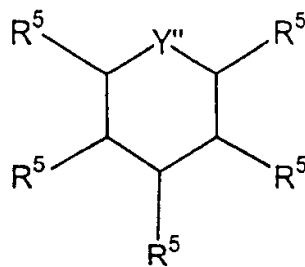
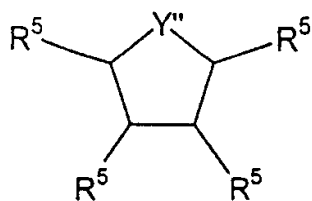
合适的双层破坏剂还包括: 选自如下 a、b、c 的带有庞大端基的非离子表面活性剂和合适相稳定剂:

a. 下式的表面活性剂:



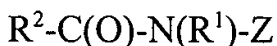
式中  $R^1$  选自: 饱和或不饱和的、伯、仲或支链的烷基或烷基-芳基烃; 所述烃链的长度为约 6 至约 22;  $Y'$  选自下列基团:  $-O-$ ;  $-N(A)-$  及其混合物; 而  $A$  选自下列基团:  $H$ ;  $R^1$ ;  $-(R^2-O)_z-H$ ;  $-(CH_2)_xCH_3$ ; 苯基或取代的芳基, 其中  $0 \leq x \leq$  约 3,  $z$  为约 5 至约 30; 每个  $R^2$  选自下列基团或下列基团的混合物:  $-(CH_2)_n-$  和/或  $-[CH(CH_3)CH_2]-$ ; 每个  $R^5$  选自下列基团:  $-OH$ ; 和  $-O(R^2O)_z-H$ ;  $m$  为约 2 至约 4;

b. 下式的表面活性剂:



- 5 式中 Y''=N 或 O; 每个 R<sup>5</sup> 独立地选自如下基团: -H、-OH、-(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>CH<sub>3</sub>、-O(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub>-H、-OR<sup>1</sup>、-OC(O)R<sup>1</sup> 和 -CH(CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z'</sub>-H)-CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z''</sub>-C(O)R<sup>1</sup>, x 和 R<sup>1</sup> 如上定义并且 5 ≤ z, z' 和 z'' ≤ 20, 更优选的是, 5 ≤ z+z'+z'' ≤ 20, 最优选的是杂环为五元环, 其中 Y''=O, 一个 R<sup>5</sup> 为 -H, 两个 R<sup>5</sup> 为 -O(R<sup>2</sup>O)<sub>z</sub>-H, 至少一个 R<sup>5</sup> 是下列结构: -CH(CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z'</sub>-H)-CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z''</sub>-C(O)R<sup>1</sup>, 其中
- 10 8 ≤ z+z'+z'' ≤ 20, R<sup>1</sup> 为 8-20 碳原子并且无芳基的烃;

c. 下式的多羟基脂肪酸酰胺表面活性剂:



- 式中: 每个 R<sup>1</sup> 为 H、C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 烷基、C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 烷氧基烷基或羟烷基; R<sup>2</sup> 为 C<sub>5</sub>-C<sub>31</sub> 烷基部分; 每个 Z 为具有线性烷基链的多羟基烷基部分, 其中至少 3 个羟基直接连接至所述烷基链上, 或者其乙氧基化衍生物; 每个 R' 为 H 或环状
- 15 的单糖或多糖, 或其烷氧基化衍生物; 和

合适的相稳定剂也包括: 由一种表面活性剂离子与适于降低稀释粘度的相反电荷的表面活性剂离子或电解质离子中和所形成的表面活性剂配合物。

- 20 双层破坏剂的代表性例子包括:

(1) 烷基或烷基-芳基烷氧基化非离子表面活性剂

- 合适的烷基烷氧基化非离子表面活性剂通常由饱和或不饱和的、伯、仲和支链的脂肪醇, 脂肪酸, 烷基苯酚, 或烷基芳基羧酸(例如苯甲酸)衍生物得到, 其中活性氢被小于等于约 30 个烯化氧、优选环氧乙烷部分(例如环氧乙烷和/或环氧丙烷)烷氧基化。在此使用的这些非离子表面活性剂在烷基或链烯基链上优选具有约 6 至约 22 个碳原子且是直链或支链构形, 优选为具有约 8 至约 18 个碳原子的直链构形, 其中烯化氧优选存在于伯位, 每烷基链上有平均数量小于等于约 30 摩尔烯化氧、更优选的是约 3 至约 15 摩尔烯化氧、最优选约 6 至约 12 摩尔烯化氧。优选的这类物质还具有低于约
- 25 70°F(21°C)的倾点和/或在这些柔软组合物中不固化。带有直链的烷基烷氧基化表面活性剂的例子包括: 得自壳牌公司的 Neodol®91-8、23-5、25-9、1-9、
- 30

25-12、1-9 和 45-13, 得自 BASF 的 Plurafac®B-26 和 C-17, 以及得自 ICI Surfactants 的 Brij®76 和 35。支链的烷基烷氧基化的表面活性剂的实例包括得自 Union Carbide 的 Tergitol®15-S-12、15-S-15 和 15-S-20 和得自 GAF 的 Emulphogene® BC-720。烷基-芳基烷氧基化表面活性剂的例子包括: 得自  
 5 Huntsman 的 Surfonic N-120, 得自 Rhone Poulenc 的 Igepal®CO-620 和 CO-710, 得自联合碳化物公司的 Triton®N-111 和 N-150, 得自 Dow 的 Dowfax®9N5 以及得自 BASF 的 Lutensol®AP9 和 AP14。

## (2) 烷基或烷基-芳基胺或氧化胺非离子烷氧基化表面活性剂

具有胺官能度的合适的烷基烷氧基化的非离子表面活性剂通常由: 被  
 10 转化成胺或胺氧化物的、饱和或不饱和的、伯、仲和支链的脂肪醇, 脂肪酸, 脂肪甲基酯, 烷基苯酚, 烷基苯甲酸酯和烷基苯甲酸衍生得到; 并且所述表面活性剂被仲烷基或烷基-芳基烃取代或不取代, 所述烃带有在胺官能团处连接的一个或两个烯化氧链, 并且每个链每摩尔胺含有≤约 50 摩尔烯化氧部分(例如环氧乙烷和/或环氧丙烷)。在此使用的胺、酰胺或氧化  
 15 胺表面活性剂具有约 6 至约 22 个碳原子且是直链构形或支链构形, 优选有一个约 8 至约 18 个碳原子的直链构形的、带有一个或两个连接到胺部分的烯化氧链的烃, 每个胺部分有平均数量小于等于约 50 摩尔烯化氧、更优选的是约 3 至约 15 摩尔烯化氧, 最优选的是在胺部分上有一烯化氧链, 每个胺部分包含约 6 至约 12 摩尔烯化氧。优选的这类物质还具有低于约 70°F(21  
 20 °C)的倾点和/或在这些柔软组合物中不固化。乙氧基化胺表面活性剂的例子包括: 得自 Rhone Poulenc 的 Berol®397 和 303 和得自 Akzo 的 Ethomeens®C/20、C25、T/25、S/20、S/25 和 Ethodumeens®T/20 和 T25。

优选的是, 烷基或烷基-芳基烷氧基化表面活性剂以及烷基或烷基-芳基胺、酰胺和氧化胺烷氧基化物这样的化合物具有下列通式:



式中每个  $R^1$  选自: 饱和或不饱和, 伯、仲或支链的烷基或烷基-芳基烃; 所述烃链优选具有约 6 至约 22 个碳原子、更优选约 8 至约 18 个碳原子、更为优选的是约 8 至约 15 个碳原子, 优选的是线性的并且没有芳基部分; 其中每个  $R^2$  选自下列基团或下列基团的混合物:  $-(CH_2)_n-$  和/或  
 30  $-[CH(CH_3)CH_2]-$ ; 式中约  $1 < n \leq$  约 3; Y 选自下列基团:  $-O-$ ;  $-N(A)_q-$ ;  $-C(O)O-$ ;  $-(O \leftarrow)N(A)_q-$ ;  $-B-R^3-O-$ ;  $-B-R^3-N(A)_q-$ ;  $-B-R^3-C(O)O-$ ;  $-B-R^3-N(\rightarrow O)(A)-$ ;

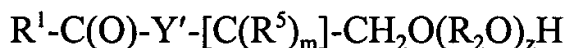
及其混合物；其中 A 选自下列基团：H； $R^1$ ； $-(R^2-O)_z-H$ ； $-(CH_2)_xCH_3$ ；苯基，或取代的芳基，其中  $0 \leq x \leq \text{约 } 3$ ，B 选自下列基团： $-O-$ ； $-N(A)-$ ； $-C(O)O-$ ；及其混合物，其中 A 如上述定义；并且其中每个  $R^3$  选自下列基团： $R^2$ ；苯基；或取代的芳基。在每个烷氧基链中的末端氢能被短链  $C_{1-4}$  烷基或酰基替代，以便“封住”烷氧基链。z 为约 5 至约 30。p 为乙氧基化物链的数量，通常为 1 或 2，优选为 1，m 为疏水链的数量，通常为 1 或 2，优选为 1，q 为完成所述结构的数量，通常为 1。

优选的结构是这样的物质，其中  $m=1$ ， $p=1$  或 2，并且  $5 \leq z \leq 30$ ，q 为 1 或 0，但当  $p=2$  时，q 必须为 0；更优选的是这样的物质，其中  $m=1$ ， $p=1$  或 2，并且  $7 \leq z \leq 20$ ；更为优选的是这样的结构，其中  $m=1$ ， $p=1$  或 2，并且  $9 \leq z \leq 12$ 。优选的 y 为 0。

### (3) 烷氧基化的和非烷氧基化的带有庞大端基的非离子表面活性剂

带有庞大端基的合适的烷氧基化和非烷氧基化的双层破坏剂通常由饱和或不饱和的，伯、仲和支链的脂肪醇，脂肪酸，烷基苯酚以及烷基苯甲酸衍生得到，其中所述的这些物质是由碳水化合物基团或杂环端基衍生的。然后可以用更多的烷基或烷基-芳基烷氧基化烃或非烷氧基化烃对该结构进行取代或不取代。杂环或碳水化合物被一个或多个烯化氧链(例如环氧乙烷和/或环氧丙烷)进行烷氧基化，每个链具有  $\leq \text{约 } 50$ ，优选  $\leq \text{约 } 30$  摩尔每摩尔杂环或碳水化合物。在此使用的在碳水化合物或杂环表面活性剂上的烃基团具有约 6 至约 22 个碳原子，并且为直链或支链构形，优选的是有一个约 8 至约 18 个碳原子的烃基，所述烃基带有一个或两个烯化氧链碳水化合物或杂环部分，其中每个烯化氧链以平均数量为  $\leq \text{约 } 50$ ，优选  $\leq \text{约 } 30$  摩尔烯化氧每个碳水化合物或杂环部分存在，更优选的是约 3 至约 15 摩尔烯化氧每个烯化氧链，而最优选的是每个表面活性剂分子总计包含约 6 至约 12 摩尔的烯化氧，其中包括在烃链上的和杂环或碳水化合物上的烯化氧。该类双层破坏剂的例子是得自 ICI Surfactants 的 Tween<sup>®</sup>40，60 和 80。

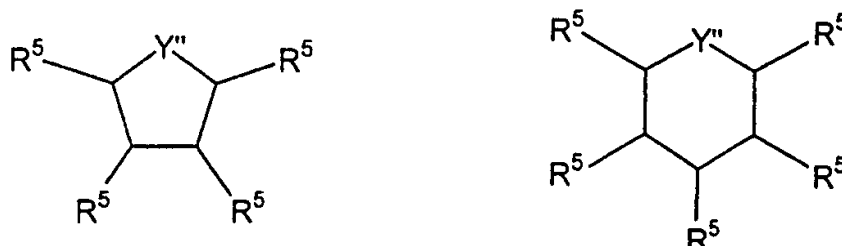
优选的是，带有庞大端基的烷氧基化和非烷氧基化的非离子表面活性剂具有下列通式：



式中  $R^1$  选自：饱和或不饱和的、伯、仲或支链的烷基或烷基-芳基烃；所述烃链的长度从约 6 至 22； $Y'$  选自下列基团： $-O-$ ； $-N(A)-$ ；及其混合物；

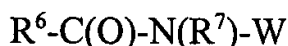
而 A 选自下列基团:  $H$ ;  $R^1$ ;  $-(R^2-O)_z-H$ ;  $-(CH_2)_xCH_3$ ; 苯基或取代的芳基, 其中  $0 \leq x \leq \text{约 } 3$ ,  $z$  为约 5 至约 30; 每个  $R^2$  选自下列基团或下列基团的混合物:  $-(CH_2)_n-$  和/或  $-[CH(CH_3)CH_2]-$ ; 每个  $R^5$  选自下列基团:  $-OH$ ; 和  $-O(R^2O)_z-H$ ;  $m$  为约 2 至约 4;

5 该类表面活性剂的另一有用的通式是:



- 10 式中  $Y''=N$  或  $O$ ; 每个  $R^5$  独立地选自如下基团:  $-H$ 、 $-OH$ 、 $-(CH_2)_xCH_3$ 、 $-O(OR^2)_z-H$ 、 $-OR^1$ 、 $-OC(O)R^1$  和  $-CH_2(CH_2-(OR^2)_{z'}-H)-CH_2-(OR^2)_z-C(O)R^1$ ,  $x$ 、 $R^1$  和  $R^2$  如上文 D 部分所定义并且  $5 \leq z$ ,  $z'$  和  $z'' \leq 20$ , 更优选的是,  $5 \leq z+z'+z'' \leq 20$ 。在该结构的特别优选的形式中, 杂环为五元环, 其中  $Y''=O$ , 一个  $R^5$  为  $-H$ , 两个  $R^5$  为  $-O(R^2O)_z-H$ , 至少一个  $R^5$  是下列结构:
- 15  $-CH(CH_2-(OR^2)_{z''}-H)-CH_2-(OR^2)_z-C(O)R^1$ , 其中约  $8 \leq z+z'+z'' \leq \text{约 } 20$ ,  $R^1$  为约 8 至约 20 个碳原子并且无芳基的烃;

另一类能使用的表面活性剂是下式的多羟基脂肪酸酰胺表面活性剂:



- 20 式中: 每个  $R^7$  为  $H$ 、 $C_1-C_4$  烷基、 $C_1-C_4$  烷氧基烷基或羟烷基, 例如 2-羟乙基、2-羟丙基等, 优选为  $C_1-C_4$  烷基、更优选为  $C_1$  或  $C_2$  烷基、最优选为  $C_1$  烷基(即甲基)或甲氧基烷基;  $R^6$  为  $C_5-C_{31}$  烷基部分、优选为直链  $C_7-C_{19}$  烷基或烯基、更优选为直链  $C_9-C_{17}$  烷基或烯基、最优选为直链  $C_{11}-C_{17}$  烷基或烯基, 或其混合物;  $W$  为具有线性烷基链的多羟基烷基部分, 其中至少 3 个羟基直接连接至所述烷基链上, 或者其乙氧基化衍生物(优选乙氧基化或丙氧基化的衍生物)。W 优选由还原胺化反应中的还原糖衍生得到; 更优选的是, W 是糖基(glycityl)部分。W 优选选自下列基团:  $-CH_2-(CHOH)_n-CH_2OH$ ,  $-CH(CH_2OH)-(CHOH)_n-CH_2OH$ ,  $-CH_2-(CHOH)_2(CHOR')(CHOH)-CH_2OH$ , 式中  $n$  为 3-5 的整数(包括 3 和 5), 每个  $R'$  为  $H$  或环状的单糖或多糖, 或其烷氧基化衍生物。最优选的是其中  $n=4$  的糖基, 特别是  $-CH_2-(CHOH)_4-CH_2O$ 。
- 30 上述 W 部分的混合物是所希望的。

例如,  $R^6$  为 N-甲基, N-乙基, N-丙基, N-异丙基, N-丁基, N-异丁基,

N-2-羟乙基, N-1-甲氧丙基或 N-2-羟丙基。

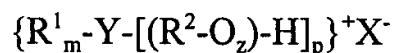
$R^6$ -CO-N<例如可以是椰油酰胺(cocamide)、硬脂酰胺、油酰胺、月桂酰胺、肉豆蔻酰胺、癸酰胺、棕榈酸酰胺、牛脂酰胺等。

W 为 1-脱氧葡萄糖基(glucityl)、2-脱氧果糖基(fructityl)、1-脱氧麦芽糖基(maltityl)、1-脱氧乳糖基(lactityl)、1-脱氧半乳糖基(galactityl)、1-脱氧甘露糖基(mannityl)、1-脱氧麦芽三糖基(maltotriosityl)等。

#### (4) 烷氧基化阳离子季铵表面活性剂

适用于本发明的烷氧基化阳离子季铵表面活性剂通常由：被转换成任选地能进一步与另外的长链烷基链或烷基-芳基基团反应的胺的脂肪醇、脂肪酸、脂肪甲基酯、烷基取代苯酚、烷基取代的苯甲酸和/或烷基取代的苯甲酸酯和/或脂肪酸衍生得到；所述胺化合物然后与一个或两个烯化氧链进行烷氧基化，每个链具有≤约 50 摩尔的烯化氧部分(例如环氧乙烷和/或环氧丙烷)每摩尔胺。典型的该类物质是由脂族饱和或不饱和、伯、仲或支链的胺的季铵化作用而得到的产物，所述胺有一个或两个约 6 至约 22 个碳原子的烃链，所述烃链在胺原子上被一个或两个烯化氧链烷氧基化，并且每个链有小于等于约 50 个烯化氧部分。在此使用的胺烃有约 6 至约 22 个碳原子，并且是直链或支链构形，优选具有一个为直链构型的具有约 8 至约 18 个碳原子烷基烃基团。合适的季铵表面活性剂由连接至胺部分上的一个或两个烯化氧链制得，每个烷基链上平均含≤约 50 摩尔的烯化氧，更优选的是约 3 至约 20 摩尔的烯化氧，最优选的是约 5 至约 12 摩尔烯化氧每个疏水基团，例如每个烷基基团。该类优选的物质还具有低于约 70°F(21°C)的倾点和/或在这些柔软组合物中不固化。合适的这类双层破坏剂的例子包括：得自 Akzo 的 Ethoquad®18/25, C/25 和 O/25 和得自 Witco 的 Variquat®-66(软牛脂烷基二(多氧乙基)乙基硫酸铵，总乙氧基单元为约 16)。

优选的是，铵烷氧基化的阳离子表面活性剂的化合物具有下列通式：



式中  $R^1$  和  $R^2$  如先前 D 部分的定义；

Y 选自下列基团： $=N^+-(A)_q$ ； $-(CH_2)_n-N^+-(A)_q$ ； $-B-(CH_2)_n-N^+-(A)_2$ ； $-(\text{苯基})-N^+-(A)_q$ ； $-(B-\text{苯基})-N^+-(A)_q$ ；其中 n 为约 1 至约 4。

每个 A 独立地选自下列基团： $H$ ， $R^1$ ， $-(R^2O)_x-H$ ； $-(CH_2)_xCH_3$ ；苯基，和取代的芳基；其中  $0 \leq x \leq$  约 3；B 选自下列基团： $-O-$ ； $-NA-$ ； $-NA_2$ ； $-C(O)O-$ ；

和-C(O)N(A)-; 其中  $R^2$  如前定义;  $q=1$  或  $2$ ; 和

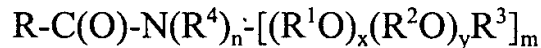
$X^-$  为与织物柔软剂活性成分和辅助成分相容的阴离子。

优选的结构是这样的物质, 其中  $m=1$ ,  $p=1$  或  $2$ , 并且约  $5 \leq z \leq$  约  $50$ 、更优选的是这样的结构, 其中  $m=1$ ,  $p=1$  或  $2$ , 并且约  $7 \leq z \leq$  约  $20$ , 最优选

5 的是这样的结构, 其中  $m=1$ ,  $p=1$  或  $2$ , 并且约  $9 \leq z \leq$  约  $12$ 。

#### (5) 烷基酰胺烷氧基化的非离子表面活性剂

合适的表面活性剂具有如下结构:



10 式中  $R$  为  $C_{7-21}$  的线性烷基、 $C_{7-21}$  的支链烷基、 $C_{7-21}$  的线性烯基、 $C_{7-21}$  的支链烯基及其混合物。优选的是  $R$  为  $C_{8-18}$  的线性烷基或烯基。

$R^1$  为  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ,  $R^2$  为  $C_3-C_4$  线性烷基、 $C_3-C_4$  支链烷基及其混合物; 优选的是  $R^2$  为  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-$ 。包含  $R^1$  和  $R^2$  单元的混合单元的表面活性剂优选包含约  $4$  至约  $12$  个  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$  单元以及约  $1$  至约  $4$  个  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-$  单元。这些单元可以交互或以适合于配方的任何混合的形式组合在一起。优选的

15 是,  $R^1$  单元和  $R^2$  单元之比为约  $4:1$  至约  $8:1$ 。优选的是,  $R^2$  单元(即,  $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-$ )连接至氮原子上, 然后是包含约  $4$  至约  $8$  个  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$  单元的剩余部分的链上。

$R^3$  是  $\text{H}$ 、 $C_1-C_4$  线性烷基、 $C_3-C_4$  支链烷基及其混合物; 优选的是氢或甲基, 更优选的是氢。

20  $R^4$  是  $\text{H}$ 、 $C_1-C_4$  线性烷基、 $C_3-C_4$  支链烷基及其混合物; 优选的是氢。当指数  $m$  等于  $2$  时, 指数  $n$  等于  $0$  并且  $R^4$  单元不存在。

指数  $m$  为  $1$  或  $2$ , 指数  $n$  为  $0$  或  $1$ , 前提条件是  $m+n$  等于  $2$ ; 优选的是  $m$  等于  $1$  且  $n$  等于  $1$ , 形成一个  $[(R^1O)_x(R^2O)_yR^3]$  单元并且  $R^4$  存在于氮原子上。指数  $x$  为  $0$  至约  $50$ , 优选为约  $3$  至约  $25$ , 更优选为约  $3$  至约  $10$ 。指数

25  $y$  为  $0$  至约  $10$ , 优选为  $0$ , 然而, 当指数  $y$  不等于  $0$  时,  $y$  从  $1$  至约  $4$ 。优选的是, 所有烯化氧单元均为乙烯氧基单元。

合适的乙氧基化烷基酰胺表面活性剂的例子是得自 Witco 的 Rewopal®C<sub>6</sub>, 得自 Stepan 的 Amidox®C5 和得自 Akzo 的 Ethomid®O/17 和 Ethomid®HT/60。

#### 30 柔软组合物的少量组份

本发明的优选柔软组合物的载体也能包含如现有技术中已知的少量成

份。其例子包括：当将本发明的柔软组合物施用到薄页纸幅上时，用于调节 pH 的无机酸或缓冲体系(对于某些柔软活性成份而言，要求这些以用于保持水解稳定性)和作为减少发泡的加工助剂的消泡成份(例如从道康宁公司(Midland,MI)以 Dow Corning 2310 购买的聚硅氧烷乳液)。

5 稳定剂也可以用来改善分散体的均匀性和贮存期限。例如，为此目的，可以包括乙氧基化聚酯，如得自 Clariant 公司(Charlotte, NC)的 HOE S 4060。

也可以使用加工助剂，包括例如增白剂，如可以将得自 CIBA-GEIGY(Greensboro, NC)的 Tinopal CBS-X 加入到分散液中以便容易定量观察施用的均匀性，这是通过在紫外光下观察含施用于表面的柔软组  
10 合物的薄页纸幅成品而进行的。

### 形成柔软组合物

如上所述，适用于本发明的优选的柔软组合物是柔软活性成份在载体中的分散体。取决于所选的柔软活性成份，希望的施加量和其它因素，如可能需要组合物中有特定用量的柔软活性成份，柔软活性成份的用量可以在组合物重量的约 10%和约 55%之间改变。优选的是，柔软活性成份占组  
15 合物重量的约 25%至约 50%。最优选的是，柔软活性成份占组合物重量的约 30%至约 45%。非离子表面活性剂的含量为柔软活性成份含量的约 1%至约 15%、优选的是约 2%至约 10%。取决于用来生产柔软活性成份的方法，柔软组合物也可以包含约 2%至约 30%、优选约 5%至约 25%的增塑剂。如  
20 上所述，载体的优选主要组份是水。此外，载体优选包含碱金属或碱土金属卤化物电解质并且可以包含调节 pH、控制发泡或有助于分散体稳定性的少量成份。

特别优选的适用于本发明的柔软组合物(组合物 1)按如下进行制备。各物质更为具体地在接着该说明的详述组合物的表中限定。每一步中所用的  
25 量足以得到该表中所详细描述的最终组合物。向适量水中添加盐酸(25%溶液)、消泡剂成份和非离子表面活性剂。然后，将该混合物加热到 165°F(75℃)。在加热水混合物的同时，通过将柔软活性成份和增塑剂的共混物加热到约 150°F(55℃)的温度下，而将其熔化。然后，在搅拌下将柔软活性成份和增塑剂的共混物慢慢添加至加热的酸性水相中，使分散相均匀地分布于  
30 整个载体中。(聚乙二醇的水溶解性可能将其带入连续相中，但这对于本发明并不是关键性的，更为疏水的并因此保留与季铵化合物的烷基链缔合的

增塑剂也落在本发明的范围之内)。在柔软活性成份彻底分散之后,在混合下间歇地添加部分氯化钙(为 2.5%的溶液),以便提供降低的起始粘度。然后,在持续搅拌下,慢慢地将稳定剂添加至混合物中。用于该目的,可以使用均化分散体的任一方法。一种可接受的均化 40 加仑量的柔软组合物的方法是使用购自 Tekmar Company(Cincinnati, OH)的 Ultra-Turrax, T45 S4 型均化器,将该均化器浸没在该物质中 4 小时。然后,使组合物冷却到室温,且在搅拌下缓慢加入稳定剂。最后,在持续混合下,添加剩余的氯化钙(作为 25%的溶液)和补充水。

#### 组合物 1

| <u>组份</u>           | <u>浓度</u> |
|---------------------|-----------|
| 连续相                 |           |
| 水                   | 足量至 100%  |
| 电解质 <sup>1</sup>    | 0.5%      |
| 消泡剂 <sup>2</sup>    | 0.2%      |
| 双层破坏剂 <sup>3</sup>  | 2.0%      |
| 盐酸 <sup>4</sup>     | 0.02%     |
| 增塑剂 <sup>5</sup>    | 19%       |
| 增白剂 <sup>6</sup>    | 89ppm     |
| 稳定剂 <sup>7</sup>    | 0.5%      |
| 分散相                 |           |
| 柔软活性成份 <sup>5</sup> | 40.0%     |

- 10 1. 电解质包含 0.34%得自 2.5%的氯化钙水溶液和 0.16%得自 25%的氯化钙水溶液,
2. 消泡剂包含聚硅氧烷乳液-由道康宁公司(Midland,MI)销售的 Dow Corning 2310<sup>®</sup>,
3. 双层破坏剂包含合适的非离子表面活性剂,得自壳牌化学公司(Houston,TX),
- 15 商品名为 NEODOL,
4. 盐酸得自 J. T. Baker 化学公司(Phillipsburg, NJ),
5. 增塑剂和柔软活性成分由 Witco 化学公司(Dublin, OH)预混合,共混物包含约 2 份牛脂二酯季化物(Adogen SDMC-型)和 1 份聚乙二醇 400,
6. 增白剂是 Tinopal CBS-X, 可从 CIBA-GEIGY(Greensboro, NC)买到,

7. 稳定剂是得自 Clariant 公司(Charlotte, NC)的 HOE S 4060。

最终的化学柔软组合物是：适于施加至如下所述的薄页纸幅的乳状、低粘度的分散体，以便给由所述纸幅生产的薄页纸提供所希望具有的触觉柔软度。所述组合物显示出剪切稀化的非牛顿粘度。合适的是，当在 25°C 和 100 秒<sup>-1</sup>的剪切率下,利用下面测试方法部分所述的方法进行测量,所述组合物的粘度低于约 1000 厘泊。优选的是，所述组合物的粘度低于约 500 厘泊。更优选的是，粘度低于约 100 厘泊。

#### 施用方法

在本发明的一个优选实施方案中，可以在薄页纸幅已经干燥并起皱后，将优选的柔软组合物施用到薄页纸上。

该方法的第一步如上文所述的那样，包含提供纤维幅 50。纸幅 50 具有第一面 51 和与第一面 51 相对的第二面 52，正如图 1-3 中所示出的那样。应当理解的是，纸幅 50 可以包含多层结构，如双层结构。在这种情况下，第一面 51 属于多层中的一层，而第二面属于另一层。还提供如上文所述的功能化学添加剂(或“化学添加剂”或简称“添加剂”)40。优选的是，化学添加剂选自柔软剂、乳液、润肤剂、润肤露(lotion)、局部用药物、皂类、抗微生物剂和抗菌剂、滋润剂、涂料、油墨和染料、强度添加剂、吸收添加剂、粘结剂、不透明剂、填料及其组合。

如果添加剂包含柔软剂，柔软剂添加剂可以选自：润滑剂、增塑剂、阳离子剥离剂、非阳离子剥离剂及其混合物。柔软剂还可以选自季铵化合物、叔胺化合物、聚硅氧烷化合物及其混合物。

如果添加剂包含强度添加剂，强度添加剂可以选自永久湿强度树脂、暂时湿强度树脂、干强度树脂及其混合物。

如果添加剂包含吸收添加剂，吸收添加剂可以选自聚乙氧基化物、烷基乙氧基化的酯、烷基乙氧基化的醇、烷基聚乙氧基化的壬基苯酚及其混合物。

将化学添加剂 40 沉积在纤维幅 50 的第一侧 51 上。将化学添加剂沉积在纸幅的第一面上的步骤的优选方法包含挤压涂布、喷涂、印刷涂布及其任意组合。在挤压涂布中，发现使用图 7 所示的喷射挤压模 30 是有益的。喷射挤压模 30 包含本体 31、内部流体储存器 32 和预喷射通道 33。将 1999 年 2 月 26 日提交的普通转让的专利申请 09/258,497(P&G 案号 7447)引入本

发明作为参考。

另一挤压模，称为 70 并示于图 8 中，也适用于实施本发明。该模包含其中具有空腔的  
 本体 71 和至少一个配合入空腔中的尺寸合适的可拆卸的垫片 75。优选的是，本体 71 由成对的 71a 和 71b 部分形成，所述部分的构造  
 5 将垫片 75 夹在其间。垫片 75 包含多个从其中通过的槽 76，每个槽具有一个开口端。在 71a 和 71b 部分中的一个中的分配通道 74 接收添加剂 40。当  
 垫片 75 在本体 71 中时，每个狭缝 76 和部分 71a 和 71b 的邻近垫片的表面形成通道，它们的结构能够提供在分配通道 74 和在出口唇板 72、73 之间  
 形成的出口之间的流体连通。在一个实施方案中，狭缝 76 提供添加剂 40  
 10 的不连续的珠。在另一实施方案中，在添加剂 40 沉积到纸幅 50 的第一面  
 51 上之前，狭缝 76 的开口端向外扩张以方便添加剂 40 的加宽。而且，垫片的边缘(或侧)79 (和因此得到的狭缝 76 的开口端)可以至少相对于出口唇板 72、73 之一凹入，如以便刚好在流出由狭缝 76 所形成的流动通道之后  
 且在沉积在纸幅 50 的第一面 51 上之前使添加剂 40 的各物流相连接。将 1999  
 15 年 2 月 26 日提交的普通转让的专利申请 09/258,498(P&G 案号 7392)引入本  
 发明作为参考。

将功能添加剂 40，如柔软组合物施用到纸幅 50 上的方法还可以包括喷雾和印刷。在本发明的一个优选方面，通过使用递纸表面来完成分散的柔软组合物的喷雾。将分散的柔软组合物喷涂到递纸表面上，然后递纸表面  
 20 与干燥的薄页纸幅接触，然后所述纸幅卷到母辊上。完成该施用的一个特别方便的方法是将柔软组合物喷到一对压光辊的一个或两个上，该压光辊除用作本发明的柔软组合物的递纸表面外，还用于将干燥的薄页纸幅的厚度减少或控制到最终产品的所需厚度(caliper)。

图 9 示出了将柔软组合物施用到薄页纸幅 50 上的一种方法。湿薄页纸幅 50 在承载织物 14 上，通过转向辊 2 并在承载织物 14 运行通过转向辊 16  
 25 时，通过压辊 3 的作用转移到扬克式烘缸 5 上。将纸幅用粘结剂固定到扬克式烘缸 5 的圆筒表面上。可以通过喷雾施用器而将涂敷粘结剂。通过蒸汽加热的扬克式烘缸 5 和借助未示出的装置加热并通过干燥橱 6 循环的热空气完成干燥。然后通过刮刀 7 将纸幅 55 从扬克式烘缸上干起皱，此后它  
 30 被称为起皱的纸页 55。通过喷涂器 8 和 9 将本发明的柔软组合物喷雾到称为上压光辊 10 的上递纸表面和/或称为下压光辊 11 的下递纸表面上，这取

决于将柔软组合物施用到薄页纸幅的两侧或仅施用到一侧上。然后纸页 55 接触递纸表面 10 和 11。如果需要可以蒸发一部分载体，在该方法中是通过提供加热递纸表面的一侧或两侧的手段而进行的。然后被处理的纸幅 55 运行通过纸轴 12 的周边部分，然后卷绕在母辊 13 上。

5       适用于递纸表面 10、11 的举例性的物质包括金属(如钢、不锈钢和铬)，非金属(如适宜的聚合物、陶瓷、玻璃)和橡胶。适用于将本发明的柔软组合物喷雾到递纸表面上的设备包括枪外混合器(external mix)、空气雾化喷嘴，如 Spraying Systems Co. (Wheaton, IL)的 SU 14 空气雾化喷嘴(Air cap # 73328 和 Fluid cap #2850)。适用于将含柔软组合物的液体印刷到递纸表面上的设备包括照相凹版印刷机和苯胺凸版印刷机。

10       如果给递纸表面进行加热，加热的递纸表面的温度优选低于柔软组合物的沸点。因此，如果载体的主要组分是水，则加热的递纸表面的温度应当低于 100℃。当将水用作载体的主要组分且需要加热递纸表面时，温度优选为 50 - 90℃、更优选为 70 - 90℃。

15       尽管不希望受理论的束缚或以其它方式限制本发明，申请人提供的下列描述是在造纸操作期间遇到的典型的工艺条件及其对本发明所述的一个优选方法的影响。扬克式烘缸升高了薄页纸页的温度且除去水分。扬克式烘缸内的蒸汽压为约 110PSI(750kPa)。该压力足以将圆筒的温度升高到约 170℃。当除去纸页内的水分时，升高了圆筒上的纸张的温度。当纸页离开  
20 刮刀时纸页的温度可以超过 120℃。纸页运行通过空间到达圆筒和卷轴，并丧失部分热量。卷绕在卷轴内的纸张的温度为约 60℃。最后，纸页冷却到室温。取决于纸张卷轴的尺寸，这可以在任何地方在几小时至几天内发生。当纸张冷却时，它还从大气中吸收水分。

25       由于优选在纸张过干燥时，将本发明的柔软组合物施用到纸张上，通过该方法与柔软组合物一起加入到纸张内的水分不足以使纸张丧失显著量的其强度和厚度。因此，不需要进一步的干燥。

30       另外，也可以将来自本发明的柔软组合物的有效量的柔软活性成分施用到在起始干燥后已经冷却且水分已经与其环境平衡的薄页纸幅上。施用本发明的柔软组合物的方法与上文所述的用于将这类组合物施用到热的、过干燥的薄页纸幅上的方法基本上相同。即，可以将柔软组合物施用到一递纸表面上，然后该表面将组合物施用到薄页纸幅上。这类递纸表面不需

要加热，因为本发明的优选组合物的理想的流变性质使得能够在薄页纸幅的整个宽度上进行均匀涂布。并且，优选将柔软组合物施用到呈宏观均匀形式的递纸表面上以便随后转移到薄页纸幅上，使得基本上整个纸页从柔软组合物的作用中受益。合适的递纸表面包括有图案的印刷辊、雕刻的传递辊(网纹传墨辊)和可以是具体设计用于施用柔软组合物的部分装置或设计用于薄页纸幅的其它功能的部分装置的平滑辊。适用于将本发明的柔软组合物施用到与环境平衡的薄页纸幅上的装置的实例是 1998 年 9 月 28 日以 Vinson 等人的名字授权的普通转让的 US 5,814,188 中描述的凹版辊和印刷法，将所述文件的公开内容引入本发明作为参考。而且，如上文所指出，  
5 可以将本发明的组合物施用到设计用于其它功能(如，将薄页纸幅加工成吸收性薄页纸成品)的装置的平滑辊(如，通过一对夹紧辊而喷雾)。

尽管不希望受理论的束缚，但本申请人认为用于实施本发明的柔软组合物特别适合施用于与环境平衡的薄页纸幅上，这是因为：

1. 这类柔软组合物包含高含量的柔软活性组分和其它非挥发性的组分。结果是，通过这类柔软组合物携带到薄页纸幅上的水量较低。例如，  
15 当以提供 0.5% 柔软活性成分的量将上文所述的优选的组合物(组合物 1)施用到薄页纸幅上时，同时还将约 0.5% 的水施用到纸幅上。申请人已经发现，这类纸幅仍具有令人接受的强度和尺寸稳定性；和

2. 优选的电解质氯化钙的吸湿性将至少一部分水结合在组合物中，因此它不会令人不能接受地降低被处理的纸幅的拉伸性能。  
20

当如上文所述已经将纸幅进行处理且根据本说明书的测试方法部分所描述的方法评估上文所述的纸幅的柔软度时，发现它们具有明显的柔软度专家小组所评定的柔软度改进。

下一步包括使纤维幅 50 的第一面 51 接触纤维幅 50 的第二面 52，从而  
25 将化学添加剂 40 从第一面 51 部分传递到第二面 52，以致于纤维幅 50 的第一面 51 和第二面 52 均包含功能有效量的化学添加剂 40。本文所用的术语“功能有效量”指这样的量的化学添加剂，该量使得纸幅 50 获得化学添加剂的沉积所期望获得的品质。在添加剂 40 包含柔软剂的情况下，功能有效量优选是至少 0.05 克/平方米纸幅 50、更优选是至少 0.1 克/平方米纸幅 50、  
30 最优选是至少 0.15 克/平方米纸幅 50。

优选的是，使第一面接触纤维幅的第二面并将化学添加剂从第一面传

递到第二面上的步骤包含连续地将纤维幅 50 卷绕到卷轴 60 上，如图 1 和 2 所示。当纸幅 50 卷绕到卷轴 60 上时，化学添加剂 40 从纤维幅 50 的第一面 51 上的第一位置 P1 传递到纤维幅 50 的第二面 52 上的第二位置 P2，第二位置 P2 相对于纸幅 50 平面与第一位置 P1 偏离。优选的是，纸幅 50 在机器方向 MD 以运输速度连续运行。然后，纤维幅的第二面上的第二位置 P2 在机器方向 MD 偏离纤维幅的第一面上的第一位置 P1。本领域普通技术人员将理解，可以通过第一位置 P1 和第二位置 P2 之间的部分纸幅 59 所形成的曲线(或环)的长度来测量偏离的程度(图 2)。本文所用的术语“机器方向”，在几个附图中以定向箭头“MD”表示，指平行于基材 50 通过造纸设备的流动的方向。术语“垂直机器方向”，以定向箭头“CD”表示，指垂直于机器方向 MD 并位于基材 50 的大致平面内的方向。

据信，当纸幅 50 卷绕到卷轴上时，在纸幅 50 的第一面 51 和第二面 52 之间存在剪切力，接触点(如，第一位置 P1 和第二位置 P2 之间)方便功能添加剂 40 从纸幅 50 的第一面 51 传递到第二面 52。

根据本发明，从纤维幅 50 的第一面 51 传递到纤维幅 50 的第二面 52 上的化学添加剂 40 的量应使得第二面 52 上的化学添加剂 40 的表面浓度 SC2 与第一面 51 上的化学添加剂 40 的表面浓度 SC1 的比例(在本文中称为“R”)优选为至少约 1:4、更优选为至少约 1:2、最优选为至少约 1:1。不同的是应说明，由于化学添加剂 40 从纸幅 50 的第一面 51 传递到第二面 52，根据本发明的方法，至少约 20%、优选至少约 33%、更优选至少约 50% 的添加剂 40 从纸幅 50 的第一面 51 传递到第二面 52。本文所用的功能化学添加剂 40 的“表面浓度”是通过下文所述的测试方法部分中描述的 Sutherland Rub Tester 来测量的。

为了将功能有效量的化学添加剂 40 从纸幅 50 的第一面 51 传递到第二面 52，重要的是在使第一面 51 接触第二面 52 的步骤之前或期间，应将化学添加剂 40 保持在可传递的条件(状态)下。一种将化学添加剂 40 保持在可传递的条件下的方法包含保持充分粘度的添加剂 40 使得当第一面 51 接触第二面 52 时，第一面 51 未吸收沉积在其上的整个量的添加剂 40，足够部分的添加剂 40 游离于第一面 51 的纤维且可通过接触传递。

本领域普通技术人员了解可以通过各种方法来影响流体的粘度。例如，通过降低流体的温度可以提高粘度。在本发明的柔软组合物中，通过降低

载体的量和/或增加其中所含的固体的量可以有益地提高粘度。并且，降低添加剂 40 所经受的剪切率(取决于施用方法)将降低添加剂 40 的粘度，条件是添加剂 40 呈现出许多功能添加剂、包括本发明的优选化学柔软组合物所呈现的触变性。

5 纸幅 50 的表面孔隙度也可以影响将化学添加剂 40 保持在可传递条件下的能力。本文的“表面孔隙度”指在纸幅的第一面 51 的平面方向上观察的本发明的薄页纸幅的网状纤维结构所形成的平均毛细管尺寸。如果平均毛细管尺寸降低，则表面孔隙度降低，如果平均毛细管尺寸升高，则表面孔隙度升高。本领域普通技术人员将认识到优选具有低表面孔隙度以便将  
10 化学添加剂 40 最佳地保持在可传递的条件下，条件是所有其它工艺条件恒定。

本文所用的术语“开放时间(open time, OP)”指功能化学添加剂 40 的沉积与功能化学添加剂 40 从纤维幅 50 的第一面 51 传递到第二面 52 之间所经过的时间。对于在机器方向 MD 连续承载的纤维幅来说，通过用分离  
15 沉积仪和传递点(通常是卷轴)的距离除以纸幅速度来测定开放时间。因此，通过使沉积仪和传递点的距离最小化并使纸幅速度最大化来促进本发明。

“滴吸收时间(Drop Absorbency Time, DAT)”是功能化学添加剂 40 的小滴吸收入纤维幅 50 的第一表面 51 所经过的时间。测定滴吸收时间的方法在下文的测试方法部分描述。滴吸收时间是选择功能化学添加剂的特性和纤维幅的表面特性以便与开放时间配合以提供功能有效量的化学添加剂的传递的有用量度。根据本发明，功能添加剂 40 包含柔软剂的开放时间优选小于约 1 秒、更优选小于约 0.1 秒、进一步优选小于约 0.05 秒、最优选小于约 0.015 秒。  
20

术语功能化学添加剂 40 的“表面浓度(Surface Concentration)”是根据  
25 说明书的测试方法部分所述的方法测定的位于纤维幅表面上的纤维内的功能化学添加剂 40 的浓度。该方法称为“功能化学添加剂的表面浓度”。借助 Sutherland Rub 测试仪来进行测定，使用标准毛毯采用所述测试仪来摩擦纤维幅的表面，移去从表面摩擦出的一部分纤维并分析所移去的纤维的已知的功能化学添加剂的浓度。

30 如本发明的说明书测试方法部分所提供的方法：“柔软活性成分的量”来进行季化的纸张柔软剂的测定。该方法可应用于整个纸样上或“功能化

学添加剂表面浓度分析”法中所回收的纤维样品，该方法也在本发明说明书的测试方法部分中描述。

上文所述的化学功能添加剂可应用于递纸表面上，然后该递纸表面将组合物施用到薄页纸幅上。应当以宏观均匀的方式将柔软组合物施用到递纸表面上，用于随后传递到递纸表面上，以致于基本上整个纸页从化学功能添加剂的效果中受益。在施用于递纸表面后，载体中的一部分挥发性组分蒸发，优选留下沉积物，该沉积物含有载体的挥发性组分的任何残留的未挥发部分、化学功能添加剂的活性成分和化学功能添加剂的其它非挥发性组分。“沉积物”指不连续的物件和连续的薄膜。如果沉积物是不连续的，它们可以是均匀的尺寸或不同的尺寸；而且它们可以以规则的图案或不规则的图案排列，但是沉积物宏观上是均匀的。优选沉积物由不连续的元件构成。

## 实施例

### 实施例 1

实施例 1 说明体现本发明的至少一个实施方案的薄页纸的制备。该实施例说明了设置有优选的柔软组合物的层状薄页纸的制备和如上文所述制备的本发明的优选施用方法。通过其各自的施用方法将组合物施用到纸幅的一侧并将纸幅卷绕形成母辊。在接触时，柔软组合物以功能有效量从纸幅的一侧传递到另一侧。

在本发明的实践中，使用长网造纸机。

利用常规碎浆机制备约 3% 重量的桉树纤维的含水悬浮液(slurry)并且使该悬浮液通过浆管(stock pipe)通向长网的流浆箱。

利用常规碎浆机制备约 3% 稠度的 NSK 的含水悬浮液并且使该悬浮液通过浆管通向长网的流浆箱。

为了赋予最终产品以暂时湿强度，制备 Parez 750®的 1%的分散体并以最终的起皱的干纸幅的干重量计，足以输送约 0.3% Parez 750®的速率添加至 NSK 和桉树的浆管中。借助使处理过的悬浮液的湍流混合而增强暂时湿强度树脂的吸附。

在混合浆泵的入口处，用白水将 NSK 纤维和桉树纤维的物流稀释至分别以 NSK 纤维和桉树纤维的总重量计约 0.2%的浓度。在两个独立的混合浆泵的入口附近，在用白水稀释之前，将桉树物流等分成两个独立的物流。

将 NSK 纤维和桉树纤维的独立的稀释的混合浆泵后的悬浮液导入适当装备的多通道的流浆箱中以保持独立物流直到排入运行的长网上为止，其中一个桉树物流是最上部的物流，NSK 物流是中部物流，而第二桉树物流是最下部的物流。将独立的物流排入运行的长网上并通过长网进行脱水且

5 通过挡水板和真空箱辅助。

在递纸位置处以约 15 % 的纤维浓度将湿纸胚从长网传送到带图案的干燥织物上。设计干燥织物以产生图案致密的薄页纸，所述薄页纸具有在高密度(压节)区的连续网络内排列的不连续的低密度挠曲区。该干燥织物是通过将不透的树脂表面浇注到纤维网眼支承织物上而形成的。支承织物是 45  
10 × 52 长丝、双层网状物。树脂浇注物的厚度是在支承织物之上约 10 密尔。压节区域是约 40 % 且开孔以每平方英寸约 72 的频率保持。

通过真空辅助的脱水完成进一步的脱水直到纸幅的纤维稠度约为 28 %。

在与有图案的成形织物保持接触期间，通过穿透预干燥器对有图案的  
15 纸幅进行预干燥到纤维稠度为约 62 % 重量。

然后将半干的纸幅转移到扬克式烘缸上并用包含 0.125 % 聚乙烯醇的水溶液的喷雾的起皱粘结剂粘附到扬克式烘缸表面上。以基于纸幅干重量计 0.1 % 粘结剂固体物的比率将起皱粘结剂传送到扬克式烘缸表面上。

在利用刮刀从扬克式烘缸对纸幅进行干起皱之前，使纤维的浓度增加  
20 至约 96%。

所述刮刀具有约 25 度的斜角并且相对扬克式烘缸放置，以便提供约 81 度的冲击角。该扬克式烘缸在约 350°F(177°C)的温度下和约 3000 英尺/分钟(1000 米/分钟)的速度运行。

然后，卷绕纸幅，产生起皱百分数为约 18 % 的母辊。本领域普通技术  
25 人员将理解，术语“起皱百分数”指卷轴和扬克式烘缸之间的速度差。

然后，将母辊解卷，用化学柔软混合物将表面进行改性，再次卷绕。

在制备化学柔软混合物中所用的物质是：

1. 与聚乙二醇 400 和 Neodol 91-8 预混合的、部分氢化的牛脂二酯氯化季铵化合物。所述预混物是：约 68 % 季铵化合物(得自 Witco Corporation  
30 的 Adogen SDMC-型季化物)、30 % 的 PEG 400(得自 J. T. Baker 公司(Phillipsburg, NJ))和约 2 % Neodol(得自 Shell 化学公司(Houston, TX))。

2. 氯化钙颗粒：得自 J. T. Baker 公司(Phillipsburg, NJ)。
3. 聚二甲基硅氧烷(DC2310)，得自道康宁公司(Midland, MI.)。
4. 盐酸(25%溶液)，得自 J. T. Baker 公司(Phillipsburg, NJ)。
5. 增白剂是 Tinopal CBS-X，得自 CIBA-GEIGY(Greensboro, NC)。
6. 稳定剂是 HOE S 4060，得自 Clariant 公司(Charlotte, NC)。

这些物质按如下进行制备，以便形成本发明的柔软组合物。

化学柔软组合物是通过下述方法制备的：向所需量的去离子水中加入增白剂和聚二甲基硅氧烷。然后使用盐酸将溶液的 pH 调节至约 4。将所得的混合物加热到约 75℃。将季铵化合物、PEG 400 和 Neodol 91-8 的预混物加热到约 65℃并在搅拌下计量加入水预混物中，直至混合物完全均匀为止。在持续搅拌的同时，以 2.5%水溶液的形式添加约一半氯化钙。然后在持续混合下添加稳定剂。在持续搅拌下，借助添加剩余的氯化钙(25%的溶液)，而实现最终的粘度下降。按足以提供具有下列合适浓度的组合物的比例，混合各组份：

|    |        |                  |
|----|--------|------------------|
| 15 | 40 %   | 部分氢化的牛脂二酯氯化季铵化合物 |
|    | 39 %   | 水                |
|    | 19 %   | PEG 400          |
|    | 1 %    | Neodol 91-8      |
|    | 0.5 %  | 氯化钙              |
| 20 | 0.5 %  | 稳定剂              |
|    | 0.2 %  | 聚二甲基硅氧烷          |
|    | 0.02 % | 盐酸               |
|    | 98ppm  | 增白剂              |

在冷却和加入补充水后，当利用测试方法部分所述的方法，在 25℃和 100 秒<sup>-1</sup>剪切率下进行测量时，组合物具有约 200 厘泊的粘度。

通过喷射挤压模将化学柔软组合物传递到纸幅上。切割该模使得模的尖端形成刀边，其中形成刀边的两个表面之间的角度约 90 度。刀边的尖端和含有化学柔软组合物的内储存器之间的距离约 0.010 英寸。然后，通过刀边的尖端且进入内部流体储存器中钻孔，孔的平均长度为约 0.010 英寸，形成预喷射(prejet)通道，直径为约 0.008 英寸。从中心到中心的孔的间距沿喷射挤压模的刀边为约 0.010 英寸，其中挤压模的刀边在纸幅的垂直机器方向

对齐。

将喷射挤压模 30 的内部流体储存器 32(图 7)中的化学组合物预喷射通道 33 的出口加压,使得流体流入、通过预喷射通道 33 且然后从其中流出,形成每孔每分钟约 5.2 毫升的流动速率。喷射器在相对于纸幅的平面在机器方向成 45 度的方向在空气中运动。纸幅 50 的定量为每 3000 平方英尺约 22 磅。在离开喷射模尖端后喷射器运行约 0.5 英寸直到它接触纸幅为止,其中它在纸幅顶部形成凸出的沉积物。然后,纸幅 50 在机器方向上朝复卷机运行约 0.25 秒的开放时间。

单独评估所述的纸幅和柔软组合物的组合的滴吸收时间(DAT)。DAT 值为约 2.5 秒;因此,开放时间与 DAT 的比率为约 0.1。

含有化学柔软组合物的纸幅 50 卷绕到母辊上,从而含有化学柔软组合物的那一面(第一面 51)不与复卷机表面接触,而是与在卷绕母辊上的纸幅表面(第二面 52)接触。

将纸幅加工成层状的单层的起皱的构图致密化的薄页纸产品,在纸幅 50 的两侧 51, 52 上有功能有效量的化学柔软组合物。相比于未经处理的对照物,所得的经处理的薄页纸具有改进的触觉柔软感。

下表示出了第二面 52 上的化学柔软组合物相对于第一面 51 上的化学柔软组合物的表面浓度。

## 实施例 2

实施例 2 说明体现本发明的至少一个实施方案的薄页纸的制备。该实施例说明了设置有优选的柔软组合物的层状薄页纸幅的制备和如上文所述制备的本发明的优选施用方法。通过其各自的施用方法将组合物施用到纸幅的一侧并将纸幅卷绕形成母辊。

在本发明的实践中,使用长网造纸机。

利用常规碎浆机制备约 3% 重量的桉树纤维的含水悬浮液并且使该悬浮液通过浆管通向长网的流浆箱。

利用常规碎浆机制备约 3% 稠度的 NSK 的含水悬浮液并且使该悬浮液通过浆管通向长网的流浆箱。

为了赋予最终产品以暂时湿强度,制备 Parez 750®的 1%的分散体并以最终的起皱的干纸幅的干重量计,足以输送约 0.3% Parez 750®的速率添加至 NSK 的浆管中。借助使处理过的悬浮液通过在线混合器而增强暂时湿强

度树脂的吸附作用。

在其各自独立的混合浆泵的入口处，用白水将 NSK 纤维和桉树纤维的独立物流稀释至分别以 NSK 纤维和桉树纤维的总重量计约 0.2% 的浓度。将通过混合浆泵后的桉树纤维物流等分成两个独立的物流。

5 将 NSK 纤维和桉树纤维的独立的通过混合浆泵后的悬浮液导入适当装备的多通道的流浆箱中以保持独立物流直到排入运行的长网上为止，其中桉树物流中的一个是最上部的物流，NSK 物流是中部物流，而第二桉树物流是最下部的物流。将独立的物流排入运行的长网上并通过长网进行脱水且通过挡水板和真空箱辅助，形成湿纸胚。

10 在递纸位置处以约 15 % 的纤维稠度将湿纸胚从长网传送到带图案的干燥织物上。设计干燥织物以产生图案致密的薄页纸，所述薄页纸具有在高密度(压节)区的连续网络内排列的不连续的低密度挠曲区。该干燥织物是通过将不透的树脂表面浇注到纤维网眼支承织物上而形成的。支承织物是 45 × 52 长丝、双层网状物。树脂浇注物的厚度是在支承织物之上约 10 密尔。

15 压节区域是约 40 % 且开孔以每平方英寸约 72 的频率保持。

通过真空辅助的脱水完成进一步的脱水直到纸幅的纤维稠度约为 28 %。

在与有图案的成形织物保持接触期间，通过穿透预干燥器对有图案的纸幅进行预干燥到纤维稠度为约 62 % 重量。

20 然后将半干的纸幅转移到扬克式烘缸上并用包含 0.125 % 聚乙烯醇的水溶液的喷雾的起皱粘结剂粘附到扬克式烘缸表面上。以基于纸幅干重量计 0.1 % 粘结剂固体物的比率将起皱粘结剂传送到扬克式烘缸表面上。

在利用刮刀从扬克式烘缸对纸幅进行干起皱之前，使纤维的稠度增加至约 96%。

25 所述刮刀具有 25 度的斜角并且相对扬克式烘缸放置，以便提供约 81 度的冲击角。该扬克式烘缸在约 350°F(177°C)的温度下和约 800 英尺/分钟(约 250 米/分钟)的速度运行。

然后，用化学柔软混合物对母辊进行表面改性，然后卷绕到母辊上。

在化学柔软混合物制备中所用的物质是：

30 1. 与聚乙二醇 400 和 Neodol 91-8 预混合的、部分氢化的牛脂二酯氯化季铵化合物。所述预混物是：约 68 % 季铵化合物(得自 Witco Corporation

的 Adogen SDMC-型季化物)、30 % 的 PEG 400(得自 J.T.Baker 公司(Phillipsburg, NJ))和约 2 % 的 Neodol(得自 Shell 化学公司(Houston, TX))。

2. 氯化钙颗粒: 得自 J. T. Baker 公司(Phillipsburg,NJ)。

3. 聚二甲基硅氧烷(DC2310), 得自道康宁公司(Midland, MI.)。

5 4. 盐酸, 得自 J. T. Baker 公司(Phillipsburg,NJ)。

5. 增白剂是 Tinopal CBS-X, 得自 CIBA-GEIGY(Greensboro, NC)。

6. 稳定剂是 HOE S 4060, 得自 Clariant 公司(Charlotte, NC)。

这些物质如下进行制备, 以便形成本发明的柔软组合物。

10 化学柔软组合物是通过下述方法制备的: 向所需量的去离子水中加入增白剂和聚二甲基硅氧烷。然后使用盐酸将溶液的 pH 调节至约 4。将所得的混合物加热到约 75℃。将季铵化合物、PEG 400 和 Neodol 91-8 的预混物加热到约 65℃并在搅拌下计量加入水预混物中, 直至混合物完全均匀为止。在持续搅拌的同时, 以 2.5%水溶液的形式添加约一半氯化钙。然后在持续混合下添加稳定剂。在持续搅拌下, 借助添加剩余的氯化钙(25%的溶液),  
15 而实现最终的粘度下降。按足以提供具有下列合适浓度的组合物的比例, 混合各组份:

|    |        |                  |
|----|--------|------------------|
|    | 40 %   | 部分氢化的牛脂二酯氯化季铵化合物 |
|    | 39 %   | 水                |
|    | 19 %   | PEG 400          |
| 20 | 1 %    | Neodol 91-8      |
|    | 0.5 %  | 氯化钙              |
|    | 0.5 %  | 稳定剂              |
|    | 0.2 %  | 聚二甲基硅氧烷          |
|    | 0.02 % | 盐酸               |
| 25 | 98ppm  | 增白剂              |

在冷却和加入补充水后, 当利用测试方法部分所述的方法, 在 25℃和 100 秒<sup>-1</sup> 剪切率下进行测量时, 组合物具有约 200 厘泊(cp)的粘度。

通过窄缝挤压模将化学柔软组合物传递到纸幅上。纸幅首先与窄缝挤压模的前沿边(leading edge)接触; 前沿边的长度为约 0.25 英寸, 绕前沿边的纸卷的角度为约 5 度。纸幅与窄缝接触, 其被窄缝挤压模的前沿边和后沿边(trailing edge)分开。在纸幅运行的方向上前沿边与后沿边之间的距离为

30

约 0.005 英寸，其中实现化学柔软组合物的均匀流动分布。以每分钟每英寸约 2.2 毫米的流动速率在窄缝模的前沿边和后沿边之间挤出化学柔软组合物。化学柔软组合物与定量为每 3000 平方英寸约 22 磅的纸幅接触。纸幅和化学柔软组合物沿窄缝挤压模的后沿边移动；后沿边的长度为约 0.25 英寸，绕后沿边的纸卷的角度为约 5 度。

纸幅朝复卷机移动，开放时间为约 0.35 秒，然后含有化学柔软组合物的纸幅卷到母辊上，从而使得含有化学柔软组合物的那一面不与复卷机表面接触，而是与在卷绕母辊上的纸幅表面接触。

单独评估所述的纸幅和柔软组合物的组合的滴吸收时间(DAT)。DAT 值约 2.5 秒；因此，开放时间与 DAT 的比率为约 0.14。

将纸幅加工成层状的单层的起皱的构图的致密化的薄页纸产品，在纸幅的两侧上有功能有效量的化学柔软组合物。相比于未经处理的对照物，所得的经处理的薄页纸具有改进的触觉柔软感。

下表示出了第二面 52 上的化学柔软组合物相对于第一面 51 上的化学柔软组合物的表面浓度。

#### 实施例 3

实施例 3 类似于实施例 2，不同之处在于通过窄缝挤压模的流率为每分钟每英寸 5.1 毫升。

下表示出了第二面 52 上的化学柔软组合物相对于第一面 51 上的化学柔软组合物的表面浓度。

#### 实施例 4

实施例 4 类似于实施例 2，不同之处在于通过窄缝挤压模的流率为每分钟每英寸 8.7 毫升。

下表示出了第二面 52 上的化学柔软组合物相对于第一面 51 上的化学柔软组合物的表面浓度。

#### 实施例 5

实施例 5 类似于实施例 2，其中通过窄缝挤压模的流率为每分钟每英寸 5.8 毫升。纸幅的定量为每 3000 平方英尺约 24 磅。

下表示出了第二面 52 上的化学柔软组合物相对于第一面 51 上的化学柔软组合物的表面浓度。

|       | 纸幅上的季化<br>化学柔软组合<br>物的浓度(磅/<br>吨) | 第一面上的季<br>化化学柔软组<br>合物的浓度(磅<br>/吨) | 第二面上的季<br>化化学柔软组<br>合物的浓度(磅<br>/吨) | 第一面上的化<br>学柔软组合物<br>的浓度与第二<br>面上的化学柔<br>软组合物的浓<br>度之比 |
|-------|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| 实施例 1 | 47                                | 178                                | 74                                 | 约 5: 2                                                |
| 实施例 2 | 10                                | 180                                | 91                                 | 约 2: 1                                                |
| 实施例 3 | 23                                | 176                                | 192                                | 约 1: 1                                                |
| 实施例 4 | 38                                | 132                                | 123                                | 约 1: 1                                                |
| 实施例 5 | 23                                | 103                                | 109                                | 约 1: 1                                                |

## 测试方法

### 功能化学添加剂分析的表面浓度

5 使用 Sutherland Rub Tester 通过掉毛摩擦测试(lint rub testing)来测定功能化学添加剂 40 的表面浓度。该测试仪使用发动机在静止的纤维幅 50 上摩擦称重的毛毯 5 次。使用该毛毯从纤维幅 50 得到一部分摩擦的纤维。摩擦的纤维的功能化学添加剂含量的合适的定量分析提供了位于纤维幅 50 表面上的添加剂 40 的浓度的指示。

10 该方法尤其适用于卫生纸或擦面纸产品，但是可以应用于任何松散粘结的纤维结构。

15 在掉毛摩擦试验前，被试验的试样应根据引入本文作为参考的 Tappi 方法#T402OM-88 进行调节处理。此处，试样在相对湿度为 10~35%和温度为 22~40℃下被预调节 24 小时。在此预调节步骤完成后，试样在相对湿度为 48~52%和温度为 22~24℃下被调节 24 小时。此摩擦试验还应该在恒定的温度与湿度的室内进行。

Sutherland 摩擦测试仪可从 Testing Machines, Inc. (Amityville, NY, 11701)获得。首先通过除掉和废弃任何可能已在加工时(例如最通常的是在卫生纸卷的外侧的部分)已经磨损的产物的任何部分来制备试样。具体地说，对单层卫生纸产品而言，切去三段，每段含有二片单层制品，并放置在工

作台面上。然后将每个试样对半折叠以致使折叠痕沿卫生纸试样的横向或垂直机器方向(CD)走向。对于其它类型或形状的纤维幅产品而言,可以使用类似于按照指示折叠的卫生纸页的尺寸。

从 Cordage Inc.(800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217)得到一片 30" × 40"的 Crescent #300 纸板。使用切纸刀切出六片尺寸为 2.5" × 6"的纸板。通过将纸板压入到 Sutherland 摩擦测试仪的下压钉上而在六张纸板的每一张上冲出二个孔。

然后,将 2.5" × 6"的纸板的每一片居中并小心地将其放置在三张先前折叠的试样顶部上。确保纸板的 6"边与每一薄页纸试样的纵向或机器方向 (MD)平行。

将纤维幅试样的暴露部分的一边折入到纸板的背面上。用得自 3M Inc.(3/4"宽 Scotch Brand, St. Paul, MN)的胶带将此边固定到纸板上。紧握另一下垂(over-hanging)的纤维幅边并且将它整齐地折叠到纸板的背面上。在保持将纸整齐地配合到纸板上的同时,胶带将此第二边固定到纸板的背面。对每张试样重复此程序。

翻转每张试样和将薄页纸的横向边用胶带固定到纸板上。约一半的胶带应与薄页纸接触而另一半应粘合到纸板上。对每个试样重复该过程。如果在试样制作过程的任何时候薄页纸试样出现破裂、撕裂或磨损时,废弃该试样并用新的试样条制作新的试样。现在纸板上有三个试样。

对于毛毯的制备来说,从 Cordage Inc.(800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217)得到一片 30" × 40"的 Crescent #300 纸板。使用切纸刀切出三片尺寸为 2.25" × 7.25"的纸板。在纸板的白色侧画出二条与短边平行的线,一条距纸板的顶边为 1.125"而另一条距纸板的最下边为 1.125"。用剃刀使用直尺作引导器小心地刻划线的长度。将其刻到深度约为纸页厚度的一半。这样的刻划使纸板/毛毯组件紧紧地配合在 Sutherland 摩擦测试仪的重物周围。在纸板的此刻划面上画出与纸板的长边平行的箭头。

切出三块尺寸为 2.25" × 8.5" × 0.0625"的黑毛毯(由 New England Gasket, 550 Broad Street, Bristol, CT 06010 得到的 F-55 或等同物)。将此毛毯放置在纸板的未刻划的毛面上以致使毛毯与纸板的长边平行和对齐。确保毛毯的绒毛面朝上。同时还使毛毯在纸板的最上和最下边外伸出约 0.5"。整齐地将伸出的毛毯边折叠到纸板的背面用 Scotch 牌胶带固定。制备总数为三块的

毛毯/纸板组件。

四磅重物具有 4 平方英寸的有效接触面积以提供每平方英寸为一磅的接触压力。由于接触压力能通过改变被安装在重物的表面上的橡皮垫片而变化，因此重要的是使用仅由制造商(Brown Inc., Mechanical Services Department, Kalamazoo, MI.)供应的橡皮垫片。如果这些垫片变得坚硬、被磨损或破裂的话，则必须被更换。当不使用时，重物的放置必须使垫不支承重物的全部重量。最好将重物贮存在其一边。

在使用前必须先校准 Sutherland 摩擦测试仪。首先，通过将测试仪的开关移动到“控制(cont)”位置而打开 Sutherland 摩擦测试仪。当测试仪的手柄接近使用者的位置时，将测试仪的开关转到“自动”位置。通过将大仪表盘上的指示仪的指针移动到“5”的设定位置，将测试仪设定为运行 5 冲程。一个冲程是将重物向前和向后完整地移动一次。在每次测试开始与结束时摩擦块的端部应处于最接近操作者的位置。

按以上所述在纸板上制备纤维幅试样。此外，按以上所述在纸板上制备毛毯试样。这二种试样被用于校准仪器而不被用来获取实际试样的数据。

通过将纸板上的孔滑入按钉 (hold-down pins)中而将该校准的薄页纸试样放置在测试仪的底板上。按钉防止试样在测试期间移动。将校准毛毯/纸板试样以纸板侧与重物垫相接触的方式夹持在四磅重物上。确保纸板/毛毯组件平靠重物放置。将该重物钩入在测试仪指针上并轻轻地将薄页纸试样置于重物/毛毯组件之下。最接近操作者的重物的端部必须在纤维幅试样的纸板上而不在纤维幅试样本身上。毛毯必须被平放在纤维幅试样上并且必须与纤维幅表面 100%接触。通过按压“按下”按钮开动测试仪。

记录冲程数并观察和心记相对于试样的毛毯覆盖的重物的开始与停止位置。如果冲程的总次数是五和如果最接近操作者的毛毯覆盖的重物的端部在此次测试的开始与结束时是处于薄页纸试样上的话，校准测试仪并备用。如果冲程的总数不是 5 或者如果最接近操作者的毛毯覆盖的端部在此次测试的开始和结束时是处于薄页纸试样上的话，重复此校准程序直至计数到五个冲程以及最靠近操作者的毛毯覆盖的重物的端部在测试的开始与结束时仍处于纸板上为止。在试样的实际测试期间，监视并观察冲程数与毛毯覆盖的重物的开始位置与终止位置。必要时进行再校准。

按照下列次序进行试样的测定。通过将纸板上的孔滑入按钉中而将薄

页纸试样/纸板组件放置在测试仪的基板上。按钉防止测试期间试样的移动。将校准毛毯/纸板试样以纸板侧与重物垫相接触的方式夹持在四磅重物上。确保纸板/毛毯组件平靠到重物放置。将该重物钩入测试仪指针上并轻轻地将薄页纸试样置于重物/毛毯组件之下。最接近操作者的重物的端部必须在纤维幅试样的纸板上而不在纤维幅试样本身上。毛毯必须平放在纤维幅试样上并且必须与纤维幅表面完全接触。

接着，通过下压“按下”按钮启动测试仪。在五次冲程的终点，测试仪将自动停止。注意毛毯覆盖的重物相对于试样的停止位置。如果朝向操作者的毛毯覆盖的重物的端部在纸板上的话，测试仪正在正确操作。如果朝向操作者的毛毯覆盖的重物的端部在试样上的话，则废弃此次测定并如在 Sutherland 摩擦测试仪校准部分中所指出的那样进行再校准。

除去重物与毛毯覆盖的纸板。检查试样。如果被撕裂的话，则废弃毛毯与试样并重新开始。如果试样是完整无缺的话，从重物上除去毛毯覆盖的纸板，将其放在一边。摩擦所有其余的试样。

在摩擦完所有的试样后，从每个毛毯回收少量纤维。通常，可以使用实验室刮勺除去纤维。所回收的纤维的量需要足以用于将采用的分析方法以分析纤维试样中所含的功能化学添加剂的量。可以除去的实际量随着已经在摩擦到毛毯上的纤维的量而变化，所述量又与被测量的纤维幅的表面完整性相关。注意不要将任何来自毛毯的颗粒引入所回收的纤维试样中。

如果从每个毛毯回收的纤维的量不足以产生纤维试样，可接受的是：重复摩擦三个新毛毯中的一组或两组，将来自两个或更多个毛毯的纤维相结合以形成三个纤维试样的每一个。

一旦从毛毯中回收到足够量的纤维或最大量的可回收的纤维，应当抛弃毛毯。不再使用毛毯条。继续使用纸板直到它们弯曲、撕裂、柔软或不再具有光滑表面为止。可以在两个其它毛毯上重复该方法，产生总共 3 个毛毯试样。

测定应当完成的毛毯摩擦的组数的指导方针是回收足够的纤维以便使其中所含的功能化学添加剂的量可以通过统计学上有效的分析技术检测出。功能化学添加剂分析的一个实例也在该测试方法部分，即，柔软活性成分的含量的方法中作了详细描述，该方法提供了一个用于测定薄页纸或纤维试样上的季化柔软化合物的量的方法。

### 柔软活性成份的含量

该方法详细描述了一种分析本文所述的保留在薄页纸幅或纤维试样上的柔软活性成份的量，所述纤维试样是在上文的“功能化学添加剂分析的表面浓度”法中所回收的。“柔软活性成份的量”方法测定了本文所述的保留在薄页纸幅或纤维试样上的季化柔软活性成份的量。该方法仅是适用于一个特定类别的化学添加剂的定量分析方法的一个例子；具体描述本方法并非意味着排除可以用于测定可能沉积在薄页纸或纤维试样的这些类型的化合物或添加剂的量的其它方法。

下面的方法适用于测量可以借助本发明的方法进行沉积的优选的季铵化合物(QAC)的量。利用溴甲菲啶(dimidium bromide)指示剂，用标准的阴离子表面活性剂(十二烷基硫酸钠-NaDDS)溶液来滴定 QAC。

下面的方法适用于制备所述滴定法中使用的标准溶液。

#### 溴甲菲啶指示剂的制备

向 1 升体积的烧瓶中添加：

- A) 500 毫升蒸馏水；
- B) 40 毫升溴甲菲啶-二硫化物蓝色指示剂储液，得自 Gallard-Schlesinger Industries, Inc.(Carle Place,NY)；
- C) 40 毫升 5N 的  $H_2SO_4$ ；
- D) 用蒸馏水将烧瓶填充至标记处并进行混合。

#### NaDDS 溶液的制备

向 1 升容量瓶中添加：

- A) 称取 0.1154 克 NaDDS，它是以十二烷基硫酸钠(超纯)的形式得自 Aldrich 化学公司(Milwaukee,WI)。
- B) 用蒸馏水将烧瓶填充至标记处并进行混合，以便形成 0.0004N 的溶液。

### 方法

1. 在分析天平上，称取要分析的样品，精确至 0.1 毫克。样品的确切尺寸并不重要，但是应当足以消耗下面步骤 5 中的至少 1 毫升滴定剂。这可能需要反复试验。如果人们滴定被磨损的纤维样品且纤维的量不足，可以从毛毯中收集另外的纤维，在必要时从另外的毛毯添加纤维，正如功能化学添加剂表面浓度分析法中所描述的那样。

2. 将试样置于体积约 150 毫升的玻璃量筒中，所述量筒中有星形磁力搅拌器。利用带刻度的量筒，添加 20 毫升二氯甲烷。

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

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

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

6. 记录所用的滴定剂的体积，精确至 0.05 毫升。

15 7. 利用下面的公式计算产品中 QAC 的含量：

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

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

20 根据本发明，包含柔软组合物的功能足够量的化学添加剂优选为至少 20 磅/吨、更优选至少 50 磅/吨，最优选至少 90 磅/吨。

### 滴吸收时间

25 可以使用微量滴管，如由 Oxford Labware, St. Louis MO 的 Oxford Benchmate, 目录号为 8885-500903 进行合适的滴吸收时间(DAT)的测量。将微量滴管设定到 10 微升，用于将功能化学添加剂 40 的小滴施用到薄页纸表面上。

30 鉴于小滴的小尺寸和使用该方法通常观察到的相对短的时间间隔，通过使用视频照相机，如 Panasonic WV-CL300(使用 Navitron TV Zoom 7000 和 18-108mm Zoom Lens(可变焦距镜头))，来记录小滴的图像。推荐最小以 60 帧/秒进行记录，条件是滴吸收时间(DAT)不在约 0.5 秒以下。测量值低于 0.5 秒的滴吸收时间需要更快速的记录，通过导致更高值的 DAT 的测量

值可能使得能够使用每秒更低的帧，正如本领域普通技术人员公知的那样。选择帧频率使得逐帧地检查事件准确地确定小滴与薄页纸表面接触所经过的时间和小滴何时完全吸收入纤维幅 50 中。应当认识到，根据该方法施用的功能化学添加剂 40 的小滴体积可以变化，由于能够吸入微量滴管并通过柱塞的作用通过尖端排出的功能化学添加剂 40 的量由流体特性、特别是粘度和表面张力确定。

为了确定滴吸收时间，微量滴管充满需要进行测量的功能化学添加剂 40 且纤维幅 50 的位置应便于接受添加剂小滴。纤维幅的取向应当是平的(推荐通过胶粘到刚性表面上而限定)，纤维幅的方向应使得第一面 51 暴露，以便在合适面上接受小滴，正如本发明的方法所预期的那样。微量滴管放置在纤维幅表面上方，柱塞被完全下压，在滴管尖端形成添加剂 40 的小滴。小滴立即与纤维幅 50 的第一面 51 接触，以便开始吸收。

通过将用于计算吸收的帧数除以每秒的帧数来计算滴吸收时间。用于计算吸收的帧数是小滴接触纤维幅 50 的表面 51 和完全吸入表面 51 之间所经过的帧数，这是通过以较慢的运动进行 VCR 再放而计算确定的。发明人发现可接受的可重复的值能够根据开始计数第一帧，然后发生流体-纸幅接触，持续计数，包括在纤维幅 50 的第一面 51 上没有可分辨的流体的第一帧而确定。注意第一面 51 在相当长的时间段内持续呈现出“润湿”状，在此期间化学添加剂 40 仍可保持在本文所定义的可传递条件下。不希望用滴吸收时间来确定用于将添加剂保持在可传递的条件下的绝对时间，而是用该滴吸收时间来与将化学添加剂 40 保持在可传递的条件下的时间长短相关联。

根据本发明，开放时间(OT)与滴吸收时间(DAT)的比率 OT/DAT 优选小于约 3.0、更优选小于约 1.0、最优选小于约 0.5。

### 薄页纸密度

在此使用的术语，薄页纸的密度，指的是该纸张的定量除以厚度计算得到的平均密度，其中包括适当的单位转换。在此使用的纸张的厚度是：当纸张经受  $95\text{g/in}^2$  ( $15.5\text{g/cm}^2$ ) 压缩负载时的纸张厚度。

### 薄页纸的小组评定柔软度

理想的是，在进行柔软度测试之前，最好使被测试的纸样经受引入本发明作为参考的 TAPPI 方法#T402OM-88 的调理。在相对湿度为 10-35%和

22-40℃的温度范围内，对试样进行预调理 24 小时。在该预调理步骤之后，于相对湿度为 48-52%和 22-24℃的温度范围内，对试样进行调理 24 小时。

理想的是，柔软度评定小组测试最好应在控制的恒温和恒湿室内进行。如果这能施行的话，所有试样，包括对比试样均应在相同的环境暴露条件下进行试验。

用类似于在“Manual on Sensory Testing Methods” (ASTM Special Technical Publication 434, 由 American Society For Testing and Materials 1968 出版, 在此将其引入作为参考)中描述的方式, 成对对比地进行柔软度测试。柔软度是使用被称之为成对差别测试(Paired Difference Test)的主观测试而评估的。该方法采用测试材料本身的外部标准。对于触觉柔软度, 以使受

10 验者不能看见试样的方式提供两个试样, 并且根据触觉柔软度, 要求受验者选择其中一个。用称之为评定小组评分单位(PSU)的值报道测试结果。对在此用 PSU 报道的柔软度测试得到的柔软度数据, 进行大量的柔软度评定小组测试。在每个测试中, 要求十个有经验的柔软度评判员对三组成对试

15 样的相对柔软度进行评定。对每对试样进行评判, 每个评判员每次只评判一对, 其中之一称为 X 而另一个称为 Y。简单地说, 每个 X 试验相对于与其成对的 Y 试样按照如下进行分级:

1. 如果 X 被评判为比 Y 稍柔软一点, 得到正一的等级, 如果 Y 被评判为比 X 稍柔软一点, 得到负一的等级;
- 20 2. 如果 X 被评判为的确比 Y 柔软一点, 得到正二的等级, 如果 Y 被评判为的确比 X 柔软一点, 得到负二的等级;
3. 如果 X 被评判为比 Y 柔软许多, 得到正三的等级, 而如果 Y 被评判为比 X 柔软许多, 得到负三的等级;
4. 如果 X 被评判为完全地比 Y 柔软许多, 得到正四的等级, 而如果 Y
- 25 被评判为完全地比 X 柔软许多, 得到负四的等级。

对这些等级进行平均并且得到的值以 PSU 为单位。得到的数据被认为是一个评定小组测试的结果。如果评估多于一对试样的话, 那么将根据它们的成对统计分析等级, 对所有试样对进行排序。然后, 当需要给出零 PSU 值, 每个试样选择该值为零基标准时, 所述排序在该值上下移动。相对于

30 该零基标准, 当通过其相对等级来确定时, 其它试样将有正值或负值。所进行的并且平均的评定小组测试的数目应使得约 0.2PSU 表示主观感觉柔软

度的明显差异。

### 薄页纸的强度

#### 抗张强度

本方法用于成品纸产品、卷筒纸试样以及未加工的原纸。利用

- 5 Thwing-Albert Intellect II 标准抗张强度测试仪(Thwing-Albert Instrument 公司(Philadelphia,PA)), 所述产品的抗张强度可以根据 1 英寸宽的试样条进行测量。

#### 试样的调节和制备

- 10 在进行抗张强度测试之前, 待测试的纸样必须根据引入本发明作为参考的 TAPPI 方法 # T402OM-88 进行调节。在测试之前, 从纸样上小心地除去所有塑料和纸板包装材料。纸样应在 48-52%相对湿度和 22-24℃的温度范围内调理至少 2 小时。试样的制备和抗张强度测试的所有方面也必须在恒温恒湿室内进行。

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

- 从纸堆 1 和 3 中切取两个 1 英寸宽的纵向纸条。从纸堆 2 和 4 中切取两个 1 英寸宽的横向纸条。现在有四个用于纵向抗张强度测试的 1 英寸宽的纸条和四个用于横向抗张强度测试的 1 英寸宽的纸条。对于这些成品试  
25 样, 所有这八个 1 英寸宽的纸条的厚度为五个有用单元。

- 对于未加工的纸料和/或卷筒纸试样, 利用切纸刀(带有安全护罩的 JDC-1-10 或 JDC-1-12, 得自 Thwing-Albert Instrument Co. (Philadelphia,PA))从纸样的有用区域中切取 15 英寸×15 英寸的试样, 其厚度为 8 层厚。确保一个 15 英寸的切口平行于纵向而另一切口平行于横向。确保试样在 48-52%  
30 相对湿度和 22-24℃的温度范围内调理至少 2 小时。试样的制备和抗张强度测试的所有方面也必须在恒温恒湿室内进行。

从所述预调理的、8层厚的15英寸×15英寸试样上，切取四个1英寸×7英寸的试样条，其中长的7英寸尺寸平行于纵向。将这些试样标明为纵向卷筒纸或未转换的纸样。切取另外四个1英寸×7英寸的试样条，其中长的7英寸尺寸平行于横向。将这些试样标明为横向卷筒纸或未转换的纸样。

5 保证所有先前的切割均是利用切纸刀(带有安全护罩的 JDC-1-10 或 JDC-1-12, 得自 Thwing-Albert Instrument Co. (Philadelphia,PA))进行的。现在总共有八个试样: 四个8层厚的1英寸×7英寸的试样条, 其中长的7英寸尺寸平行于纵向, 和四个8层厚的1英寸×7英寸的试样条, 其中长的7英寸尺寸平行于横向。

## 10 抗张强度测试仪的操作

对于实际的抗张强度测量, 使用 Thwing-Albert Intelect II 标准抗张强度测试仪(Thwing-Albert Instrument Co.(Philadelphia,PA))。将平面夹插入该装置中并根据 Thwing-Albert Intelect II 的操作手册中给出的说明对该测试仪进行校正。将仪器的十字头速度设定在 4.0 英寸/分钟并将第一和第二计量长度设定在 2.00 英寸。裂断灵敏度应设定为 20.0 克, 试样宽度应设定在 1.00 英寸, 且试样厚度应设定在 0.025 英寸。

对测力传感器进行选择使得待测试的试样的预期抗张强度结果位于测力传感器使用范围的 25%和 75%之间。例如, 5000 克的测力传感器可以用于预期抗张强度范围为 1250 克(5000 克的 25%)和 3750 克(5000 克的 75%)之间的试样。另外, 也可将抗张强度测试仪设置在 5000 克测力传感器的 10%范围之内, 以致使可以测量 125 克至 375 克预期抗张强度的试样。

25 取一个抗张强度测试条并将其一端放置在抗张强度测试仪的一个夹子中。将该纸条的另一端放置在另一夹中。保证纸条的长尺寸平行于抗张强度测试仪的侧面。另外, 还保证纸条不伸至两个夹子的每一侧。此外, 每个夹子的压力必须充分地跟纸样接触。

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

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

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

5 将不采用这些读数。

### 计算

对于四个纵向 1 英寸宽的成品纸条，将四个单独记录的抗张强度读数累加。将累加的总数除以被测纸条的数目。所述数目通常为 4。另外，还将记录的抗张强度的累加总数除以每个抗张强度测试条有用单元的数目。对于 10 于 1-层和 2-层产品，该数量通常为 5。

对于横向成品条，重复这种计算。

对于沿纵向切割的未转换纸堆或卷筒纸样，将 4 个单独记录的抗张强度读数累加。将该累加的总数除以被测试条的数目。该数目通常为 4。另外，还将记录的抗张强度的总数除以每个抗张强度测试条有用单元的数目。该 15 数目通常为 8。

对于横向未转换或卷筒纸样条，重复这种计算。

所有结果均以克/英寸为单位。

### 粘度

#### 概述

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

#### 装置

|    |     |                                                                |
|----|-----|----------------------------------------------------------------|
| 25 | 粘度计 | SR500 型动态应力流速计, 得自 Rheometrics Scientific, Inc.(Piscatawy, NJ) |
|    | 试样板 | 使用 25mm 平行安装的板                                                 |

#### 设置

|    |        |                          |
|----|--------|--------------------------|
| 30 | 间隙     | 0.5mm                    |
|    | 试样温度   | 20℃                      |
|    | 试样体积   | 至少 $0.2455cm^3$          |
|    | 起始剪切应力 | 10 达因/厘米 <sup>2</sup>    |
|    | 最终剪切应力 | 1,000 达因/厘米 <sup>2</sup> |

应力增量

每 20 秒加 25 达因/厘米<sup>2</sup>

### 方法

将试样放置在带有间隙开口的试样板上。关闭间隙并根据制造商的说明操作流速计，以利用上面限定的应力增量，作为起始剪切应力和最终剪

5 切应力之间的剪切应力的函数测量粘度。

### 结果和计算

最终的图表将剪切速率( $s^{-1}$ )的对数绘制在 X-轴上，将粘度(泊,P)的对数绘制在左 Y-轴上，并将应力(达因/厘米<sup>2</sup>)标绘在右 Y-轴上。在剪切速率为 100( $s^{-1}$ )时读取粘度值。通过乘以 100，将粘度值从 P 转换至厘泊(cP)。

10 在此，将本说明中所提及的所有专利、专利申请(和任何在其上授权的专利，以及任何相应出版的外国专利申请)，和出版物引入作为参考。然而，很清楚的是，引入作为参考的任何文献并未教导或披露了本发明。

尽管已阐明和描述了本发明的特定实施方案，但本领域普通技术人员显然可以在不脱离本发明的精神和范围下作出各种改变和改进。因此打算  
15 在所附的权利要求中覆盖在本发明范围内的所有这类改变和改进。

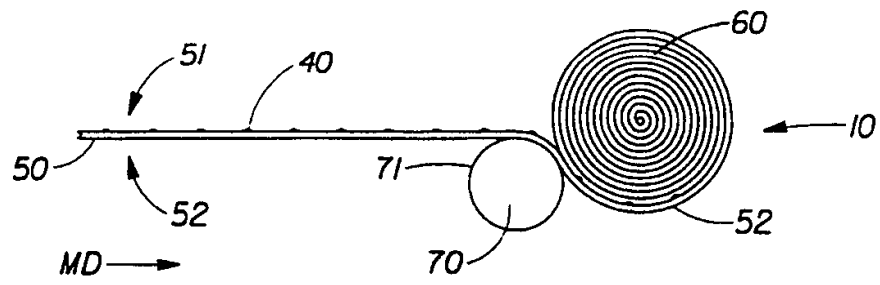


图 1

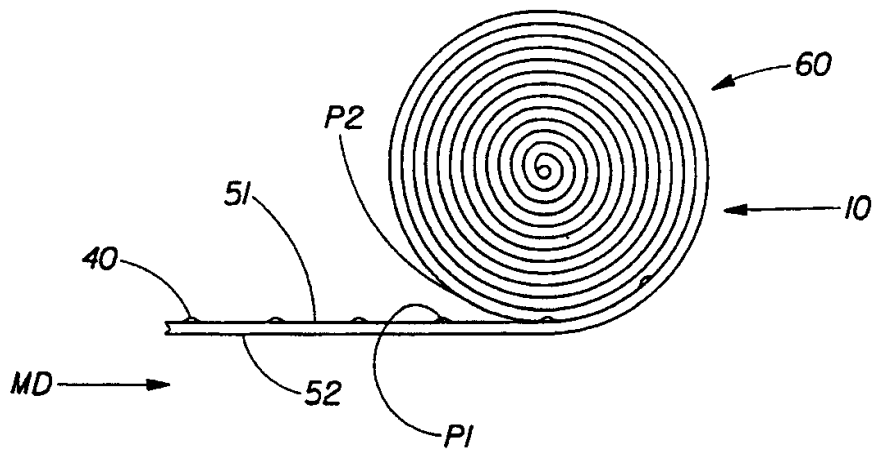


图 2

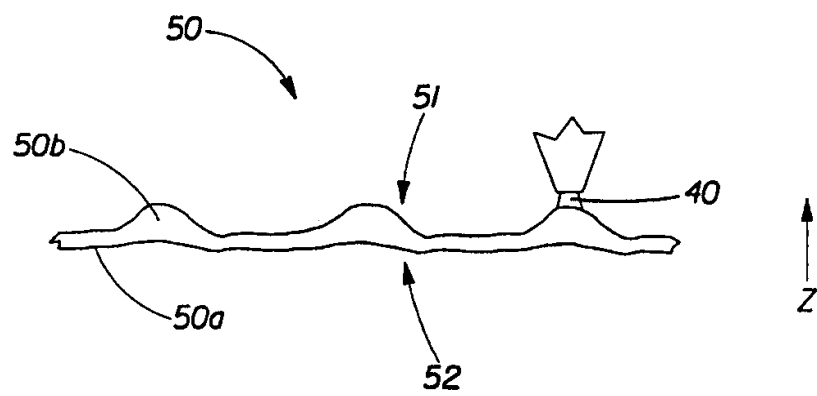


图 3

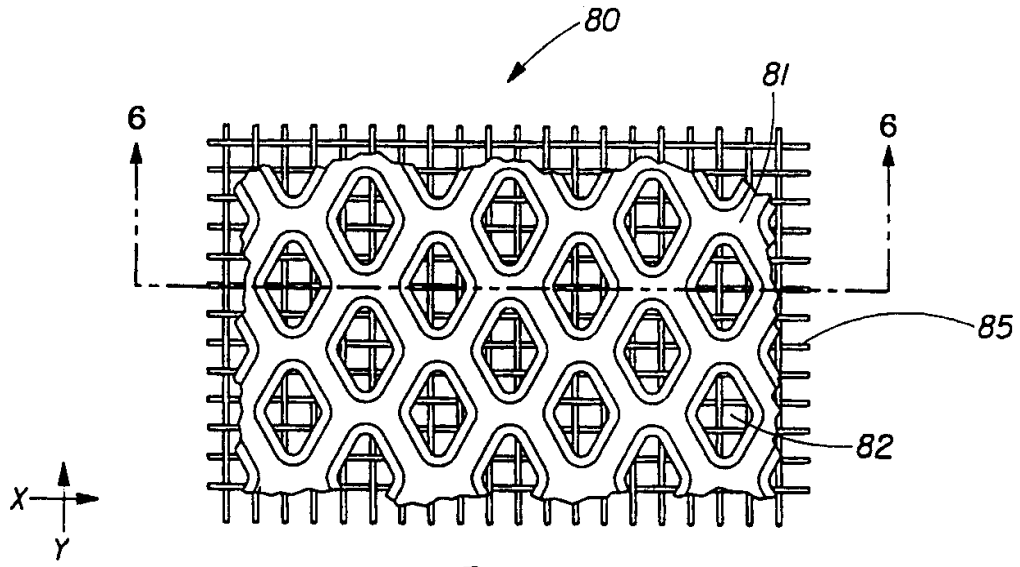


图 4

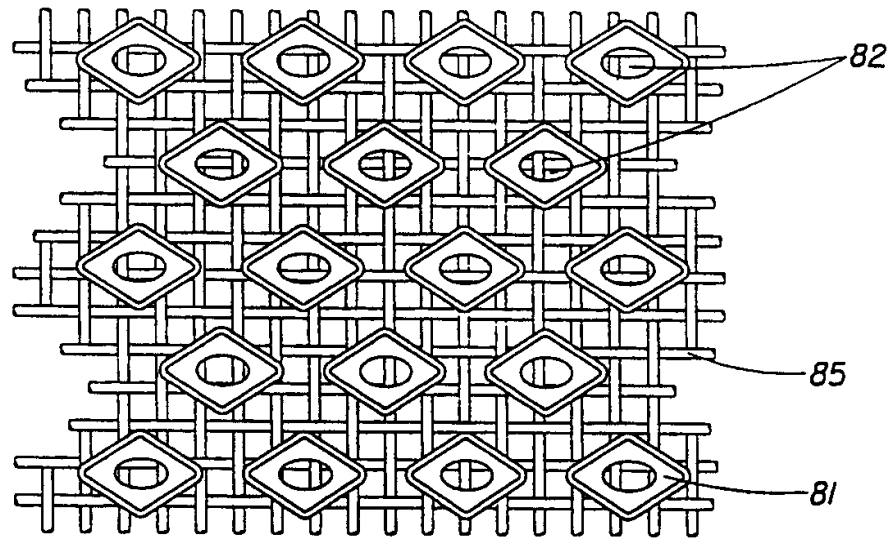


图 5

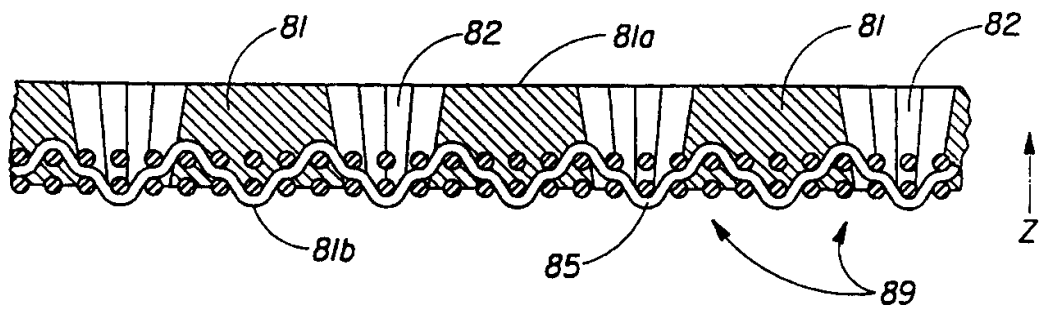


图 6

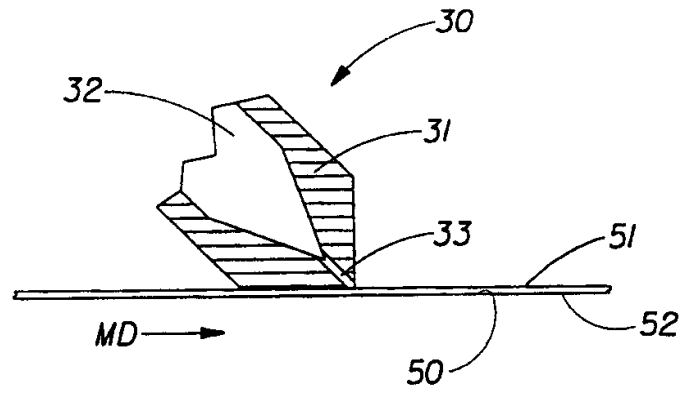


图 7

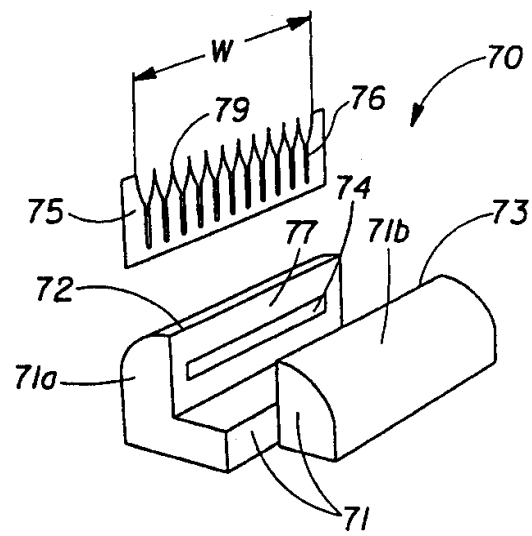


图 8

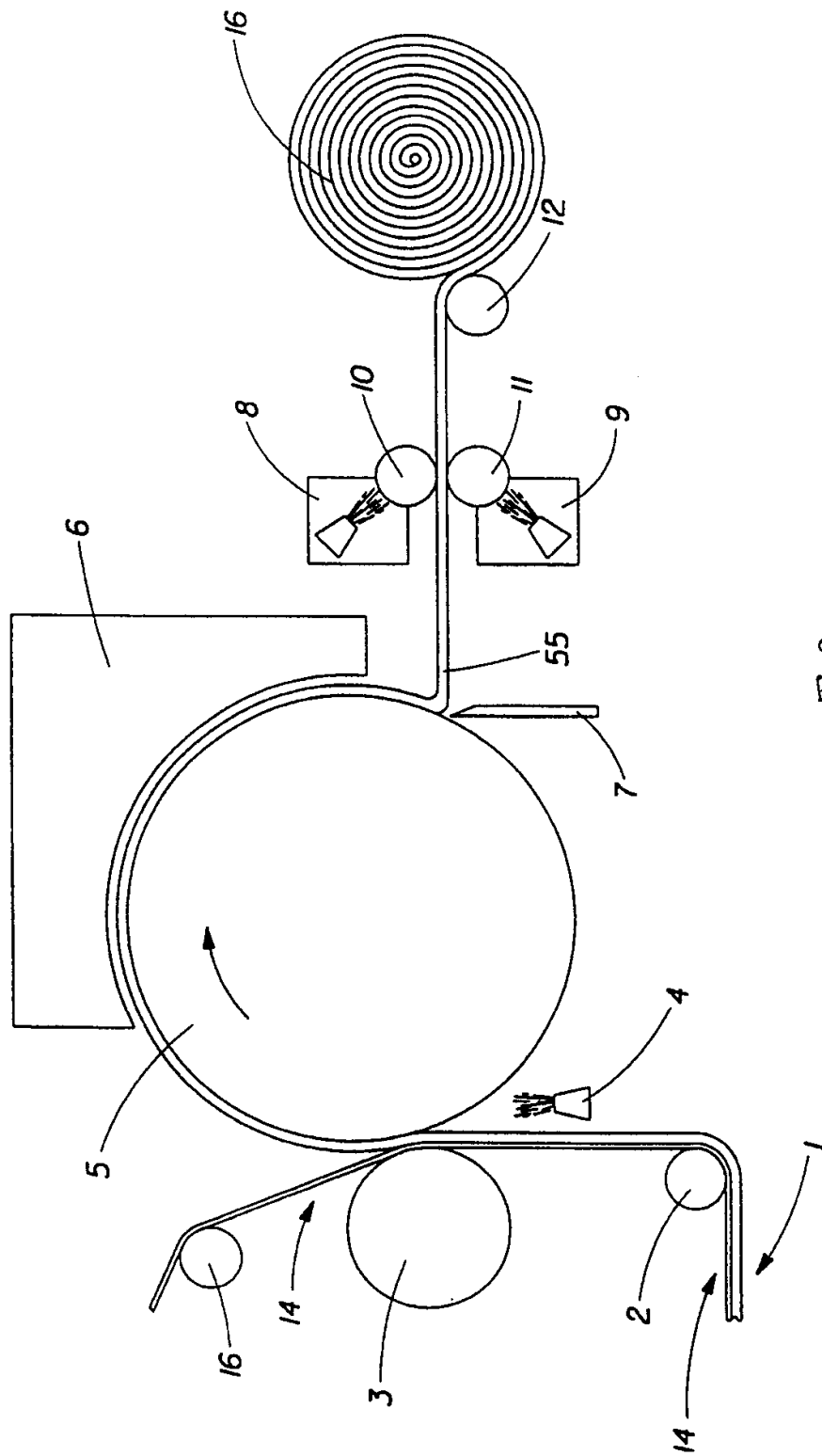


图 9