(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 102575394 B
(45)授权公告日 2014.09.17

(21)申请号 201080033632.8
(22)申请日 2010.06.08
(30)优先权数据
61/185,521 2009.06.09 US
61/352,170 2010.06.07 US
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2012.01.30
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2010/037808 2010.06.08
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2010/144475 EN 2010.12.16
(73)专利权人 博凯技术公司
地址 美国特拉华
(72)发明人 B·E·贝梅尔 K·麦吉 D·莫里斯 J·威尔卡特 R·T·穆斯 R·贝利 R·布克
(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所 11038
代理人 汪宇伟
(51)Int.Cl.
D04H 1/425(2012.01)
D04H 1/65(2012.01)
D04H 1/732(2012.01)
D21H 21/28(2006.01)
(56)对比文件
US 4260391 A,1981.04.07,
WO 89/02952 A1,1989.04.06,
CN 1264408 A,2000.08.23,
US 3350486 A,1967.10.31,
US 3862877 A,1975.01.28,
GB 1284124 A,1972.08.02,
WO 98/09021 A1,1998.03.05,
CN 1980798 A,2007.06.13,
US 4398915 A,1983.08.16,
DE 1619200 U,1951.01.25,
审查员 陈岭

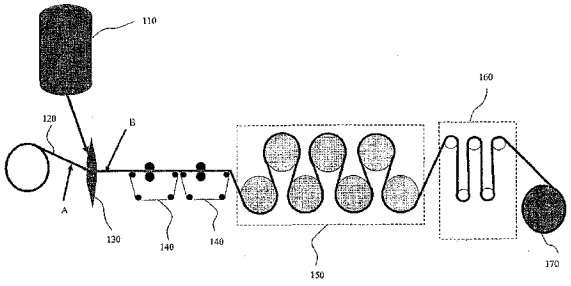
权利要求书2页 说明书56页 附图3页

(54)发明名称

染色纤维素碎片、染色非织造材料和它们的生产方法

(57)摘要

本发明涉及一种将碎片形式的纤维素纤维进行染色以产生具有高含湿量的染色纤维素纸浆碎片的方法。所述染色纤维素碎片含有(a)纤维素含量基于所述纤维素纸浆碎片中固体总重量计为约60重量%-约99.9重量%纤维素并且密度为约0.3g/cm^3-约0.95g/cm^{3}的纤维素纸浆碎片;(b)基于所述染色纤维素碎片总重量计约25重量%-约55重量%的含湿量,其中所述含湿量不超过所述碎片的渗色点;和(c)染料。



CN 102575394 B

1. 一种染色纤维素商品碎片，其包含：

(a) 包含纤维素纤维的纤维素纸浆碎片，其中纤维素纸浆碎片的纤维素含量基于所述纤维素纸浆碎片中固体总重量计为 60 重量 %-99.9 重量 % 纤维素并且密度为 0.3g/cm^3-0.95g/cm^3；

(b) 基于所述染色纤维素商品碎片总重量计 5 重量 %-10 重量 % 的含湿量，其中所述含湿量不超过所述染色纤维素商品碎片的渗色点，其中渗色点是在染色商品碎片不显示出渗色的情况下染色纤维素碎片可具有的最大含湿量；和

(c) 染料，所述染料均匀地铺展遍及纤维素纸浆碎片，使得纤维素纸浆碎片的每个纤维素纤维被染色。

2. 权利要求 1 的染色纤维素商品碎片，其中纤维素纸浆包含木纤维素纸浆、棉绒浆、化学改性纤维素、漂白纸浆、热机械纤维、基质纤维或它们的组合。

3. 权利要求 1 或 2 的染色纤维素商品碎片，其中所述纤维素纸浆碎片的密度为 0.4g/cm^3-0.75g/cm^3。

4. 权利要求 1 或 2 的染色纤维素商品碎片，其中所述染料为直接染料、活性染料或它们的混合物。

5. 权利要求 4 的染色纤维素商品碎片，其中所述染料为直接染料。

6. 权利要求 4 的染色纤维素商品碎片，其中所述染料为活性染料。

7. 一种用于生产染色纤维素商品碎片的方法，所述染色纤维素商品碎片包含：

(a) 包含纤维素纤维的纤维素纸浆碎片，其中纤维素纸浆碎片的纤维素含量基于所述纤维素纸浆片总重量计为 60 重量 %-99.9 重量 % 纤维素并且密度为 0.3g/cm^3-0.7g/cm^3，

(b) 基于所述染色纤维素商品碎片总重量计 5 重量 %-10 重量 % 的含湿量，和

(c) 染料；

其中该方法的步骤包括：

(i) 当纤维素纸浆碎片的含湿量为 2 重量 %-12 重量 % 的初始含湿量时，将初始含湿量调节至 6 重量 %-40 重量 % 的含湿量，其中重量百分数基于所述染色纤维素商品碎片总重量计，

(ii) 使来自 (i) 的纤维素纸浆碎片与水性染料接触以产生含湿量为 25 重量 %-55 重量 % 的染色碎片，其中重量百分数基于所述染色纤维素商品碎片总重量计，其中所述含湿量不超过渗色点，其中渗色点是在染色商品碎片不显示出渗色的情况下染色纤维素碎片可具有的最大含湿量，

(iii) 向来自 (ii) 的染色纤维素碎片施加压力以将染料均匀地铺展遍及所述染色纤维素碎片，使得纤维素纸浆碎片的每个纤维素纤维被染色，以及

(iv) 加热来自 (iii) 的染色纤维素碎片以将含湿量降低至 5 重量 %-10 重量 % 的量从而产生染色纤维素商品碎片，其中重量百分数基于所述染色纤维素商品碎片总重量计。

8. 权利要求 7 的方法，其中将所述纤维素纸浆碎片的含湿量调节至 15 重量 %-40 重量 % 的含湿量，其中重量百分数基于所述纤维素碎片总重量计。

9. 权利要求 7-8 中任一项的方法，其中所施加的压力为 400kg/ 延米 -3500kg/ 延米。

10. 一种染色非织造材料，其包含：

(a)75 重量 %-95 重量 % 的来自前述权利要求中任一项的染色纤维素商品碎片的染色纤

维素纤维，

(b)5 重量 %-25 重量 % 的乳胶固体，其中重量百分数基于所述染色非织造材料总重量计，其中所述染色非织造材料具有 50gsm-120gsm 的基本重量。

11. 权利要求 10 的染色非织造材料，其中所述染色非织造材料具有通过 AATCC 测试方法 8 测定的 4.2 或更大的干摩擦等级分类。

12. 权利要求 10-11 中任一项的染色非织造材料，该染色非织造材料还包含湿强度树脂。

13. 权利要求 12 的染色非织造材料，其中所述湿强度树脂是聚酰胺表氯醇加合物。

14. 一种用于生产染色非织造物的方法，该方法包括 ：

(a) 粉碎通过权利要求 7 的方法获得的染色纤维素商品碎片以产生个体化的染色纤维，

(b) 将所述个体化的染色纤维气流成网以形成染色非织造材料，

(c) 用水性乳胶处理来自 (b) 的染色非织造材料，以及

(d) 加热所述非织造物以使乳胶固化。

15. 权利要求 14 的用于生产染色非织造物的方法，该方法还包括 ：

(e) 在加热所述非织造物以使乳胶固化之后，将染料固定剂加入到染色非织造材料中。

16. 权利要求 14-15 中任一项的用于生产染色非织造物的方法，该方法还包括 ：

(f) 在实施步骤 (c) 之前、期间或之后，将粘合剂催化剂加入到染色非织造材料中。

17. 权利要求 14-15 中任一项的用于生产染色非织造物的方法，该方法还包括 ：

(g) 在实施步骤 (c) 之前、期间或之后，将湿强度树脂加入到染色非织造材料中。

18. 权利要求 17 的用于生产染色非织造物的方法，其中所述湿强度树脂是聚酰胺表氯醇加合物。

染色纤维素碎片、染色非织造材料和它们的生产方法

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求2009年6月9日提交的美国临时申请No.61/185,521,和2010年6月7日提交的美国临时申请No.61/352,170的优先权,通过引用以它们的公开内容以其全文并入本文。

发明领域

[0003] 本发明涉及将碎片形式的纤维素纤维进行染色以产生具有高含湿量的染色纤维素纸浆碎片的方法。本发明包括染色纤维素纸浆商品碎片的生产方法,所述染色纤维素纸浆商品碎片具有尚未染色或通过较为常规方法生产的商品碎片所典型具有的含湿量。本发明还涉及染色纤维素纸浆商品碎片在气流成网工艺中用以生成染色非织造材料的用途。

[0004] 发明背景

[0005] 纤维素纸浆通过以下进行制造:在合适的煮解化学品中蒸煮木材碎片原料,接着在水中洗涤所述纤维以便形成悬浮体,将该悬浮体传输到合适的脱水装置例如长网线(fourdrinier wire)上,在其上使所述纤维通过经受一系列压力和加热操作而进行脱水和干燥。纸浆还可以在蒸煮和干燥步骤之间进行的特别漂白步骤中进行漂白以提高其亮度。

[0006] 用于生产染色纤维素纸浆商品碎片的现有技术的一种方法公开于WO 89/02952中,其中纤维通过添加到该纤维的着色剂进行着色并同时它们在水悬浮体中个体化(individualize),接着进行干燥。美国专利No.4,379,710和6,084,078还公开了将染料加入到单纤维浆料中,如WO 2007/128077和美国申请公开No.2007/0110963那样。用于生产具有着色纤维素的成品的另一种方法公开于WO88/10337中,其中由木浆制得的成品蛋状物包装体(egg package)用染料进行喷射。然而,'337公开物强调仅纸箱的外表面应该用喷涂的染料进行润湿,这是因为过度渗透可损害制品的完整性。WO92/13137公开了其中仅一层着色的多层牛皮挂面纸。美国专利No.6,270,625和6,733,627公开了用于生产具有着色和未着色区域的纸材料的方法。对于着色区域,将染料加入到单纤维浆料中,之后通过将具有染料的浆料输送到某些区域而将没有染料的浆料输送到成形网的其它区域的流浆箱制得纸品。美国专利No.4,398,915公开了将预成型的纤维素材料着色的方法,该方法涉及将水不溶性着色剂颗粒化学交联为纤维素材料,其中用水不溶性着色剂浸渍所述纤维素材料,并随后将其与化学交联剂结合。美国专利No.5,916,416公开了使用多层流动纤维混合料(其中一层含有着色剂)生产纸品或卡纸的水印或图案的方法。

[0007] 现有技术集中在单纤维染色或表面染色。本领域仍需要用于生产原料的方法,在该方法中将每个单纤维染色,但不涉及将染料加入到用于典型纸品制造工艺的单纤维素纤维的各种浆料中。

[0008] 发明概述

[0009] 本发明提供了含有以下的染色纤维素碎片:

[0010] (a)纤维素含量基于所述纤维素纸浆碎片中固体总重量计为约60重量%-约99.9重量%纤维素并且密度为约0.3g/cm^3-约0.95g/cm^{3}的纤维素纸浆碎片;

[0011] (b) 基于所述染色纤维素碎片总重量计约 25 重量 %- 约 55 重量 %，更特别地约 35 重量 %- 约 48 重量 % 的含湿量，其中所述含湿量不超过所述碎片的渗色点 (bleed point)；和

[0012] (c) 染料。

[0013] 在染色纤维素碎片的具体实施方案中，纤维素纸浆包含木纤维素纸浆、棉绒浆、化学改性纤维素、漂白纸浆、热机械纤维、基质纤维或它们的组合。

[0014] 在特定实施方案中，纤维素纸浆碎片的密度为约 0.4g/cm^3- 约 0.75g/cm^3。在具体实施方案中，染料为直接染料、活性染料或它们的混合物。在特定实施方案中，染料为直接染料。在另一个特定实施方案中，染料为活性染料。

[0015] 在染色纤维素商品碎片的特定实施方案中，含湿量基于该染色纤维素商品碎片总重量计为约 5 重量 % - 约 10 重量 %，其中所述染色纤维素商品碎片未发生渗色，并且其中所述染色纤维素商品碎片通过干燥染色纤维素碎片制得。

[0016] 本发明还提供了用于生产染色纤维素商品碎片的方法，其步骤包括：

[0017] (a) 纤维素含量基于所述纤维素纸浆片总重量计为约 60 重量 % - 约 99.9 重量 % 纤维素并且密度为约 0.3g/cm^3- 约 0.7g/cm^3 的纤维素纸浆碎片，

[0018] (b) 基于所述染色纤维素碎片总重量计约 5 重量 % - 约 10 重量 % 的含湿量，和

[0019] (c) 染料；

[0020] 其中该方法的步骤包括：

[0021] (i) 任选地，将初始含湿量为约 2 重量 % - 约 12 重量 % 的纤维素纸浆碎片的含湿量调节至约 6 重量 % - 约 40 重量 % 的含湿量，其中重量百分数基于所述纤维素碎片总重量计，

[0022] (ii) 使来自 (i) 的纤维素纸浆碎片与水性染料接触以产生含湿量为约 25 重量 % - 约 55 重量 % 的染色碎片，其中重量百分数基于所述染色纤维素碎片总重量计，其中所述含湿量不超过渗色点，

[0023] (iii) 向来自 (ii) 的染色纤维素碎片施加压力以将染料均匀地铺展遍及所述染色纤维素碎片，以及

[0024] (iv) 加热来自 (iii) 的染色纤维素碎片以将含湿量降低至约 5 重量 % - 约 10 重量 % 的量从而产生染色纤维素商品碎片，其中重量百分数基于所述染色纤维素商品碎片总重量计。

[0025] 在所述方法的具体实施方案中，将纤维素纸浆碎片的含湿量调节 至约 15 重量 % - 约 40 重量 %，其中重量百分数基于所述纤维素碎片总重量计。在特定方法中，所施加的轧辊载荷压力为约 400kg/ 延米 - 约 3,500kg/ 延米。在另一个实施方案中，所述方法产生染色纤维素商品碎片。

[0026] 在特定实施方案中，本发明提供了具有以下的染色非织造材料：

[0027] (a) 约 75 重量 % - 约 95 重量 % 的来自染色纤维素商品碎片的染色纤维素纤维，

[0028] (b) 约 5 重量 % - 约 25 重量 % 的乳胶固体，其中重量百分数基于所述染色非织造材料总重量计，其中所述染色非织造材料具有约 50gsm- 约 120gsm 的基本重量。在染色非织造材料的具体实施方案中，染色非织造材料具有通过 AATCC 测试方法 8 测定的约 4.2 或更大的干摩擦等级分类。在其它实施方案中，染色非织造材料包括湿强度树脂。在特定实

施方案中，湿强度树脂是聚酰胺表氯醇加合物。

[0029] 本发明还提供了用于生产染色非织造物的方法，其步骤包括：

[0030] (a) 粉碎染色纤维素商品碎片以产生个体化的染色纤维，

[0031] (b) 将所述个体化的染色纤维气流成网以形成染色非织造材料，

[0032] (c) 用水性乳胶处理来自 (b) 的染色非织造材料，以及

[0033] (d) 加热所述非织造物以使乳胶固化。

[0034] 在特定实施方案中，用于生产染色非织造物的方法包括在用乳胶处理染色非织造材料之前、期间或之后加入粘合剂催化剂。在其它特定实施方案中，用于生产染色非织造物的方法包括在用乳胶处理染色非织造材料之前、期间或之后加入湿强度树脂。在具体实施方案中，湿强度树脂是聚酰胺表氯醇加合物。

[0035] 详述

[0036] 在本发明的上下文内和在使用每个术语的具体上下文中，本说明书中使用的术语通常具有它们在本领域通常的含义。下面定义了某些术语，对于描述本发明组合物和方法以及如何制备和使用它们提供额外的指导。

[0037] 定义

[0038] 术语“wt％”是指材料中化合物的重量以材料重量的百分数形式计的数量，或是指材料中组分的重量以最终非织造产品重量的百分数形式计的数量。

[0039] 如本文所使用的术语“基本重量”是指在给定区域内的化合物的重量数量。计量单位的实例包括克 / 平方米，如用首字母缩略词“gsm”所标识。

[0040] 说明书和所附权利要求书中使用的单数型“一 (a)”、“一个 (an)”和“该 (the)”包括多个对象，除非上下文另外清楚地规定。因此，例如谈到“化合物”，其包括化合物的混合物。

[0041] 术语“大约”或“近似地”是指本领域普通技术人员测定的、在容许误差范围之内的具体值，其部分地取决于如何测量或测定该值，即测量系统的局限性。例如，“大约”可以是指本领域的每个实践中在 3 之内或 3 以上的标准偏差。或者，“大约”可以是指给定值的至多 20％的范围，优选至多 10％，更优选至多 5％，且还更优选至多 1％。

[0042] 术语“直接（性）”是指染料从溶液移动到该溶液中纤维上的附着能力。直接染料可离开染浴并浓集在该浴中的纤维上。在没有直接性的情况下，大多数染料将仅仅保留在浴内的溶液或分散体中。染料直接性通常与染料的分子结构有关，并且经常地大分子具有高的直接性，而小分子具有低的直接性。包括温度和添加剂例如盐在内的染浴条件影响直接性。直接性经常以不同于染料与纤维的最终键合的方式产生。

[0043] 术语“碎片”是指纤维素纤维的相对厚的片材例如各种纸浆厂中产生的那些，并且在本文经常称作“纤维素纸浆碎片”。这在下文更为详细地进行讨论。

[0044] 术语“染色纤维素碎片”是指已经染色并且含有约 25- 约 55 重量％水分的“纤维素纸浆碎片”。

[0045] 术语“染色纤维素商品碎片”是指已经染色并且含有约 5- 约 10 重量％水分的“纤维素纸浆碎片”。

[0046] 术语“水分”或“含湿量”是指材料中 H_2O 或水的重量％。例如，如果碎片具有 25％的含湿量，这是指所述碎片的 25 重量％为水，75％为其它材料。

[0047] 术语“渗色”是染色纤维素材料例如染色商品碎片或染色非织造材料对于当所述材料例如在摩擦脱色试验 (crocking test) 中进行摩擦或接触时擦除掉染料的特性。

[0048] 术语“渗色点”是在染色商品碎片不显示出渗色且因此由该染色商品碎片生产的染色非织造材料不表现出渗色的情况下，染色纤维素碎片可具有的最大含湿量。

[0049] 碎片

[0050] 适合用于本发明基材的纤维素纤维状材料包括软木材纤维和硬材纤维二者。参见 M.J.Kocurek&C.F.B.Stevens, Pulp and Paper Manufacture-Vol.1 :Properties of Fibrous Raw Materials and Their Preparation for Pulping, The Joint Textbook Committee of the Paper Industry, 182 页 (1983)，在此通过引用以其全文将其并入本文。软木材纸浆的示范性的而非排它性的类型来源于 :湿地松、短叶松、辐射松、火炬松、白云杉、黑松、红杉和花旗松。可以使用北美的南部软木材和北部软木材，以及来自世界其它区域的软木材。硬木材纤维可以从下列处获得 :橡树、栎属、枫树、槭树、杨树、白杨属、或其它普通的制浆物种。通常，优选软木材纤维，这是由于通过 T 233cm-95 测量的其较长的纤维长度，最优选南部软木材纤维，这是由于通过 T234cm-84 测量的较高的粗糙度，这可以导致更大的特性 (intrinsic) 纤维强度，这种纤维强度是相对于北部软木材或硬木材纤维、利用断裂载荷测量的。

[0051] 一种特别合适的纤维素纤维是漂白的 Kraft 南部松木纤维，以商标 FOLEY **FLUFFS**® 销售 (Buckeye Technologies Inc., Memphis, Tennessee)。还优选的是棉绒浆，化学改性纤维素例如交联纤维素纤维和高度纯化的纤维素纤维，例如 Buckeye HPF，各自得自于 Buckeye Technologies Inc., Memphis, Tennessee。其它合适的纤维素纤维包括衍生自下列的那些纤维素纤维 :细茎针草、甘蔗渣、黄麻、苎麻、红麻、剑麻、蕉麻、大麻、亚麻以及其它木质 (lignaceous) 和纤维素纤维源。

[0052] 纤维质材料可以利用任何制浆方法、由其自然状态制备，制浆方法包括化学、机械、热机械 (TMP) 和化学热磨机械制浆 (CTMP)。这些工业方法详细描述在下列中 : R.G.Macdonald&J.N.Franklin, Pulp and Paper Manufacture in 3 volumes ;第 2 版，卷 1 :The Pulping of Wood, 1969 年 ;卷 2 :Control, Secondary Fiber, Structural Board, Coating, 1969 年, 卷 3 :Papermaking and Paperboard Making, 1970 年, The j oint Textbook Committee of the Paper Industry, 和 M.J. Kocurek&C.F.B.Stevens, Pulp and Paper Manufacture, Vol.1 : Properties of Fibrous Raw Materials and Their Preparation for Pulping, The Joint Textbook Committee of the Paper Industry, 182 页 (1983)，在此通过引用以它们的全文将其二者并入本文。优选地，通过化学制浆方法，例如 Kraft 或亚硫酸盐法来制备纤维质材料。特别优选 Kraft 方法。通过 Kraft 方法、由南部软木材制备的浆料常常称为 SSK。按类似的方式，通过 Kraft 方法制备的南部硬木纸浆为 SHK，通过 Kraft 方法制备的北部软木纸浆为 NSK，和通过 Kraft 方法制备的北部硬木纸浆为 NHK。优选漂白纸浆，其是已经将木质素脱至极低水平的纤维，虽然对于一些应用可以优选原色的 Kraft 纤维，这是由于成本低，特别是如果碱稳定性没有问题的时候。可以使用热机纤维素纤维。期望地，用作基质纤维的纤维素纤维来源于如下的一种或多种 :南部软木材硫酸盐浆、北部软木材硫酸盐浆、硬木材、桉树、机械性、再循环和人造纤维，但优选南部软木材硫酸盐浆、北部软木材硫酸盐浆或它们的混合物，更优选南部软木材硫酸盐浆。

[0053] 通常处理来自纸浆厂的纤维素纤维以产生碎片。在一些情形中，碎片相当小，为约0.75m-约1.5m的正方形或长方形形式，将它们彼此堆叠在顶部以形成捆包(bale)，单个捆包的重量为150kg-约350kg。

[0054] 碎片的另一种常见形式是辊卷(roll)。通常将纸浆厂中形成的大辊卷（称作母辊卷）进行切割以形成子辊卷，其可以具有约0.25m-约1.5m，更常见地约0.25m-约1m的宽度，和约75kg-约750kg的重量。就中试线或实验室用途而言，可产生具有较小宽度的辊卷。

[0055] 各种纸浆产品具有宽范围的纯度，其中纤维素含量基于纤维素纸浆片中的固体总重量计为约60重量%-约99.9重量%。碎片的密度可以为约0.3g/cm^3-约0.7g/cm^3，更常见地约0.4g/cm^3-约0.6g/cm^3。

[0056] 碎片的含湿量可以为约2重量%-约12重量%，更常见地约5重量%-约10重量%。如果将碎片干燥至非常低的含湿量，例如在烘箱中加热的绝干材料，然后置于受控制或未受控制的环境中，其含湿量将提高直到其与环境湿度和温度条件相平衡。在由碎片的纤维素纤维生产的材料中观测到类似行为。

[0057] 碎片的卡规测量直径(caliper)或厚度一般为约0.1cm-约0.15cm(约40密耳-约60密耳，或约0.04英寸-约0.06英寸)。

[0058] 适合用于本发明的碎片，当该碎片含湿量在连续工艺中处于其最大值，优选地高达约55%时，必须具有足以维持其物理完整性的湿强度。

[0059] 染色碎片

[0060] 本发明的染色碎片基本上由以下组成：

[0061] (a)纤维素含量基于所述纤维素纸浆碎片中固体总重量计为约60重量%-约99.9重量%纤维素并且密度为约0.3g/cm^3-约0.95g/cm^{3}的纤维素纸浆碎片，

[0062] (b)基于所述染色纤维素碎片总重量计约25重量%-约55重量%，的含湿量，和

[0063] (c)染料。

[0064] 就染色碎片而言，较期望的含湿量为约35重量%-约48重量%的含湿量。就染色碎片而言，较期望的密度为约0.4g/cm^3-约0.75g/cm^{3}的密度。

[0065] 染色碎片，当该碎片含湿量在连续工艺中处于其最大值，优选地高达约55%时，必须具有足以维持其物理完整性的湿强度。

[0066] 染料和染色工艺

[0067] 染色是已实施了数千年的古老艺术。第一种合成有机染料即苯胺紫(mauveine)发现于1856年。自该时间以来，制得数千种合成染料并且很快替代传统天然染料。对染料的选择直接取决于所用材料的类型。将纤维素进行染色的现有技术方法和实践包括五种不同的染料种类，即包括直接染料、活性染料、纳夫妥(napthol)染料、硫化染料和还原染料。

[0068] 直接(direct)或直接性(substantive)染色具有简单的应用并且通常随着氯化钠或硫酸钠的添加，在中性或略微碱性的染浴中处于或接近沸点下进行。这些染料通常是水溶性阴离子染料，其对纤维素纤维在电解液存在下由水溶液进行染色时呈直接性。(参见www.greatvistachemicals.com/dyes and_pigments/direct_dye.html)。直接染料通常是磺化的偶氮化合物，但也可以是芘或噻唑染料。在偶氮直接染料的情形中，可将该染料进一步分类为单偶氮、双偶氮、三偶氮或四偶氮，这取决于它们含有的偶氮(-N＝N-)基团的数

目。

[0069] 适合用于将纤维素材料进行染色的直接染料以举例和非限制方式包括 Clariant Corporation 制造的阴离子染料，例如 **Cartasol®** Yellow6GFN 液体，**Cartasol®** Yellow 5GFN，**Cartasol®** Brilliant Yellow 5GF 液体，**Cartasol®** Yellow 3GSFN 液体，**Cartasol®** Yellow 3GF 液体，**Cartasol®** Yellow BGFN 液体，**Cartasol®** Yellow 2GFN 液体，**Cartasol®** Yellow FR-HP 液体，**Cartasol®** Yellow RFN 液体，**Cartasol®** Yellow RFC 液体，**Cartasol®** Brill Orange 2RFN 液体，**Cartasol®** Brill Orange 2RF 颗粒，**Cartasol®** Red 2GFN 液体，**Cartasol®** Red 2GF 粉末，**Cartasol®** Red 3BFN 液体，**Cartasol®** Red4BF 液体，**Cartasol®** Violet 3BF 液体，**Cartasol®** Brill Violet 5BFN 液体，**Cartasol®** Blue F3R-HP 液体，**Cartasol®** Blue 9809 颗粒，**Cartasol®** Blue 3RF 液体 / 颗粒，**Cartasol®** Blue 3R-EU 液体，**Cartasol®** Brill Blue RF 液体，**Cartasol®** Blue 2RL 液体，**Cartasol®** Blue GDF 液体 New，**Cartasol®** Blue 4GF 液体，**Cartasol®** TurquoiseFRL 液体，**Cartasol®** Turquoise RF 液体；Clariant Corporation 制造的阳离子染料，例如 **Cartasol®** Brilliant Yellow K-6G 液体，**Cartasol®** Yellow K-4GL 液体，**Cartasol®** Yellow K-GL 液体，**Cartasol®** OrangeK-3GL 液体，**Cartasol®** Scarlet K-2GL 液体 **Cartasol®** Red K-3BN 液体，**Cartasol®** Blue K-5R 液体，**Cartasol®** Blue K-RL 液体，**Cartasol®** Turquoise K-RL 液体 / 颗粒 (granule)，**Cartasol®** BrownK-BL 液体；Organic Dyestuffs Corporation(ORCO)of East Providence，Rhode Island 配售 (distribute) 的染料，例如 ORCOLITEFAST™ Black L Ex Conc，ORCOLITEFAST™ Grey LVL 200％，ORCOLITEFAST™ Blue FFC Ex Conc((不含金属)MetalFree)，ORCOLITEFAST™ Blue 5GL，ORCOLITEFAST™ Blue 4GL-CF （不含金属），ORCOLITEFAST™ Blue 7RL，ORCOLITEFAST™ Turquoise LGL，ORCOLITEFAST™ Blue FGL，ORCOLITEFAST™ Blue LUL，ORCOLITEFAST™ Blue FFRL，ORCOLITEFAST™ Navy Blue RLL 200％，ORCOLITEFAST™ Turquoise FBL，ORCOLITEFAST™ Turquoise BR，ORCOLITEFAST™ Blue 4BL 200％，ORCOLITEFAST™ Blue 3GAV，ORCOLITEFAST™ Navy NS，ORCOLITEFAST™ Navy BLC，ORCOLITEFAST™ Brown AGL，ORCOLITEFAST™ Brown GTL，ORCOLITEFAST™ Brown BRL-NB 200％，ORCOLITEFAST™ Brown BRL-MF （不含金属），ORCOLITEFAST™ Brown BRS，ORCOLITEFAST™ Brilliant Green BL，ORCOLITEFAST™ Green 2B-NB，ORCOLITEFAST™ Grey LV-CF（不含金属），ORCOLITEFAST™ Grey LVL，ORCOLITEFAST™ Orange LG，ORCOLITEFAST™ Orange 4GLL，ORCOLITEFAST™ Red 4BSE Ex Conc，ORCOLITEFAST™ Pink 2BL，ORCOLITEFAST™ Red 6BLL，ORCOLITEFAST™ Red 8BLWN，ORCOLITEFAST™ Red 8BL，ORCOLITEFAST™ Rubine 3BLL，ORCOLITEFAST™ Red BNL，ORCOLITEFAST™ Scarlet T2B，ORCOLITEFAST™ Rose FR，ORCOLITEFAST™ Red TB，ORCOLITEFAST™ Red RLS，ORCOLITEFAST™ Violet FFBL，ORCOLITEFAST™ Violet 5BLL，ORCOLITEFAST™ Rubine WLKS，ORCOLITEFAST™ Yellow 4GL 200％，ORCOLITEFAST™ Yellow RL，ORCOLITEFAST™ Brilliant Yellow 8GFF，ORCOLITEFAST™ Yellow TG，ORCOLITEFAST™ Yellow RLSW)；Huntsman Corporation 制造的染料，例如 **SOLOPHENYL®** BLACK FGE 600％，**SOLOPHENYL®** BLACK FR，**SOLOPHENYL®** BLUE 4GL

250 %, **SOLOPHENYL®** BLUE FGLE 220 %, **SOLOPHENYL®** BLUE GL 250 %, **SOLOPHENYL®** BLUE TLE, **SOLOPHENYL®** BORDEAUX 3BLE, **SOLOPHENYL®** BROWNAGL, **SOLOPHENYL®** BROWN RL 130 %, **SOLOPHENYL®** FLAVINE 7GFE 500 %, **SOLOPHENYL®** GREEN BLE 155 %, **SOLOPHENYL®** GREY 4GLE 300 %, **SOLOPHENYL®** NAVY BLE250 %, **SOLOPHENYL®** ORANGE ARLE 220 %, **SOLOPHENYL®** ORANGE TGL 182 %, **SOLOPHENYL®** RED 3BL 140 %, **SOLOPHENYL®** RED 4GE, **SOLOPHENYL®** RED 7BE, **SOLOPHENYL®** ROYAL BLUE RFE, **SOLOPHENYL®** SCARLETBNLE 200 %, **SOLOPHENYL®** TURQUOISE BRLE 400%, **SOLOPHENYL®** VIOLET 4BLE 250%, **SOLOPHENYL®** YELLOWARLE 154%, **SOLOPHENYL®** YELLOW GLE,等等。

[0070] 活性染料是通常在染料和基材之间形成共价醚键的较永久染料。在纤维素材料的情形中,通常在碱存在下在染料和纤维素基材的羟基之间形成共价键。所有纤维活性染料对于纤维素纤维具有直接性。这类染料非常普遍,这是因为它们的坚牢度性能 (Berger, Rebecca R.,Fiber Reactive Dyes with Improved Affinity and Fixation Efficiency Thesis M.S.Textile Chemistry North Carolina State University)。美国专利No.7,038,024深入地公开了一些纤维-活性偶氮染料的制备和用途。活性染料的主要化学分类是偶氮、蒽醌和酞菁。

[0071] 适合用于将纤维素材料进行染色的活性染料以举例和非限制方式包括Huntsman Corporation制造并且可按起尘性粉末或液体形式获得的染料,例如**NOVACRON®** BLACK C-2R, **NOVACRON®** BLACK C-NN, **NOVACRON®** BLACK C-NN LIQ.33 %, **NOVACRON®** BLACK LS-N-01, **NOVACRON®** BLACK P-GR150 %, **NOVACRON®** BLACK P-GR LIQ.40 %, **NOVACRON®** BLACK P-SG, **NOVACRON®** BLACK P-SG LIQ.40 %, **NOVACRON®** BLACK PE-BS, **NOVACRON®** BLACK PH-GRLIQ., **NOVACRON®** BLACK W-HF, **NOVACRON®** BLACKW-NN, **NOVACRON®** BLUE 4R, **NOVACRON®** BLUE C-D, **NOVACRON®** BLUE C-R, **NOVACRON®** BLUE C-R LIQ.33 %, **NOVACRON®** BLUE FN-R, **NOVACRON®** BLUE H-RN, **NOVACRON®** BLUE LS-3R, **NOVACRON®** BLUE P-3R GR, **NOVACRON®** BLUE P-3R LIQ.40 %, **NOVACRON®** BLUE P-6B, **NOVACRON®** BORDEAUX PH-R LIQ., **NOVACRON®** BRILLIANT BLUE FN-G, **NOVACRON®** BRILLIANT BLUEH-GR, **NOVACRON®** BRILLIANT BLUE LS-G, **NOVACRON®** BRILLIANT RED C-3GL, **NOVACRON®** BRILLIANT REDFN-3GL, **NOVACRON®** BRILLIANT YE LLOW H-4GN, **NOVACRON®** BROWN NC, **NOVACRON®** BROWN P-6R GR, **NOVACRON®** BROWN P-6R LIQ.50 %, **NOVACRON®** DARKBLUE S-GL, **NOVACRON®** DARK BLUE W-R, **NOVACRON®** DEEP RED C-D, **NOVACRON®** DEEP RED S-B, **NOVACRON®** GOLDEN YELLOW P-2RN GR S, **NOVACRON®** GOLDENYELLOW P-2RN LIQ.33 %, **NOVACRON®** GREY NC, **NOVACRON®** LEMON S-3G, **NOVACRON®** NAVY C-BN, **NOVACRON®**

NAVY C-BN LIQ.25%，**NOVACRON®** NAVY C-R，**NOVACRON®** NAVY FN-BN，**NOVACRON®** NAVY H-2G，**NOVACRON®** NAVY LS-G，**NOVACRON®** NAVY P-2R，**NOVACRON®** NAVY P-2R LIQ.33%，**NOVACRON®** NAVY PH-RLIQ.，**NOVACRON®** NAVY S-G；包含乙烯砜和单氯三嗪连接基团的活性染料，如 Organic Dyestuffs Corporation(ORCO)of East Providence，Rhode Island 配售的那些，例如 Orco Reactive Black BF™-Special，Orco Reactive Black BF™-Special 40% Liquid，Orco Reactive Navy Blue BF™-2GB，Orco Reactive Navy Blue BF™-2RB，Orco Reactive Blue BF™-BRF，Orco Reactive Navy Blue BF ™-FBN，Orco Reactive Orange BF ™-2RX，Orco Reactive Red BF ™-6BN，Orco Reactive Red BF™-6BN 25% Liquid，Orco Reactive Red BF™-4BL，Orco Reactive Golden Yellow BF™-2GR，Orco Reactive Yellow BF™-2GR 25% Liquid，Orco Reactive Yellow BF™-3GN，Orco Reactive Golden Yellow BF™-4GR；包含乙烯砜连接基团的活性染料，如 Organic Dyestuffs Corporation(ORCO)of East Providence，Rhode Island 配售的那些，例如 **ORCO®** REACTIVE Black GR，**ORCO®** REACTIVE Black GR 25% Liquid，**ORCO®** REACTIVEBlack RB，**ORCO®** REACTIVE Black RB Liquid 25%，**ORCO®** REACTIVE Black RRL，**ORCO®** REACTIVE Blue RW Special，**ORCO®** REACTIVE Turquoise RP，**ORCO®** REACTIVE TurquoiseRP Liquid 33%，**ORCO®** REACTIVE Navy Blue RGB，**ORCO®** REACTIVE Blue RGB 25% Liquid，**ORCO®** REACTIVE BrownRGR，**ORCO®** REACTIVE Orange 3RA，**ORCO®** REACTIVE Orange3RA Liquid 25%，**ORCO®** REACTIVE Orange R3G，**ORCO®** REACTIVE Orange RFR，**ORCO®** REACTIVE Brilliant Red RBR，**ORCO®** REACTIVE Bordeaux RB，**ORCO®** REACTIVE BrilliantRed RF3B，**ORCO®** REACTIVE Red RB，**ORCO®** REACTIVE RedR3BS，**ORCO®** REACTIVE Violet R5R 120%，**ORCO®** REACTIVE Violet R4B，**ORCO®** REACTIVE Yellow RGR 110%，**ORCO®** REACTIVE Golden Yellow RGA，**ORCO®** REACTIVE BrilliantYellow RGL，**ORCO®** REACTIVE Brilliant Yellow R4GL 150%；就纤维素纤维而言的热染活性染料，如 DyStar Textilfarben GmbH&Co.，Germany 配售的那些，例如 **Procion®** Yellow H-E4R，**Procion®** Yellow H-E6G，**Procion®** Orange H-ER，**Procion®** Red H-E3B，**Procion®** Red H-E7B，**Procion®** Blue H-EGN 125%，**Procion®** BlueH-ERD，**Procion®** Navy H-ER 150%，等等。

[0072] 通过用相互作用形成不溶性偶氮染料的二偶氮和偶联组分二者处理纤维素纤维而将二偶氮－或纳夫妥类染料施涂到所述纤维。典型地，首先将所述纤维浸泡在纳夫妥的冷苛性钠水溶液中。使所述纤维吸附酚类化合物，之后将它们进行压挤、干燥并且浸泡在胺的双偶氮化合物溶液中。在该阶段，在所述纤维中发生偶联，从而致使形成不溶性染料。参见 The Physical Chemistry of Dying. by Thomas Vickerstaff，published for Imperial Chemical Industries Ltd. by Oliver and Boyd，London and Edinburgh，and Interscience，New York，second ed.，1954。偶氮染料具有优异的湿牢度性能。

[0073] 这类染料以举例和非限制方式包括中国上海的 ShanghaiEpochem Co.，Ltd. 制造的染料，例如以如下产品名称所被知晓的染料：Napthol AS，Napthol AS-BO，Napthol

AS-G, Napthol AS-SW, NaptholAS-E, Napthol AS-RL, Napthol AS-SG, Napthol AS-PH, NaptholAS-BS, Napthol AS-D, Napthol AS-OL, Napthol AS-CA, NaptholAS-VL, Bordeaux GP Base, Orange GC Base, Fast Garnet B Base, Red B Base, Red GL Base, Red RC Base, Fast Scarlet G Base, Scarlet RC Base, Red RL Base, Fast Yellow GC Base, Black B Base, 等等。

[0074] 硫化染料是传统地用于赋予纤维素纤维黑色的两部分式染料。通常将它们施涂到来自使用硫化钠作为还原剂的碱性还原浴的纤维素。适合用于将纤维素材料进行染色的硫化染料以举例和非限制方式包括 Clariant Corporation 制造的染料，例如 **DIRESUL®** Yellow RDT-E Liquid, **Diresul®** Orange RDT-GR Liquid, **Diresul®** Orange RDT-2RLiquid, **Diresul®** Yellow-Brown RDT-G Liquid, **Diresul®** BrownRDT-GN Liquid, **Diresul®** Brown RDT-R Liquid, **Diresul®** BordeauxRDT-6R Liquid, **Diresul®** Olive RDT-B Liquid, **Diresul®** 1 BrilliantGreen RDT-GL Liquid, **Diresul®** Blue RDT-2G Liquid, **Diresul®** BlueRDT-B Liquid, **Diresul®** Blue RDT-3R Liquid, **Diresul®** BlackRDT-RL Liquid, **Diresul®** Black RDT Liquid ;Organic DyestuffsCorporation **(ORCO®)** 制造的染料例如 **Orcosol®** Black B4G, 等等。

[0075] 还原染料传统地是基于最古老的已知染料中的一种即靛蓝，其目前的特征在于它们含有的醌基。它们不溶于水，但是可通过以下进行溶解：在碱浴中用亚硫酸氢钠将它们的羰基还原为无色化合物，于是其可溶解于苛性钠中。在恰当条件下，纤维素纤维可快速吸附无色染料。参见 Thomas Vickerstaff 的 The Physical Chemistry of Dying, Imperial Chemical Industries Ltd. by Oliver and Boyd, London and Edinburgh, and Interscience, New York 出版，第 2 版，1954。还原染料的主要化学分类是蒽醌和靛蓝类染料 (indigoid)。参见 Kirk-Othmer 的 Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology Volume 8, 第 3 版, A Wiley-Interscience Publication, John Wiley and Sons, New York, Chichester, Brisbane, Toronto. 1979。还原染料以可在水中稀释形成分散体的粉末或糊料进行销售。

[0076] 适合用于将纤维素材料进行染色的还原染料以举例和非限制方式包括 **Aljo®** Mfg. Co. (New York, NY) 制造的 zYMO-FAST 系列还原染料，例如 Yellow#575, Yellow 5G#3140, Brilliant Yellow#2320, Pure Yellow#2623, Supra Yellow#2299, Golden Yellow#1370, Orange#620, Bright Orange#863, Golden Orange#1409, Bright Pink #860, Red#780, Red#940, Synthetic Indigo#919, Brilliant Indigo #2120, Sky Blue#686, Bright Blue#2432, 和 Karan DyestuffsIndustries of Gujarat, India 制造的增溶的还原染料，例如 JINTEXSOL Golden Yellow IGK, JINTEXSOL Golden Yellow IRK, JINTEXSOL Blue O4B, J INTEXSOL Brown IRRD, J INTEXSOL Brown IBR, JINTEXSOL Green IB, JINTEXSOL Grey IBL, JINTEXSOL Pink IR, JINTEXSOL Orange HR, JINTEXSOL Violet I4R, JINTEXSOL Red Violet RF, JINTEXSOL Blue 4B, 等等。

[0077] 上述类别的纤维素染料中，用于实施本发明的最重要的两种是直接和活性染料。已知的做法是制备用于将浆料形式的纤维素纤维直接和活性染色的组合物。本发明公开了一种技术，由此可有效地将片状形式的纤维素纤维进行染色。

[0078] 染色纤维素商品碎片可由染色纤维素碎片通过将含湿量降低至约5重量%-约10重量%的量进行制备，其中重量百分数基于所述染色纤维素商品碎片总重量计。

[0079] 染色纤维素碎片和染色纤维素商品碎片可通过本发明的方法进行制备，所述方法包括以下步骤：

[0080] (i)任选地，将初始含湿量为约2重量%-约12重量%的纤维素纸浆碎片的含湿量调节至约6重量%-约40重量%的含湿量，其中重量百分数基于所述纤维素纸浆碎片总重量计，

[0081] (ii)使来自(i)的纤维素纸浆碎片与水性染料接触以产生含湿量为约25重量%-约55重量%的染色碎片，其中重量百分数基于所述染色纤维素碎片总重量计，其中所述含湿量不超过渗色点，

[0082] (iii)向来自(ii)的染色纤维素碎片施加压力以将染料均匀地铺展遍及所述染色纤维素碎片，以及

[0083] (iv)加热来自(iii)的染色纤维素碎片以将含湿量降低至约5重量%-约10重量%的量从而产生染色纤维素商品碎片，其中重量百分数基于所述染色纤维素商品碎片总重量计。优选地，这为连续工艺。

[0084] 图1描述了本发明染色工艺的示例性实施方案。在染料罐110中以水溶液提供一种或多种染料。将染料溶液输送到染料施涂器130以将染料施涂到穿过该施涂器的纤维素纸浆碎片120。然后使染色纤维素纸浆碎片通过一个或多个压机140以将染料均匀地遍及所述染色纤维素纸浆碎片进行分布。然后，在可包括例如所示系列蒸汽加热辊的 干燥器150中加热所述染色纤维素纸浆碎片以达到目标含湿量。然后在复卷辊170上收集干燥的染色纤维素纸浆碎片(也称作染色纤维素纸浆商品碎片)，其任选通过蓄积器160，该蓄积器在更换复卷辊170上干燥的染色纤维素纸浆碎片辊卷时段期间充当干燥的染色纤维素纸浆碎片的临时固定器的作用。

[0085] 在本发明的特定实施方案中，在染色之前，例如在图1中A位置，将纤维素纸浆碎片的含湿量调节至约15重量%-约40重量%的含湿量，此处重量百分数基于所述纤维素纸浆碎片总重量计。含湿量可通过本领域已知的各种方法，例如通过用水喷涂纤维素纸浆碎片来进行调节。将染料施涂到含湿量比在环境条件下本来具有的含湿量稍微较高的纤维素纸浆碎片有助于染料在纤维素纸浆碎片中较为均匀的分布。

[0086] 可通过本领域已知的各种方法，例如用染料水溶液喷涂纤维素纸浆碎片，通过使纤维素纸浆碎片穿过含有染料水溶液的槽式压机(puddle press)，将染料溶液施涂到轧辊并然后将其转移到碎片，或者堰式(weir)方法将染料施涂到纤维素纸浆碎片。堰式方法涉及将储器放置在纸浆碎片装置的上方作为溢出泄放道(spillway)。当堰的顶部(crest)是水平时，可就速度调节堰顶部之上释放的流体的量。因此，图1中所示的染料施涂器130可以是喷雾器、轧辊、一个或多个包括尤其在汽缸壁上具有一系列小孔的中空圆柱体的歧管(manifold)。在离开染料施涂器后，例如在图1中B位置，染色碎片可具有约25重量%-约55重量%的含湿量，和更期望地约35重量%-约48重量%的含湿量，其中重量百分数基于所述染色纤维素碎片总重量计。

[0087] 贯穿片材的染料施涂期望是均匀的。然而，这并非关键，因为染料施涂中具有较小不均匀性的区域是不可避免的。在染色纤维素商品碎片的主要使用中，即染色非织造材料

的生产中，染色纤维素商品碎片如例如在锤磨机中将被粉碎成单纤维，单纤维将被空气夹带，并沉积在成形网上。在该过程中将存在相当大的混合，从而使完全染色纤维与部分染色纤维混合。例如，如果目的是制造红色非织造材料，则碎片具有完全红色的区域，而由于染色纤维素商品碎片生产中染料施涂的不均匀性，其中纤维不太红或甚至为粉红色的一些区域，则这在最终产品中将并不明显。

[0088] 染色纤维素碎片的含湿量必须不超过渗色点。如果含湿量超过渗色点，则将不可能调节染色纤维素碎片的特性来克服问题。在可除去过量水分之前，后续提高压力的施涂将导致压碎染色纤维素碎片。另外，当加热染色纤维素碎片以生成染色纤维素商品碎片时，问题不可被克服。结果将是由染色纤维素商品碎片生产的非织造材料将发生渗色，换句话说，例如，着色的餐巾在使用中可将染料转移到进餐时使用餐巾的人的手和脸上。因此，为避免本发明的缺点例如渗色，维持规定的含湿量是重要特征。

[0089] 在将纤维素碎片染色之后，使所述片经受压力，这可利用各种方式，例如通过使染色纤维素碎片通过气动压辊机 (pneumatic press roll) 来完成。所施加的轧辊载荷为约 400- 约 3,500kg/ 延米，优选约 700- 约 2,800kg/ 延米。对含有染料的具有其相对高含湿量的染色纤维素碎片施加压力，有助于染料分布遍及染色纤维素碎片，从而使基本上每个纤维被水性染料接触。所施加的轧辊载荷必须不得高达使其压碎染色纤维素碎片从而危害其完整性。

[0090] 然后加热所述染色纤维素碎片以除去水分，结果是形成含湿量为约 5 重量 %- 约 10 重量 % 的染色商品碎片。加热可以通过任何合宜的方法，例如图 1 中所示的加热蒸汽辊进行施加。

[0091] 图 2 描述了本发明染色工艺的替代实施方案。在染料罐 210 中以水溶液提供一种或多种染料。将染料溶液输送到染料施涂器 230 以将染料施涂到穿过施涂器的纤维素纸浆碎片 220。纤维素纸浆碎片 220 可通过多个供给辊 (supplier roll)225 来提供，并且使其通过蓄积器 (accumulator)260 以促进染色工艺的连续操作。在使用染料施涂器 230 施涂染料溶液之前，可通过成对的轧辊 215 调节纤维素纸浆碎片的张力。然后使所述染色纤维素纸浆碎片通过一个或多个压机 240。然后，在可以是红外加热器、微波加热器等的干燥器 250 中加热所述染色纤维素纸浆碎片以达到目标含湿量。然后在双复卷装置 270 上收集干燥的染色纤维素纸浆碎片 (也称作染色纤维素纸浆商品碎片)，其任选通过蓄积器 265。

[0092] 将染色纤维素商品碎片转变为染色非织造材料

[0093] 在适合用于商业生产的优选工艺中，在连续气流纤网中使用本发明的染色商品碎片生产本发明的染色非织造材料。图 3 描述了用于制造本发明气流成网染色非织造材料的方法的示例性实施方案。首先通过一个或多个锤磨机 310 将染色商品碎片碎裂或脱纤维化 (defiberize) 以提供个体化纤维。然后将个体化纤维气力输送到气流成网机上的一个或多个成形封头 330，这使空气夹带的纤维沉积到移动成形网 340 上。任选地，用于制造非织造材料的其它纤维性材料，例如包括一般用于工业的双组分合成纤维在内的合成纤维，可在一个或多个进料塔 320 中提供，在一个或多个成形封头 330 中与个体化纤维素纤维进行混合，并且沉积在成形网 340 上。

[0094] 在通过压缩辊 (compactor roll)350 和任选通过压纹辊 355 之后，在粘合剂施加工位 360 中用乳胶粘合剂或乳胶粘合剂的混合物在一个面 (side) 上处理气流成网材料。各

种粘合剂催化剂可以随乳胶粘合剂一起施加。或者，各种湿强度树脂可随使用粘合剂施加工位 360 的乳胶粘合剂一起施加。乳胶粘合剂、粘合剂催化剂和 / 或湿强度树脂可通过喷涂，或者其它通常所用的方法例如发泡、刮刀或从轧辊转移来进行施加。

[0095] 如果必要，然后任选地将气流纤网从成形网转移到压光机 (calendar) 或其它增密阶段以使所述网增密，以提高其强度和控制织网厚度。为了使网纤维结合，然后使所述网通过烘箱 370 以在合适的温度下加热所述网足够的持续时间从而使粘合剂材料固化。所述烘箱可优选为常规空气穿过式烘箱，或者作为对流烘箱进行操作，但是可以通过红外或微波辐射获得必要的加热。

[0096] 可使用第二粘合剂施加工位 365 通过在另一面上的乳胶粘合剂进 一步处理从烘箱 370 离开的网，所述施加工位还可与乳胶粘合剂一起施加合适的粘合剂催化剂和 / 或湿强度树脂。然后使这样的处理的网通过第二烘箱 375 以使新施加的粘合剂材料固化。然后，使固化的网通过烘箱后压纹机 380，以及施加一种或多种染料固定剂、和 / 或水以调节含湿量的定型装置 385。然后通过复卷辊 390 收集所述网。

[0097] 应理解的是，染色非织造材料可通过上述工艺的不同变型进行制备。例如，可使气流纤网通过在气流纤网的两个面上施加乳胶粘合剂和其它添加剂的粘合剂施加工位，并然后将其给进到烘箱。在另一个实例中，可在使用分开的施涂器进行乳胶施加之前或之后加入粘合剂催化剂和 / 或湿强度树脂。在其它实例中，可使用一个或多个另外的烘箱用以使所述网固化。

[0098] 许多产商制造适合用于本发明的气流纤网成形机械装置，包括 Dan-Webforming International A/S(Denmark)，M&J Airlaid Products A/S(Denmark)，Rando Machine Corporation(Macedon,New York)(其描述于美国专利No.3,972,092中)，Margasa Textile Machinery(Cerdanyola del Vallès, Spain)，和 DOA International of Wels(Austria)。虽然这些许多成形机械装置在如何将纤维打开 (open) 和气力输送到成形网方面不同，但是它们完全能够生产本发明的网。Dan-Web 成形封头包括旋转或搅拌的穿孔转鼓，其用于维持纤维分离直到纤维被真空抽拉到多孔的成形输送机或成形网上。在 M&J 机械装置中，成形封头基本上是在筛状物 (screen) 上方的旋转搅拌器。旋转搅拌器可以包含一系列或一簇旋转推进器或扇叶。在需要限定的层时，分开的成形封头可以用于各种类型的纤维或纤维混合物。

[0099] 乳胶粘合剂

[0100] 各种乳胶粘合剂适合在本发明的非织造材料中使用，例如乙烯乙酸乙烯酯共聚物 (也称作乙基乙烯基乙酸酯共聚物)，例如 Air Products(Allentown, Pennsylvania) 提供的 AirFlex **124®**。AirFlex **124®** 与 10 重量%固体和 0.75 重量%的 **AEROSOL®** OT(其是阴离子表面活 性剂，由 Cytec Industries(West Paterson, New Jersey) 提供) 一起使用。优选的乙烯乙酸乙烯酯共聚物是来自 Wachker 的 Vinnapas 和来自 Celanese 的 Vinamul。还可以使用其它类别的乳液聚合物粘合剂，例如苯乙烯 - 丁二烯和丙烯酸类粘合剂。可以使用来自 Air Products (Allentown, Pennsylvania) 的 Binders **AIRFLEX®** 124 和 192，任选具有遮光剂和增白剂，如二氧化钛，例如分散在乳液中。还可以使用其它类别的乳液聚合物粘合剂，例如苯乙烯 - 丁二烯、丙烯酸类和羧化的苯乙烯丁二烯丙烯腈 (SBAN)。羧化的 SBAN 可以作为产品 68957-80 得自 Dow Reichhold Specialty Latex LLC

of Research Triangle Park, NC。Dow Chemical Company(Midland, Michigan) 是多种合适乳胶粘合剂的来源,例如改性的苯乙烯丁二烯 (S/B) 乳胶CP 615NA和CP692NA,和改性的苯乙烯丙烯酸酯 (S/A) 乳胶,例如CP6810NA。多种合适乳胶在下列中进行了讨论 :Emulsion Polymers,Mohamed S.El-Aasser,Carrington D.Smith,I.Meisel,S.Spiegel,C.S.Kniep, ISBN :3-527-30134-8,217th American Chemical Society Meeting in Anaheim,CA 1999 年 3 月,和 Emulsion Polymerization and Emulsion Polymers,Peter A.Lovell,Mohamed S.El-Aasser, ISBN :0-471-96746-7,由 Jossey-Bass, Wiley 出版。还可以使用的是来自 Specialty Polymers,Inc.,8690ld Richburg Rd.,Chester,SC 26706 的各种丙烯酸类、苯乙烯 - 丙烯酸类和乙烯基丙烯酸类乳胶。还可以使用的是来自 Rohm 和 Haas 的 Rhoplex™ 和 Primal™ 丙烯酸酯乳液聚合物。在本发明中,乳胶固体以约 5 重量% - 约 20 重量%的量存在。

[0101] 粘合剂催化剂

[0102] 可将催化剂加入到粘合剂中以提高固化和交联形成。适合用于本发明的一般粘合剂催化剂包括矿物酸 (也称作无机酸)。这些酸以举例和非限制方式可以包括盐酸、硫酸、硝酸、磷酸、硼酸、氢氟酸、氢溴酸、硫酸氢钠和氯化氢。另外,可添加路易斯酸作为催化剂。这些酸可以包括例如金属阳离子。三乙醇胺钛络合物,例如DuPont™ **Tyzor®** 可以充当路易斯酸催化剂。最后,可添加有机酸作为催化剂。这些酸以举例和非限制方式可以包括乳酸、柠檬酸、甲酸、乙酸、草酸、二氯乙酸、对甲苯磺酸、山梨酸、苹果酸、乙二胺四乙酸和尿酸。

[0103] 此外,可添加起热敏化剂作用的化学品作为粘合剂催化剂。这类化学品以举例和非限制方式可以包括官能性硅氧烷化合物,例如硅氧烷氧化烯嵌段共聚物和有机基聚硅氧烷。用作热敏化剂的另外化学品包括乳化的盐,例如锌盐如氯化锌 ;铵盐如氯化铵 ;和多价盐,例如硫酸铝。可适用的热敏化剂的具体实例和它们用于乳胶热敏化的用途描述于美国专利 No.3,255,140 ;3,255,141 ;3,483,240 ;3,484,394 ;和 4,176,108 中。

[0104] 湿强度树脂

[0105] 在形成纤维素材料时,纤维主要通过氢键保持在一起。氢键取决于纤维之间的物理接触并且可被纤维的润湿受到破坏。湿纤维素材料的剩余湿式拉伸强度小于其初始干式拉伸强度的 10%。

[0106] 可使用各种技术,例如将纸浆精磨和在造纸机上湿压榨来机械地减少纤维素材料在润湿时的强度丧失。例如,湿强度化学品可用来提高纤维素片的湿强度,其可保持片料最初干式强度的多达 50%。湿强度化学品通过使纤维素纤维与在润湿时没有破断的共价键交联来改进湿状态或干状态的纤维素材料的拉伸性能。

[0107] 聚合物湿强度树脂 (湿强度化学品的一种类型),一般用于制纸浆和纸品工业中来提高纸的湿式或干式拉伸强度。适合用于提高纤维素材料拉伸强度的树脂以举例和非限制方式包括 Ashland Hercules Water Technologies 制造的聚酰胺表氯醇加合物 (PAE),例如 **Kymene®** 557H、**Kymene®** 821、**Kymene®** 920A 和 **Kymene®** G3XG1, AshlandHercules Water Technologies 制造的阴离子聚丙烯酰胺 (APAM),例如 **Hercobond®** 2000, Ashland Hercules Water Technologies 制造的乙二醛化的聚丙烯酰胺 (GPAM),例如 **Hercobond®** 1000 和 **Hercobond®** 1194, Ashland Hercules

Water Technologies 制造的改性的聚胺，例 如 **Hercobond®** 6350，Ashland Hercules Water Technologies 制造的阳离子和两性的聚丙烯酰胺，例如 **Hercobond®** 1200、**Hercobond®** 1205、 **Hercobond®** 2264，Ashland Hercules Water Technologies 制造的羧甲基纤维素 (CMC)，Ashland Hercules Water Technologies 制造的阴离子和阳离子瓜尔胶 (guar)，Kemira 制造的改性的聚丙烯酰胺，例如 **Parez®** 745、**Parez®** 631NC 和 **Parez®** 920，Kemira 制造的水可溶性阳离子聚丙烯酰胺，例如 **Parez®** 930，Kemira 制造的聚酰胺，例如 **Parez®** 617C、**Parez®** 625 和 **Parez®** 628，Kemira 制造的聚酰胺 - 聚胺，例如 **Parez®** 617-2B，Kemira 制造的三聚氰胺 - 甲醛，例如 **Parez®** 607L，Georgia-Pacific 制造的聚丙烯酰胺，例如 **Ambond®** 1500 和 **Ambond®** 1505，Georgia-Pacific 制造的改性的聚丙烯酰胺，例如 **Ambond®** 1510，Georgia-Pacific 制造的聚酰胺，例如 **Amres®** 135、**Amres®** 25-HP、**Amres®** 652、**Amres®** 8855、**Amres®** 8870 和 **Amres®** HP-100，Georgia-Pacific 制造的低 AOX 聚酰胺，例如 **Amres®** MOC-3025 和 **Amres®** MOC-3066，BASF 制造的聚乙烯胺，例如 **Lupamin®** 9095，和 Monomer-Polymer and Dajac Labs 制造的二醛淀粉。

[0108] 本领域已知的是，可使用各种湿强度树脂，例如以商品名 **Kymene®**销售的各种阳离子胺聚合物 - 表氯醇加合物树脂，作为固定剂以改善色牢度。这些树脂已用于湿法成网非织造领域数十年，用以提高湿法成网非织造材料的湿强度，但是尚不知道用于气流成网非织造工业用以固定 (affix) 染料。在本发明中，当将这类湿强度树脂与乳胶粘合剂一起施加在染色气流纤网上时，最终的非织造材料的色牢度得到显著提高，使得不需要通过定型装置 385 施加另外的染料固定剂。取决于所用染料的类型和量，湿强度树脂可按染色非织造材料的约 0.1gsm- 约 8gsm 的基本重量范围，优选染色非织造材料的约 0.5- 约 4gsm 的基本重量范围进行添加。

[0109] 染料固定剂

[0110] 可在染色非织造材料制造工艺结束时使用染料固定剂以永久地或基本上永久地将所施涂的染料固定到非织造材料的纤维上。传统染色工艺典型地通过将其进行洗涤来除去大部分过量的染料。本申请中描述的工艺使得不洗涤掉过量的染料，这是因为将纤维在为纤维素碎片形式时进行染色和处理。作为该工艺的一部分，本申请描述了如下若干限制过量染料渗色的方法（包括单独地或作为组合）：使施涂到纤维素碎片的过量染料最小化，施加乳胶粘合剂以涂覆染色气流成网基材内的个体化纤维，将湿强度树脂加入到染色气流成网基材中，以及通过定形棒 (finalization bar) 将染料固定剂加入到染色气流成网基材中。存在多种用于染料固定的化学品，其取决于所进行染色的基材和所使用的特定染料。染料固定剂可以描述为保护染料不渗色、褪色和转移的化学品。染料固定剂还可以用于改变材料的最终颜色或用作防染剂 (reserving agent)。

[0111] 存在三种主要类型的固定剂：无机物例如基于硫酸铝和聚氯化铝的化学品；有机物例如改性的阳离子淀粉；和合成材料例如聚胺、聚乙烯亚胺、双氰胺、表氯醇、聚二烯丙基二甲基氯化铵 (polydadmac) 和聚乙烯胺。

[0112] 许多染料固定剂是阳离子属性并且以举例和非限制方式可以包括 Huntsman

Corporation 制造的阳离子络合剂，例如 **ALBAFIX®** ECO，或 Huntsman Corporation 制造的有机阳离子聚电解质，例如 **ALBAFIX®** R。对于一些用途，染料流平剂例如 Huntsman Corporation 制造的烷基胺聚乙二醇醚硫酸盐，如 **ALBEGAL®** A 会是足够的。甚至 Huntsman Corporation 制造的包含聚合物混合物的轧染辅助剂，例如 **ALBAFIX®** E 也会是合宜的。还可以使用 Huntsman Corporation 制造的高分子量阳离子 polydadmac 固定剂，例如 **ALCOFIX®** 111。

[0113] 另外，可以使用 Clariant Corporation 制造的表氯醇二甲基氨基丙烯胺共聚物，例如 **Cartafix®** NJC 液体，或 Clariant Corporation 制造的阳离子脂族聚胺衍生物，例如 **Cartafix®** TSF 液体或 **Cartafix®** NTC 液体。还可以使用 Clariant Corporation 制造的其它聚胺－表氯醇（支链）固定剂，例如 **Cartafix®** CB 或 **Cartafix®** DPR，或 Clariant Corporation 制造的聚胺－表氯醇（线性）固定剂，例如 **Cartafix®** F。最后可以使用有机聚合物，例如 Clariant Corporation 制造的有机聚合物，如 **Cartafix®** VXZ 液体，Clariant Corporation 制造的阳离子树脂质 (resinous) 化合物例如胍、氰基－聚合物与以及 1,2- 乙二胺、N-(2- 氨乙基)- 盐酸盐，例如 **Cartafix®** SWE 液体，或 Clariant Corporation 制造的双氰胺－甲醛，例如 **Cartafix®** W。

[0114] 一些天然染料需要用于染料固定的媒染剂。媒染剂是用于通过与染料形成配合络合物、然后粘附到织物或组织而将染料固着在织物或组织上的物质。一般媒染剂包括鞣酸、漆叶鞣料 (sumac)、五倍子 (gallnut)、树皮提取物、明矾、尿 (urine)、铬矾、油酸、硬脂酸、土耳其红油 (turkey red oil)、氯化钠以及铝、铬、铜、铁、碘、钾、钠和锡的某些盐。可以为天然染料改进染料固定的其它化学辅助剂包括油类和磺酸酯油、肥皂、脂肪和高级酸。

[0115] 取决于所用染料的类型和量，染料固定剂可按染色非织造材料的约 0.1 重量％－约 10 重量％的量，优选按染色非织造材料的约 0.05 重量％－约 3 重量％的量加入。

[0116] 染色非织造材料

[0117] 本发明的染色非织造材料（其由本发明的染色商品碎片制得），典型地具有一个基本重量为约 40gsm- 约 120gsm，更典型地约 50gsm- 约 80gsm 的的层。通过 EDANA 方法 WSP 110.4 测量的干式拉伸强度可以为纵向 (machine direction) 约 16N/5cm- 约 21N/5cm 和横向 (cross direction) 约 13N/5cm- 约 18N/5cm。通过 EDANA 方法 WSP110.4 测量的伸长可以为纵向约 10％－约 15％和横向约 12- 约 18。通过 EDANA 方法 WSP 110.4 测量的湿式拉伸强度可以为纵向约 8N/5cm- 约 12N/5cm 和横向约 13N/5cm- 约 18N/5cm。通过 EDANA 方法 WSP10.1 测量的吸收度可以为约 300g/m^2- 约 450g/m^2。染色非织造材料具有通过 AATCC 测试方法 8 测定的约 4.2 或更大的干摩擦等级分类。

[0118] 实验

[0119] 以下实施例仅是本发明说明性的并且认为它们不应该以任何方式限制本发明的范围。

[0120] 在实验实施例中使用的材料包括如下：

[0121] 纤维素纸浆碎片形式的 FOLEY **FLUFFS®** 漂白的南部软木材 Kraft，由 Buckeye Technologies Inc.(Memphis,Tennessee) 的分属机构 (affiliate) 制造。FOLEY

FLUFFS®牌纤维由纤维素材料，主要是来自湿地松的木浆制备。

[0122] **DUR-O-SET®** Elite 22 是乙烯乙酸乙烯酯共聚物，由 Celanese Ltd.(Dallas，Texas) 制造。

[0123] **DUR-O-SET®** Elite Plus 25-299a 是阳离子的乙酸乙烯酯 / 乙烯 (VAE) 共聚物乳液，由 Celanese Ltd.(Dallas，Texas) 制造。

[0124] Buckeye Red 染料 1 是直接红色染料。Buckeye Red 染料 2 是直接红色染料。Buckeye Red 染料 3 是直接红色染料。Buckeye Red 染料 4 是直接红色染料。Buckeye Blue 染料 1 是直接蓝色染料。BuckeyeGreen 染料 1 是直接绿色染料。Buckeye Black 染料 1 是直接黑色染料。

[0125] Apple Red Beverage Napkin 是 AMSCAN Inc.(Elmsford，New York) 的湿法成网着色结构的样品。Bright Royal Blue Beverage Napkin 是 AMSCAN Inc.(Elmsford，New York) 的湿法成网着色结构的样品。Festive Green Beverage Napkin 是 AMSCAN Inc.(Elmsford，New York) 的湿法成网着色结构的样品。Jet Black Beverage Napkin 是 AMSCAN Inc.(Elmsford，New York) 的湿法成网着色结构的样品。

[0126] **WALKISOFT®** Red 117 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。

[0127] **WALKISOFT®** Red 120 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。

[0128] **WALKISOFT®** Printed Red 117 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。将印制的设计 (design) 增加到气流成网材料。

[0129] **WALKISOFT®** Blue 152 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。将印制的设计添加到气流成网材料。

[0130] **WALKISOFT®** Green 142 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。

[0131] Red Flexographic Printed Napkin 当 Buckeye Technologies Inc.(Memphis，Tennessee) 生产的 **WALKISOFT®** 白样品由 Waldan Paper Services，Inc.(Oshkosh，Wisconsin) 进行柔版印刷时生成。柔版印刷带来柔性印制板在各种基材上进行印刷的用途。柔版印刷也称作苯胺印制。

[0132] **WALKISOFT®** 气流成网结构通过 Buckeye Technologies Inc.(Memphis，Tennessee) 的分属机构制造。

[0133] HPF 是以纤维素碎片形式的高纯度丝光处理的漂白南部软木 Kraft，由 Buckeye Technologies Inc.(Memphis，Tennessee) 的分属机构制造。HPF 纤维由纤维素材料，主要是来自湿地松的木浆制备。

[0134] 工序 1 :关于染料或颜料渗色的桌面光度透射不透明性色牢度试验

[0135] 实验样品制备方法

[0136] 使用 3.6513cm(1.4375 英寸)冲孔机 (punch) 从待测试材料取出圆形物 (circle)。将样品置于 100ml 烧杯的底部。将 80ml 水加入到该烧杯中。使该样品静置过夜。第二天,用搅拌棒温和地搅拌样品,确保不接触该样品。将 25ml 溶液转移到 30ml 烧杯中。重要的是确保该 溶液不具有可能阻碍测量的任何空气气泡。

[0137] 水标准物制备方法

[0138] 将 25 毫升水转移到 30ml 烧杯中。水应该从用于实验样品的相同来源同时获得。重要的是确保溶液不具有可能阻碍测量的任何空气气泡。

[0139] 实验工序

[0140] 测试单元 (unit) 由 0.64cm(0.25 英寸) **PLEXIGLAS®** 的 6 面箱组成,其中一个面已被轻微地进行喷沙或研磨并然后涂上固体平滑黑颜料 (black)。该箱内部也涂黑。**PLEXIGLAS®** 由 Philadelphia, Pennsylvania 的 Arkema, Inc. 制造。该箱的全部外部尺寸将为 20.32cm×20.32cm×16.51cm(8 英寸 ×8 英寸 ×6.5 英寸)。在该箱顶部的中央,钻有孔,该孔足以使 **SEKONIC®** Digilite Model L-318 测光照度计的探针贴合地安装,从而允许最小程度的光泄漏,使得由该箱顶部的剩余表面支承该测光照度计主体。**SEKONIC®** Digilite Model L-318 测光照度计由 Elmsford,New York 的 Sekonic USA 制造。在该箱底部切割出位于中心的 10.16cm×10.16cm(4 英寸 ×4 英寸)正方形孔。将小贴片 (tap) 或涂色条带放置在该箱的垂直壁上,在其基底上指示出 10.16cm×10.16cm(4 英寸 ×4 英寸)孔的外部尺寸。这有助于试验部件的放置,从而确保开口完全被样品遮蔽 (occlude)。

[0141] 在测试之前将 Brooklyn,New York 的 Halsey X-Ray Products,Inc. 制造的光箱打开并让其工作 900 秒 (15 分钟)。然后将具有中心 3.8cm(1.5 英寸)直径圆形开口的不透光材料的 15.24cm×15.24cm(6 英寸 ×6 英寸)片置于光箱中心上。这种光阻挡模板防止除穿过待评价的试验烧杯外的光。将含有水标准物的烧杯置于光阻挡模板中的圆形开口内。然后将测试单元置于所述模板之上从而确保中心开口完全被所述模板封闭。可以使用放置导向装置 (guide) 以帮助这种尝试。然后测定水标准物的曝光值 (EV)。为了获得实验样品读数,将测试单元取出使 得可使用含有实验样品的烧杯替换含有水标准物的烧杯。在替换测试单元之后,可以测定实验样品的曝光值。水标准物的值可以随时间而改变。实验样品结果仅仅是相对于相同天测试的水标准物。样品的不透明度%通过代入下面等式中进行测定 :

[0142] 不透明度 (%) = 100-((实验样品曝光值 (EV)/ 水标准物曝光值 (EV))×100)

[0143] 就给定的样品而言获得的不透明度%越低,该样品中的染料渗色越少。较少的染料渗色预示着来自 American Association of Textile Chemists and Colorists(AATCC) 测试方法 8 的良好湿式摩擦牢度结果。例如,具有 2%不透明度的样品可以具有良好的摩擦色牢度结果,而具有 20%或 40%不透明度的样品可以具有差的摩擦色牢度结果。可能观测到负%的不透明度值,这是由于以下几个因素,例如溶液中的纤维、样品烧杯的差异或溶液中的气泡。

[0144] 工序 2 :基本气流成网手抄纸页的形成

[0145] 本文所述的一些实施例使用置放 (lay down)35.56cm×35.56cm(14 英寸 ×14 英寸) 垫 (pad) 的实验室气流成网手抄纸页设备。该尺寸的垫称为气流成网手抄纸页并在去往实际气流成网机器以生产连续纸幅之前适合用于实验室规模实验。该气流成网手抄纸页设备具有可以取出并通过将成形网旋转 90 度进行重新定位的负载型成形网。向成形网底部施加真空,并同时将待气流成网的材料气力输送到成形网顶部。为了在气流成网手抄纸页模板 (former) 上制成气流成网手抄纸页,将载体组织置于成形网上以有助于材料在成形网上的收集。经常使用的组织载体的一个实例是 18gsm、1 层、1.6 立方米 / 分钟 (55.3 立方英尺 / 分钟) 组织,由 Alpharetta,Georgia 的 Cellu Tissue Holdings,Inc. 制造。将称重的量的各种纤维加入到混合室中,于此空气喷射体将纤维流化和混合。通过真空源将纤维的流化云状物 (cloud) 抽降 (pull down) 到成形网上。

[0146] 在给进到手抄纸页设备之前,将所选择的碎片纤维进行机械纤维 分离,或粉碎成低密度、个体化的纤维质形式 (称作绒屑)。机械纤维分离可以通过本领域已知的各种方法进行。典型地使用锤式粉碎机。锤式粉碎机 (来自 Kamas Industri AB,Sweden 的 Type KVARN Kamas Mill,具有 51mm(2 英寸) 狭槽) 的一个实例,特别用于绒屑的实验室规模生产。另外,三段式疏解机是实验室粉碎装置的另一个实例。对于大样品,使用锤式粉碎机例如来自 Kamas Industri AB,Sweden 的具有 101.6mm(4 英寸) 狭槽的 Type H-12-KD Kamas Mill。

[0147] 可逐步操作实验室规模气流成网手抄纸页设备以模仿商业多成形头气流成网工艺从而将纤维混合物气流成网成 35.56cm(14 英寸) 正方形手抄纸页。使气流成网手抄纸页模板位于维持在 23℃ +1.5℃ (73.4° F+2.7° F) 和 50+5% 相对湿度的温度和相对湿度控制室。在成形为手抄纸页之前使纤维质原料在控制湿度室中平衡至少 30 分钟。必须控制湿度和温度以避免有关细碎材料的空气处理所可产生的静电问题。

[0148] 对于低基本重量材料,使用气流成网手抄纸页设备以高达 12 个步骤构造 (build) 气流成网手抄纸页从而生成许多层。在这些许多步骤中形成气流成网手抄纸页有助于确保实验室气流成网手抄纸页设备的批次型成形头更好模拟了在多成形头、连续气流成网制造机器中获得的均匀性程度。在将总纤维重量的每个部分置放之后,将成形网在设备中旋转 90 度。该工序有助于使空气湍流人为现象 (artifact) 最小化并产生 (deliver) 较为均匀的手抄纸页。在该逐步方式中形成了整个气流成网手抄纸页。最后,将第二载体组织置于手抄纸页顶部上。

[0149] 在气流成网步骤之后,将气流成网手抄纸页修整为 30.48cm×30.48cm(12 英寸 ×12 英寸) 并在 Wabash,Indiana 的 Carver,Inc. 制造的型号 4533.4DIOA00 Carver 液压实验室压机中压制到目标厚度。然后在 150℃ (302° F) 下使气流成网手抄纸页在双板式加热压制下保持 60 秒。

[0150] 在 60 秒的压制之后,从压机取出气流成网手抄纸页。将该手抄纸页置于真空箱上,除去组织的顶层,并在真空下通过 **PREVAL®** 喷雾器将目标量的乳胶粘合剂喷射到该气流成网手抄纸页上。**PREVAL®** 喷雾器是使流体作为细雾进行分散的喷枪施涂器。在 150℃ (302° F) 烘箱中使该气流成网手抄纸页固化 30 秒。然后将该气流成网手抄纸页放回到真空箱上以使该样品的底面暴露,除去组织的底层,并在真空下通过 **PREVAL®** 喷雾器将目标量的乳胶粘合剂喷射到该气流成网手抄纸页上。在 150℃ (302° F) 烘箱中

使该气流成网手抄纸页固化 30 秒。在样品制备的最后步骤期间，在加热到 150℃ (302° F) 的实验室压机中将气流成网手抄纸页压制到目标厚度。然后使该气流成网手抄纸页在压制下保持 60 秒。

[0151] 工序 3 :摩擦色牢度

[0152] 摩擦可以定义为颜色通过摩擦转移，即染料通过机械磨损或与染色材料接触而转移。在 American Association of Textile Chemists and Colorists(AATCC) 测试方法 8 中，将测量颜色转移量的方法标准化。就 AATCC 测试方法 8 而言，在测试之前，在温度 [21℃ (69.8° F)+/-1℃ (33.8° F)] 和相对湿度 (65% +/-2%) 控制室中预处理样品最少 (14400 秒)4 小时。在适当的处理之后，将测试材料置于在研磨布上面的耐磨擦牢度测试仪 (crock meter) 上。手动耐磨擦牢度测试仪的一个实例可以是 Halifax, England 的 James H.Heal&Co.Ltd. 制造的 Crockmaster Model 670。该型号的耐磨擦牢度测试仪使用 St.Paul,Minnesota 的 3M 制造的 3M **TRIZACT®** 防滑研磨布 (其在性能方面比得上 280 砂纸)。将标准的预处理的未染色测试布料方形物置于与试样板平行设置的耐磨擦牢度测试仪指形物 (finger) 上。这种测试布料的一个实例可以是由 Halifax, England 的 James H.Heal&Co.Ltd. 制造的 Heals Crocking Cloth 或 AATCC Style 3Crocking Cloth。将位于称重试验臂上的这种指形物以 1 轮 / 秒来回地进行摩擦 10 个完整来回 (turn)。然后从耐磨擦牢度测试仪指形物取走测试布料，在与灰卡对比之前将绒屑或其它纤维转移物除去、进行空气干燥和再处理。

[0153] 在标准光源下对比测试布料的灰卡或色彩沾色卡 (具有 9 分级 (division)(1、1-2、2、2-3、3、3-4、4、4-5、5)) 以确定沾色的量。 AATCC 灰卡或 AATCC 色彩沾色卡的实例由 Halifax,England 的 James H.Heal&Co.Ltd. 制造。标准光源由日光发光体源例如 D_{65} 灯泡以 45° 角入射到样品上。观察角度应该是相对于样品呈 90° 。标准光源和样品所处的观察环境应该是与遮蔽外部光线的 Munsell N6/-N8/ 相匹配的清洁、空白 (empty) 的无光灰色表面。存在满足 AATCC 标准的观察箱的许多实例，包括 Newburgh,New York 的 GTI Graphic Technology Inc. 制造的 GTI **MINIMATCHER®** MM2E。

[0154] 在对比了测试布料的灰卡或色彩沾色卡之后，则将关于标度的级变归属于相应的等级。对于每个标度，等级 5 对应于步骤 5 并且表明白色测试布料的颜色变化很小或无变化。等级 1 对应于步骤 1 并且表示白色测试布料的颜色显著变化。对于湿式摩擦牢度样品而言，测试是相同的，不同之处在于在将其置于湿式摩擦牢度指形物上之前，用蒸馏水将预处理的未染测试布料调节至 65% +/-5% 含湿量。

[0155] 实施例 1 :在尝试将染料均匀地分布在纤维分离的绒屑纸浆中利用锤式粉碎机的红色染料的歧管施涂

[0156] 原料由 FOLEY **FLUFFS®** 和 Buckeye Red 染料 1 组成。使用歧管施涂器用蠕动泵将 Buckeye Red 染料 1 施涂到的绒屑纸浆碎片的两个面上。然后使绒屑纸浆碎片进入具有 101.6mm(4 英寸) 狭槽的锤式粉碎机中，于此将其进行机械纤维分离。然后在输送扇卸料侧 (discharge side) 上的袋中收集粉碎的绒屑纸浆。在 105℃ (221° F) 下干燥每个纤维分离样品。

[0157] 表 1 :在锤式粉碎机的 Buckeye Red 染料 1 的歧管添加

[0158]

实施例	染料加入之前Foley Fluffs®的基本重量(gsm)	Buckeye Red RSF-64 液体染料形式 1 添加的基本重量(gsm)	染料加入之后样品水分百分比	所产生的纤维分离的纤维颜色
1a	750	187.5	25	粉红色
1b	750	225	30	粉红色
1c	750	262.5	35	暗粉色
1d	750	300	40	浅红色

[0159] 观测到的是，当依靠锤式粉碎机来重新分布染料时难以在纤维上获得均匀的染料覆盖。就锤式粉碎机处理而言，导致足够覆盖率以获得深红色的添加将导致含湿量%过大。产生良好锤式粉碎机处理的最大的样品总水分%为 20%。

[0160] 实施例 2：将纸浆片进行喷雾染色达到目标含湿量并且压制片材以达到目标施加载量从而确定完全涂覆纤维且导致深红色所需的最少红色染料添加

[0161] 原料由 FOLEY **FLUFFS®**和 Buckeye Red 染料 1 组成。**PREVAL®**喷雾器用于将目标水分附加物 (add-on) 的二分之一施加到绒屑纸浆碎片的每个面上。在将 Buckeye Red 染料 1 施加到绒屑纸浆碎片的每个面上之后，通过以 2m/min 的速度穿过小型压辊机部件 2 来压制绒屑纸浆碎片。该压机由使橡胶 / 金属辊 Metro Fluid Dynamics 气动压机转动的 Dayton Model 2Z846D 发动机组成。将压制的绒屑纸浆碎片在一端撕开并同时润湿使得可以就染料渗透对该绒屑纸浆碎片中心进行评价。然后在 105℃ (221° F) 下干燥该绒屑纸浆碎片 1 小时。将该绒屑纸浆碎片的 2.54cm×2.54cm(1 英寸 ×1 英寸）条带放置在 25ml 水中并让其静置浸泡 24 小时。目视检查该样品的上清液用以获得染料渗色的证据。对于证明染料渗色明显较少的样品段，则将干绒屑纸浆碎片的其余部分切割成 2.54cm×10.16cm(1 英寸 ×4 英寸）条带并通过三段式疏解机（其是实验室规模粉碎装置）进行纤维分离。然后检查纤维分离的材料的颜色以确保所有纤维用染料着色一致。为了被视为红色，必须将所有纤维进行染色。没有完全染成红色的任何白色纤维使样品呈粉红色或浅红色外观。

[0162] 表 2：获得深红色颜色所需的过量燃料的最小值

[0163]

实施例	施加的轧辊载荷[kg/延米(PLI)]	绒屑纸浆碎片总水分%（在压制后）	染料渗入片材中心了吗？	压辊机上有过量染料吗？	绒屑纸浆碎片颜色	在三段式疏解机之后的纤维颜色	染料渗色的程度
2A	1787 (100)	34.84	否	否	暗粉色	暗粉色	一些
2B	2234 (125)	34.87	否	否	暗粉色	浅红色	一些
2C	2681 (150)	35.58	否	否	暗粉色	红色	一些
2D	3127 (175)	35.47	是	否	暗粉色	红色	一些
2E	1340 (75)	未知	否	否	暗粉色	未知	一些
2F	1787 (100)	未知	否	否	暗粉色	未知	一些
2G	1787 (100)	37.47	否	否	暗粉色	暗粉色	一些
2H	2234 (125)	35.48	一些	否	暗粉色	未知	一些
2I	2234 (125)	37.81	是	否	暗粉色	浅红色	一些
2J	2681 (150)	36.03	是	否	暗粉色	未知	一些
2K	2681 (150)	37.32	是	否	暗粉色	红色	一些
2L	3127 (175)	37.54	是	否	暗粉色	红色	一些
2M	447 (25)	40.65	否	否	红色	未知	主要
2N	894 (50)	40.96	是	否	红色	未知	主要
2O	1340 (75)	未知	是	否	红色	未知	主要
2P	1787 (100)	未知	是	否	红色	未知	主要
2Q	447 (25)	42.62	否	否	红色	未知	主要
2R	894 (50)	42.19	是	否	红色	未知	主要
2S	1340 (75)	未知	是	否	红色	未知	主要
2T	1787 (100)	未知	是	否	红色	未知	主要
2U	447 (25)	44.96	否	否	红色	未知	主要
2V	894 (50)	44.55	是	是	红色	未知	主要
2W	1340 (75)	未知	是	是	红色	未知	主要
2X	1787 (100)	未知	是	是	红色	未知	主要

[0164] 由该数据观测到的是，将染料溶液的添加降低至约 40％总水分或更小显著地减少了染料渗色。仅降低染料添加没有完全防止渗色，并在一些情形中产生粉红色或较浅红色样品。通过压辊机提高载荷有助于强制染料遍及片料并且说明了使染料完全分散遍及任何

给定含湿量的纤维所需的最小压力。在低至35％总水分的含量下，观测到纤维分离的纤维呈红色。随着约40％或更大的总水分的添加时获得一致深的红色，但是导致较大的染料渗色。在约45％总水分的添加剂含量下，存在足够过量的染料，这迫使其从片材出来到压辊机上。

[0165] 实施例3：施加乳胶以防止染料渗色的最优化

[0166] 原料由按实施例1D中所述制备的纤维分离的材料组成。工序2后接着将绒屑纸浆碎片转变为模拟生产气流成网材料的气流成网手抄纸页形式。将两个60gsm气流成网手抄纸页成形并压制为0.55mm(0.022英寸）的目标厚度。在修整为30.48cm×30.48cm(12英寸 ×12英寸）之后，在乳胶施加之前将每个气流成网手抄纸页切割为4等象限。在将6-12重量％固体的乳胶粘合剂加入到在真空箱上的气流成网手抄纸页的任一面之前，从每个气流成网手抄纸页段(section)的两面除去组织。该实施例中使用的乳胶粘合剂乳液在3-12％的 **DUR-O-SET®** Elite 22固体之间变动。使用3.6513cm(1.4375英寸）冲孔机从气流成网手抄纸页取出圆形物。将该冲孔的圆形物放置在水中并让其静置浸泡过夜。目视检查该样品的上清液用以获得染料渗色证据。

[0167] 表3：使乳胶添加最优化以防止染料渗色

[0168]

实施例	DUR-O-SET® Elite 22乳液固体，％	总DUR-O-SET® Elite 22固体施加，重量％	样品渗色吗？
3a	12	12	无
3b	9	12	无
3c	6	12	无
3d	3	12	无
3e	3	15	无
3f	3	18	无
3g	3	21	无
3h	3	24	无

[0169] 观测到12-24重量％固体的总乳胶添加成功地防止染料渗色。乳胶乳液固体在3-12％之间变动对染料渗色没有影响。与品质有关地注意的是，较小百分数的乳液固体有助于乳胶渗入网内较深，从而确保获得染色纤维的更加一致的涂层。

[0170] 实施例4：在最优化的目标施加载荷下按比例放大绒屑纸浆碎片的喷雾染色以使Buckeye Red染料1的目标水分添加最优化

[0171] 原料由FOLEY **FLUFFS®**和Buckeye Red染料1组成。**PREVAL®**喷雾器用于将目标水分附加物的二分之一施加到绒屑纸浆碎片的每个面上。在将Buckeye Red染料1施加到绒屑纸浆碎片的每个面上之后，通过以2m/min的速度穿过小型压辊机部件2来压制绒屑纸浆碎片。该压机由使橡胶/金属辊Metro Fluid Dynamics气动压机转动的Dayton

Model 2Z846D发动机组成。将压制的绒屑纸浆碎片在一端撕开并同时润湿使得可以就染料渗透对片材中心进行评价。然后将该绒屑纸浆碎片在105℃(221° F)下干燥最小1小时直到该样品绝干。工序2后接着将该绒屑纸浆碎片转变为模拟生产材料的气流成网手抄纸页形式。

[0172] 对于该实施例,在手抄纸页形成之前将每个绒屑纸浆碎片给进到具有10.16cm(4英寸)狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。部分绒屑纸浆碎片留用于另外测试。将51gsm气流成网手抄纸页成形并压制到0.55mm(0.022英寸)的目标厚度。在将6%乳胶粘合剂加入到在真空箱上的气流成网手抄纸页的每个面之前,从该气流成网手抄纸页的两面除去组织。用于该实施例的乳胶粘合剂是 **DUR-O-SET®** Elite 22的12%固体乳液。工序1后接着测试每个绒屑纸浆碎片和气流成网手抄纸页。

[0173] 表4:按比例放大的最优化的染色工序Buckeye Red染料1

[0174]

实施例	施加的轧辊载荷[kg/延米(PLI)]	绒屑纸浆碎片总水分%(在压制后)	绒屑纸浆碎片不透明度%	气流成网手抄纸页不透明度%
4a	**3127(175)**	**35.16**	**8.9**	**2.1**
4b	**2681(150)**	**37.71**	**6.7**	**4.2**
4c	**670(37.5)**	**40.28**	**6.7**	**4.2**

[0175] 观测到12重量%固体 **DUR-O-SET®** Elite 22添加成功地降低了从手抄纸页的染料渗色。还观测到的是,通过限制绒屑纸浆碎片中存在的过量染料的量降低了来自绒屑纸浆碎片的渗出水(bleed water)的不透明度%。

[0176] 实施例5:尝试最优化Buckeye Red染料2添加以防止染料渗色

[0177] 原料由FOLEY **FLUFFS®**和Buckeye Red染料2组成。将FOLEY **FLUFFS®** 条带放置在含有Buckeye Red染料2的烧杯中浸泡2次并让其用染料变得全饱和。在染料加入之前用水将一些FOLEY **FLUFFS®**片的含湿量调节至目标含湿量。在Buckeye Red染料2施加到绒屑纸浆碎片之后,将该绒屑纸浆碎片置于两张吸墨纸(blotter)之间并在实验室台式顶部Carver Model C压机中进行压制。然后在105℃(221° F)下干燥该绒屑纸浆碎片2小时。将来自每个绒屑纸浆碎片的条带置于 放置在水中并让其静置浸泡过夜。对于染料渗色情况,目视检查该样品的上清液。没有样品显示出任何染料渗色的迹象。

[0178] 表5:用于消除过量Buckeye Red染料2添加的方法

[0179]

实施例	绒屑纸浆碎片总水分%（在染料加入之前）	绒屑纸浆碎片总水分%（在染料加入之后）	绒屑纸浆碎片总水分%（在压制后）
5a	6-7	47	47
5b	6-7	47	35
5c	20	47	47
5d	30	47	47
5e	40	47	47

[0180] 观测到在染料加入之前调节绒屑纸浆碎片的含湿量成功地限制了能够浸入所述片的过量染料的量从而产生最少的染料渗色。还观测到从所述片压出过量水分成功地使染料渗色最小化。

[0181] 实施例 6：按比例放大 Buckeye Red 染料 2 添加以防止染料渗色

[0182] 原料由 FOLEY **FLUFFS®** 和 Buckeye Red 染料 2 组成。将卷起的 FOLEY **FLUFFS®** 条带放置在含有 Buckeye Red 染料 2 的烧杯中并让其用染料变得全饱和。在将 Buckeye Red 染料 2 加入到绒屑纸浆碎片中之后，将绒屑纸浆碎片展开 (unroll) 并通过以约 3m/min 穿过小型压辊机部件 1 进行压制。辊压力设置为 551.6kPa(80psi)。该压机由使橡胶 / 金属辊气动压机转动的 Dayton model 4Z382b 发动机组成。然后在 105℃ (221° F) 下干燥所述绒屑纸浆碎片 2 小时。一块所述绒屑纸浆碎片留用于渗色测试。工序 2 后接着将所述绒屑纸浆碎片转变为模拟生产材料的气流成网手抄纸页形式。

[0183] 对于该实施例，在气流成网手抄纸页形成之前将每个绒屑纸浆碎片给进到具有 10.16cm(4 英寸）狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。对于实验条件将 60gsm 气流成网手抄纸页成形，并压 制到 0.55mm(0.022 英寸）的目标厚度。在将 6％乳胶粘合剂加入到在真空箱上的气流成网手抄纸页的任一面之前，从该气流成网手抄纸页的两面除去组织。用于该实施例的乳胶粘合剂是 **DUR-O-SET®** Elite 22 的 12％固体乳液。使用 3.6513cm(1.4375 英寸）冲孔机从气流成网手抄纸页和绒屑纸浆碎片取出圆形物。将这些圆形物放置在水中并让其静置浸泡过夜。第二天就染料渗色证据对每个样品的上清液进行目视检查。

[0184] 绒屑纸浆碎片或气流成网手抄纸页都未显示出染料渗色。在测试之前并且在染料加入之后让这些样品放置一段时间。观测到如果在样品制备和其测试之间的时间内存在间隔 (gap)，这些染料经常继续固定在它们自身上 (on their own)。

[0185] 实施例 7：用于中试设备试验 1 的原料的制备

[0186] 原料由 FOLEY **FLUFFS®**、Buckeye Red 染料 3 和 Buckeye Red 染料 4 组成。将染料溶液在具有电混合器的 5 加仑桶中进行混合。然后使用所述染料处理 FOLEY **FLUFFS®** 的 10.16cm(4 英寸）宽的辊卷。在通过于槽式压机中浸涂将染料施加到绒屑纸浆碎片之后，将绒屑纸浆碎片展开并通过在约 7.5m/min 和 689.5kPa(100psi) 的压力下穿过小型压辊机部件 1 进行压制。该压机由使橡胶 / 金属辊气动压机转动的 Dayton model 4Z382b 发动机组成。通过将速度设置得足够快以控制计量加入到样品的染料的量来控制含

湿量。于是所述压机起到使染料更加均匀地铺展在着色纤维素碎片中的作用。在将染料加入和样品压制之后，测定每个染色绒屑碎片的含湿量。然后将所述染色纤维素碎片轧制，并然后在 50℃ (122° F) 烘箱中干燥辊卷 5 天。保存大辊卷用于中试设备使用。还收集每个辊卷的小块并在 105℃ (221° F) 烘箱中进行干燥直到不再失去另外水分。使用这种材料来制造气流成网手抄纸页。这些气流成网手抄纸页模拟计划用于中试设备运行的条件。

[0187] 表 6 :用于手抄纸页和中试设备工作的染色 FOLEY **FLUFFS®** 材料的组成和描述

[0188]

实施例	绒屑纸浆	染料溶液	总水分%
7a	FOLEY FLUFFS®	Buckeye Red Dye 1	44.81
7b	FOLEY FLUFFS®	Buckeye Red Dye 2	47.91

[0189] 实施例 8 :模拟中试设备工作条件形成的手抄纸页

[0190] 用于气流成网手抄纸页的原料由根据实施例 7 中所述制备的染色绒屑纸浆碎片样品组成。工序 2 后接着将所述染色绒屑纸浆碎片转变为模拟生产材料的气流成网手抄纸页形式。对于该实施例，在手抄纸页形成之前将每个绒屑纸浆碎片给进到具有 10.16cm(4 英寸）狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。一块所述绒屑纸浆碎片留用于渗色测试。对于每个实验条件将气流成网手抄纸页成形，并压制为 0.55mm(0.022 英寸）的目标厚度。用于该实施例的乳胶粘合剂是 **DUR-O-SET®** Elite 22 的 9%固体乳液。工序 1 后接着测试每个绒屑纸浆碎片和气流成网手抄纸页。气流成网手抄纸页的组成描述于表 7 中。不透明度结果详述于表 8 中。

[0191] 表 7 :模拟中试设备条件吹制 (blow) 的手抄纸页的组成

[0192]

实施例	所用染色绒屑纸浆碎片辊卷	纤维分离的染色绒屑纸浆碎片基本重量(gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite 22 的总基本重量(gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite 22 的总固体干重%	气流成网手抄纸页的总基本重量 (gsm)
8a	7a	54.6	5.4	9	60
8b	7b	54.6	5.4	9	60
8c	7a	52.8	7.2	12	60
8d	7b	52.8	7.2	12	60

[0193] 表 8 :染色绒屑纸浆碎片辊卷和气流成网手抄纸页的不透明度结果

[0194]

实施例	绒屑纸浆碎片辊卷的不透明度%	气流成网手抄纸页的不透明度%
8a	15.91	2.27
8b	59.09	11.36
8c	15.91	0.00
8d	59.09	6.82

[0195] 观测到干重 **DUR-O-SET®** Elite 22的9%固体不足以完全防止染料渗色。因此，提高了中试实施例9的目标乳胶施加。

[0196] 实施例9：中试实施例1

[0197] 除气流成网手抄纸页样品外，还在Buckeye Technologies Inc.（在Memphis，Tennessee）的DannWeb中试规模气流成网制造单元上制备气流成网基材。原料由根据实施例8中所述制备的染色绒屑纸浆碎片辊卷8a和8b以及 **DUR-O-SET®** Elite 22的9%固体乳液组成。第一成形头添加染色FOLEY **FLUFFS®**纤维。在此之后立即通过设置在600kPa(6bar)的压缩辊压实织网(web)。然后，将 **DUR-O-SET®** Elite22喷射到织网顶部上。在处于150℃(302° F)温度的Moldow空气穿过式隧道干燥器中固化所述织网。在此之后，将该织网进行卷绕和收集。在生产线前锋将该织网再次进行取向使得可将另外 **DUR-O-SET®** Elite 22施加到织网的对面。然后在处于150℃(302° F)温度的Moldow空气穿过式隧道干燥器中固化所述织网。在此之后，将该织网进行卷绕和收集。机床速度为约20m/min。工序1后接着测试制得的每个绒屑纸浆碎片和气流成网中试设备材料。根据表9中给定的组合物制备中试基材。不透明度数据列于表10中。

[0198] 表9：在Memphis，Tennessee的Buckeye Technologies Inc.的中试设备条件的组合。

[0199]

实施例	所用染色绒屑纸浆碎片辊卷	纤维分离的染色绒屑纸浆碎片基本重量(gsm)	所施加的DUR-O-SET® Elite 22的总基本重量(gsm)	所施加的DUR-O-SET® Elite 22的总固体干重%	气流成网试验基材的总基本重量(gsm)
9a	7a	52.8	7.2	12	60
9b	7b	52.8	7.2	12	60
9c	7a	51.0	9.0	15	60
9d	7b	51.0	9.0	15	60

[0200] 表10：在Memphis，Tennessee的Buckeye Technologies Inc制备的染色绒屑纸

浆碎片辊卷和气流成网中试基材材料的不透明度结果

[0201]

实施例	绒屑纸浆碎片的不透明度%	气流成网试验基材材料的平均不透明度%
9a	**15.91**	**2.83**
9b	**50.00**	**4.50**
9c	**15.91**	**-2.91**
9d	**50.00**	**-0.29**

[0202] 通过该中试工作，核实了乳胶的应用可以控制染料渗色。

[0203] 实施例 10 ：为中试设备试验 2 准备原料

[0204] 原料由 FOLEY **FLUFFS®** 和 Buckeye Red 染料 3 组成。将染料溶液在具有电混合器的 5 加仑桶中进行混合。然后使用所述染料通过在槽式压机中浸涂来处理 FOLEY **FLUFFS®** 绒屑纸浆碎片的 10.16cm(4 英寸）宽的辊卷，并然后通过在 689.5kPa(100psi) 的压力和约 7.5m/min 的速度下使所述绒屑纸浆碎片穿过小型压辊机部件 1 将其进行压制。该压机由使橡胶 / 金属辊气动压机转动的 Dayton model 4Z382b 发动机组成。通过将速度设置得足够快以控制计量加入的水分的量来 控制样品含湿量。于是所述压机起到使染料更加均匀地铺展在绒屑纸浆碎片辊卷中的作用。

[0205] 在染料加入和样品压制之后测定每个染色绒屑纸浆碎片辊卷的含湿量。产生三个辊卷。染色绒屑纸浆碎片辊卷的平均总水分％为 47.15％。然后在 50℃ (122° F) 烘箱中干燥所述辊卷 7 天。

[0206] 实施例 11 ：中试实施例 2

[0207] 在 Buckeye Technologies Inc.（在 Memphis,Tennessee) 的 DannWeb 中试规模气流成网制造单元上制备气流成网基材。原料由根据实施例 10 中所述制得的染色绒屑纸浆碎片辊卷以及 **DUR-O-SET®** Elite22 的 9％固体乳液组成。第一成形头添加染色 FOLEY **FLUFFS®** 纤维。在此之后立即通过设置在 600kPa(6bar) 的压缩辊压实织网。然后，将 **DUR-O-SET®** Elite 22 喷射到织网顶部上。在处于 150℃ (302° F) 温度的 Moldow 空气穿过式隧道干燥器中固化所述织网。在此之后，将该织网进行卷绕和收集。在生产线前锋将该织网再次进行取向使得可将另外 **DUR-O-SET®** Elite 22 施加到织网的对面。然后在处于 150℃ (302° F) 温度的 Moldow 空气穿过式隧道干燥器中固化所述织网。在此之后，将该织网进行卷绕和收集。机床速度为约 20m/min。工序 1 后接着测试制得的绒屑纸浆碎片和气流成网中试设备材料。根据表 11 中给定的组合物制备中试基材。不透明度数据列于表 12 中。

[0208] 表 11 ：在 Memphis,Tennessee 的 Buckeye Technologies Inc. 的中试设备条件的组合。

[0209]

实施例	所用染色绒屑纸浆碎片辊卷	纤维分离的染色绒屑纸浆碎片基本重量(gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite 22 的总基本重量 (gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite 22 的总固体干重%	气流成网试验基材的总基本重量 (gsm)
11	10	52.8	7.2	12	60

[0210] 表 12 :在 Memphis,Tennessee 的 Buckeye Technologies Inc. 中制备的染色绒屑纸浆碎片辊卷和气流成网中试基材材料的不透明度结果

[0211]

实施例	绒屑纸浆碎片的不透明度%	气流成网试验基材材料的不透明度%
11	54.81	1.75

[0212] 通过该中试工作,核实了乳胶的应用可以控制染料渗色。

[0213] 实施例 12 :关于蓝色、绿色和黑色染料的乳胶粘合技术的评价

[0214] 原料由 FOLEY **FLUFFS®**、Buckeye Blue 染料 1、Buckeye Green 染料 1 和 Buckeye Black 染料 1 组成。将 2000 毫升的每种染料配制剂进行混合。将 10.16cm(4 英寸)宽的 FOLEY **FLUFFS®**辊卷卷起并放置在染料溶液烧杯中。然后将其从该烧杯取出并翻转由此使该辊卷的相对边缘置于所述溶液中。这确保了使蓝色、黑色和绿色染色样品变得完全饱和。然后通过以约 7.5m/min 和 689.5kPa(100psi) 的压力使每个绒屑纸浆碎片辊卷穿过小型压辊机部件 1 将其进行压制。该压机由使橡胶 / 金属辊气动压机转动的 Dayton model 4Z382b 发动机组成。对每个绒屑纸浆碎片的水分%进行测定以评价压制后的染料吸收。然后在 50℃ (122° F) 下将每个样品干燥过夜。工序 2 后接着将所述绒屑纸浆碎片转变为模拟气流成网生产材料的气流成网手抄纸页形式。

[0215] 对于该实施例,在气流成网手抄纸页形成之前将每个绒屑纸浆碎片给进到具有 10.16cm(4 英寸)狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。染色绒屑纸浆碎片辊卷的含湿量和气流成网手抄纸页的组成描述于表 13 和 14 中。将每种绒屑纸浆碎片各一块留用于渗色测试。对于每个实验条件将气流成网手抄纸页成形,并压制到 0.55mm(0.022 英寸)的目标厚度。用于该实施例的乳胶粘合剂乳液是 **DUR-O-SET®** Elite 22 的 9% 固体乳液。在气流成网手抄纸页形成之后,工序 1 后接着测试每个绒屑纸浆碎片和相应的气流成网手抄纸页。 那些不透明度%结果包括在表 15 中。

[0216] 表 13 :蓝色、绿色和黑色染色绒屑纸浆碎片的含湿量

[0217]

实施例	实验染料溶液	染色绒屑纸浆碎片的总含湿量
12a	**Buckeye Blue 染料 1**	**55.69**
12b	**Buckeye Green 染料 1**	**55.40**
12c	**Buckeye Black 染料 1**	**55.90**

[0218] 表 14 :蓝色、绿色和黑色气流成网手抄纸页实施例的组成

[0219]

实施例	染色绒屑纸浆碎片的示例来源	纤维分离的染色绒屑纸浆碎片基本重量(gsm)	手抄纸页的每侧喷涂的 DUR-O-SET® Elite 22 的基本重量(gsm)	DUR-O-SET® E-22 固体的重量%
11d	**12a**	**52.8**	**3.6**	**12**
11e	**12b**	**52.8**	**3.6**	**12**
11f	**12c**	**52.8**	**3.6**	**12**
11g	**12c**	**51.0**	**4.5**	**15**
11h	**12c**	**49.2**	**5.4**	**18**

[0220] 表 15 :蓝色、绿色和黑色染色绒屑纸浆碎片辊卷和气流成网手抄纸页的不透明度结果

[0221]

实施例	绒屑纸浆碎片的不透明度%	气流成网手抄纸页材料的平均不透明度%
12d	**77.78**	**4.65**
12e	**46.67**	**2.33**
12f	**88.89**	**23.26**
12g	**88.89**	**16.67**
12h	**88.89**	**19.05**

[0222] 观测到,与使用红色染料的实施例中所评价的那些相比,对于这些染色绒屑纸浆碎片,与用于处理样品的浸泡方法组合使用的压制类型产生更大的总含湿量%。还观测到,蓝色染料和绿色染料手抄纸页结果在该点上足以有望通过在独立实验室的按工序 3 中所述 AATCC8 来评价摩擦脱色。那些摩擦脱色结果包括在表 17 中。黑色染色样品含有过量过多的染料以致于不能通过这种方法将其除掉 (lock down)。即使手抄纸页中的黑色染料没有完全与乳胶结合,但是与染色绒屑纸浆碎片相比,防止了显著量的渗色。

[0223] 实施例 13 :通过工序 1 评价商业介质

[0224] 这不是本发明的实施例。工序 1 后接着测试每种材料。这些材料是来自与本文献中所述那些不同的工艺制造的介质的竞争性 (competitive) 样品的各种类型和颜色。

[0225] 表 16 :商业介质的不透明度结果

[0226]

实施例	样品描述	不透明度%
13a	Apple Red Beverage Napkin	-4.67
13b	WALKISOFT® Red 117	2.27
13c	WALKISOFT® Red 120	不适用
13d	WALKISOFT® Printed Red 117，在与印刷相反的面上测试	不适用
13e	Red Flexographic Printed Napkin	0.00
13f	Bright Royal Blue Beverage Napkin	-4.76
13g	Festive Green Beverage Napkin	-2.38
13h	Jet Black Beverage Napkin	-2.38
13i	WALKISOFT® Blue 152	-2.38
13j	WALKISOFT® Green 142	-7.14
13k	WALKISOFT® Black 181	-4.76

[0227] 实施例 14 :摩擦脱色试验结果的独立色牢度

[0228] 将各种实施例提交至位于 Nashville，Tennessee 的 Precision Testing Laboratories，关于 AATCC8 摩擦色牢度汇总于工序 3 中。就这些实施例而言通过如表中所注释从 10 减少转动数目来修正标准测试，这是因为在测试期间一些样品趋向于撕裂。

[0229] 表 17 :湿式和干式摩擦色牢度结果

[0230]

实施例	实施例描述	转动数	干式摩擦等级分类	湿式摩擦等级分类
9a	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Red 染料 3，DUROSET® Elite 22 的干重的 12%固体，气流成网中试基材材料	8 干式，5 湿式	4.5	3.0
9b	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Red 染料 4，DUROSET® Elite 22 的干重的 12%固体，气流成网中试基材材料	8 干式，5 湿式	4.5	1.5
9c	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Red 染料 3，DUROSET® Elite 22 的干重的 15%固体，气流成网中试基材材料	8 干式，5 湿式	4.0	2.5
9d	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Red 染料 4，DUROSET® Elite 22 的干重的 15%固体，气流成网中试基材材料	8 干式，5 湿式	4.5	1.5
13a	Apple Red Beverage Napkin	8 干式，5 湿式	4.0	2.0
13b	WALKISOFT® Red 117	8 干式，5 湿式	4.0	1.5
13d	WALKISOFT® Printed Red 117，在与印刷相反的面上测试	8 干式，5 湿式	4.5	2.5
13e	Red Flexographic Printed Napkin	8 干式，5 湿式	4.0	2.5
12d	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Blue 染料 1，DUROSET® Elite 22 的干重的 12%固体，气流成网手抄纸页	7 干式，7 湿式	5.0	2.5
12e	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Green 染料 1，DUROSET® Elite 22 的干重的 12%固体，气流成网手抄纸页	7 干式，7 湿式	5.0	3.0
13i	WALKISOFT® Blue 152	7 干式，7 湿式	3.5	1.5
13j	WALKISOFT® Green 142	7 干式，7 湿式	4.5	3.5
11	FOLEY FLUFFS®，Buckeye Red 染料 3，DUROSET® Elite 22 的干重的 12%固体，气流成网中试基材材料	7 干式，7 湿式	4.5	1.5
13b	WALKISOFT® Red 117	7 干式，7 湿式	4.0	2.0

[0231] 实施例 15：尝试使用 **DUR-O-SET®** Elite Plus 25-299a 以防止染料渗色

[0232] 原料由根据实施例 7a 关于气流成网手抄纸页所述制得的染色绒屑纸浆碎片样品组成。工序 2 后接着将绒屑纸浆碎片转变为模拟气流成网生产材料的气流成网手抄纸页形

式。对于该实施例，在气流成网手抄纸页形成之前将绒屑纸浆碎片给进到具有 10.16cm(4 英寸）狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。将一块所述绒屑纸浆碎片留用于渗色测试。对于每个实验条件将手抄纸页成形并压制到 0.55mm(0.022 英寸）的目标厚度。用于该实施例的乳胶粘合剂乳液是 **DUR-O-SET®** Elite Plus 25-299a 的 9％固体乳液。所述气流成网手抄纸页的组成描述于表 18 中。

[0233] 对于染料渗色，工序 1 后接着测试绒屑纸浆碎片和气流成网手抄纸页。不透明度％结果包括在表 19 中。

[0234] 表 18：吹制手抄纸页的组成以测试 Celanese **DUR-O-SET®** ElitePlus 25-299a

[0235]

实施例	所用染色绒屑纸浆碎片	纤维分离的染色绒屑纸浆碎片基本重量(gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite Plus 25-299a 的总基本重量(gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite Plus 25-299a 的总干重％	气流成网手抄纸页的总基本重量(gsm)
14	**7a**	**52.8**	**7.2**	**12**	**60**

[0236] 表 19：不透明度％结果

[0237]

实施例	绒屑纸浆碎片的不透明度％	气流成网手抄纸页的平均不透明度％
14	**21.43**	**2.38**

[0238] 实施例 16：染色 FOLEY **FLUFFS®** 与 HPF 的渗色性能对比

[0239] 原料由 FOLEY **FLUFFS®**、HPF 和 Buckeye Red 染料 1 组成。**PREVAL®** 喷雾器用于将目标水分添加量的二分之一施加到绒屑纸浆碎片的每个面上。总目标水分施加量为 42％。在将 Buckeye Red 染料 1 施加到绒屑纸浆碎片的每个面上之后，通过以 2m/min 的速度穿过小型压辊机部件 2 来压制绒屑纸浆碎片。该压机由使橡胶 / 金属辊 Metro Fluid Dynamics 气动压机转动的 Dayton Model 2Z846D 发动机组成。然后在 105℃ (221° F) 下干燥该绒屑纸浆碎片 1 小时。一块所述各自绒屑纸浆碎片留用于渗色测试。

[0240] 然后将干绒屑纸浆碎片的其余部分切割成 2.54cm×10.16cm(1 英寸 ×4 英寸）条带并通过三段式疏解机（其是实验室规模粉碎装置）进行机械纤维分离。工序 2 后接着将所述绒屑纸浆碎片转变为模拟气流成网生产材料的气流成网手抄纸页形式。

[0241] 对于两种实验条件将总目标基本重量为 60gsm 的气流成网手抄纸页成形，并压制到 0.55mm(0.022 英寸）的目标厚度。在该 60gsm 总目标基本重量中，组成的 15 重量％是 **DUR-O-SET®** Elite 22 乳胶乳液。为了获得 15 重量％施加量，将基于这种 9％溶液固体乳液的干固体基础计 3.6gsm 的 **DUR-O-SET®** Elite 22 施加到气流成网手抄纸页的

每个面上。在气流成网手抄纸页形成之后，工序 1 后接着测试每个绒屑纸浆碎片和相应的气流成网手抄纸页。那些不透明度%结果包括在表 20 中。

[0242] 表 20 :染色绒屑纸浆碎片辊卷和气流成网手抄纸页的不透明度结果

[0243]

实施例	绒屑纸浆碎片的类型	绒屑纸浆碎片的不透明度%	气流成网手抄纸页材料的平均不透明度%
16a	**FF**	**13.95**	**0.00**
16b	**HPF**	**25.58**	**0.00**

[0244] 在以下实验实施例中使用的另外材料包括如下 :

[0245] **DUR-O-SET®** Elite PLUS 是 Celanese Ltd.(Dallas, Texas) 制造的乙烯乙酸乙烯酯共聚物。

[0246] **DUR-O-SET®** Elite ULTRA 是 Celanese Ltd.(Dallas,Texas) 制造的乙烯乙酸乙烯酯共聚物。

[0247] **DUR-O-SET®** 10A 是 Celanese Ltd.(Dallas,Texas) 制造的乙烯乙酸乙烯酯共聚物。

[0248] OMNABOND™2463 是 OMNOVA Solutions Inc.(Fairlawn, Ohio) 制造的自交联苯乙烯丁二烯乳液聚合物。

[0249] **VINNAPAS®** EN 1020Dispersion 是 Wacker Chemie AG(**Kōln,** Germany) 制造的自交联乙酸乙烯酯乙烯共聚物分散体。

[0250] Polycup™ 920A 是 Ashland Inc.(Wilmington, Delaware) 的商业单位 Ashland Hercules Water Technologies 生产的湿强度树脂，并且是阳离子胺聚合物-表氯醇加合物的水溶液。

[0251] **WALKISOFT®** Black 181 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。

[0252] **WALKISOFT®** Burgundy 120 是气流成网着色结构的样品，其中着色纤维通过粉碎染色纤维素碎片进行制备，所述染色纤维素碎片在湿法成网工艺中通过将染料引入到个体化纤维素纤维的浆料中制得。

[0253] Buckeye Black 染料 2、Buckeye Black 染料 3 和 Buckeye Burgundy 染料 1 是 Textile Effects Division of Huntsman(High Point, North Carolina) 制造的 **NOVOCRON®** 活性染料的混合物。配制 **NOVACRON®** 活性染料用以染色和印制纤维素纤维。

[0254] Textile Effects Division of Huntsman(High Point,North Carolina) 生产的 **ALBAFIX®** ECO，是用于染色纤维素纤维的固定改进剂 (fastness improver)，或染料固定剂。

[0255] 用作粘合剂催化剂的化学品包括 Aldrich Chemical Company, Inc.(Milwaukee, Wisconsin) 生产的 99％纯度的柠檬酸，和 J.T.Baker Chemical Co.(Phillipsburg, New Jersey) 生产的粒状氯化铵。

[0256] 对于以下实施例，由白色未染 FOLEY **FLUFFS®** 形成的气流成网手抄纸页是用于每个实施例的实验对照物。

[0257] 对于实施例 21、22 和 23，EDANA 方法 WSP 110.4 通过在 2.54cm(1 英寸）条带上测试张力来进行修改，其中夹钳距离为 5.08cm(2 英寸）。使用 THWING-ALBERT Instrument Co.of Holly Springs, North Carolina 制造的 THWING-ALBERT EJA Vantage™ 系列张力试验仪（配备有 50N 载荷槽 (load cell)) 用于测试。

[0258] 实施例 17 :染色绒屑纸浆商业碎片辊卷的中试规模制备

[0259] 用于该中试规模工作的原料包括 FOLEY **FLUFFS®**、BuckeyeBlack 染料 2 和 Buckeye Burgundy 染料 1。FOLEY **FLUFFS®** 是碎片形式的漂白南部软木材 Kraft，由 Buckeye Technologies Inc.，ofMemphis, Tennessee 制造。FOLEY **FLUFFS®** 牌纤维由纤维素材料，主要是来自湿地松的木浆制备。Buckeye Black 染料 2 和 Buckeye Burgundy 染料 1 均是活性染料。

[0260] 将每种染料溶液在 605.7L(160 加仑）容量混合罐中进行混合并通过隔膜泵转移到 113.6L(30 加仑）进料罐中。使用离心泵将染料从进料罐输送到歧管施涂器中。通过使用针形阀和流量计控制去往施涂器的流量。

[0261] 81.92cm(32.25 英寸）绒屑纸浆碎片位于生产线的前端 (head)。将绒屑纸浆碎片解开并且经过片材导向装置给进到驱动辊轧机中从而将所述绒屑纸浆碎片给进到其中按如下随染料一起施加水分的工段 (section) :在驱动辊轧机之后，使所述片从下面穿过歧管施涂器，该施涂器首先将染料施涂到片材顶部表面。然后使所述片从上面穿过第二歧管施涂器，该第二歧管施涂器将染料施涂到片材底部。使用惰轮辊轧机以使染色绒屑纸浆碎片保持涌向第二歧管施涂器表面。将第一歧管设置得略微低于第二歧管从而使所述片与顶部施涂器保持接触。

[0262] 每个歧管施涂器由钻有约 170- 约 220 个孔的约 1.27cm(0.5 英寸） 内径不锈钢管制成。每个孔的大小为约 0.0508cm(0.020 英寸）- 约 0.1524cm(0.060 英寸）。所述孔按单一线路进钻取以形成约 81.92cm(32.25 英寸）孔图案。对于用于该试验的约 9.14 米 /min(30ft/min) 的生产线 (line) 速度，将歧管施涂器设置为给进约 3.8L/min(1 加仑 / min)± 约 15％的总输出量。在压制染色绒屑纸浆碎片之后，染料添加剂的这种量产生约 44- 约 46％的片料总水分。通过第一施涂器施涂约 67- 约 75％的总染料。通过第二施涂器施涂其余染料。这些施涂器具备再循环能力使得压力可在该系统内保持平衡。

[0263] 在将染料歧管施涂到绒屑纸浆碎片的两面上之后，让所述染色绒屑纸浆碎片持续足够的保留时间用以使染料开始分布遍及所述染色绒屑纸浆碎片。然后使所述染色绒屑纸浆碎片通过湿压机，该湿压机用于进一步使染料分布遍及所述染色绒屑纸浆碎片。将该湿压机的压力设置为约 0-345kPa(0-50psi)。然后使所述染色绒屑纸浆碎片穿过 21 个 Black Clawson, Inc. 的蒸汽干燥器罐。Black Clawson, Inc 是在 New York 具有其主要商业场所的 Ohio 公司。将干燥器罐分三段进行设置。在第一段中，温度设置为 60-80℃。在第二段中，温度设置为 100-135℃。在最后段中，温度设置为 80-100℃。在离开干燥段时，使染色

绒屑纸浆商业碎片在线绕到(thread onto)Maxcess International of Oklahoma City, Oklahoma 制造的卷绕机上之前,穿过 Wagner Industries, Inc(Stanhope, New Jersey) 制造的定做(custom)蓄积器。所述片中的最终总水分为约 4- 约 8%。重复该过程以生产总共 4 个黑色染色绒屑纸浆商业碎片辊卷和总共 4 个紫红色(burgundy)染色绒屑纸浆商业碎片辊卷。这些辊卷的组成和描述详述于表 21 中。

[0264] 表 21 :就手抄纸页和工业规模工作而言的染色 FOLEY **FLUFFS®** 辊卷的组成和描述

[0265]

实施例	所用绒屑纸浆商业碎片	染料溶液	总水分%
17a	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Black 染料 2**	**45.94**
17b	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Black 染料 2**	**43.88**
17c	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Black 染料 2**	**46.31**
17d	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Black 染料 2**	**44.81**
17e	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Burgundy 染料 1**	**42.56**
17f	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Burgundy 染料 1**	**43.98**
17g	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Burgundy 染料 1**	**45.33**
17h	**FOLEY FLUFFS®**	**Buckeye Burgundy 染料 1**	**44.31**

[0266] 实施例 18 :为模拟实验性商业生产规模运行的条件所形成的手抄纸页

[0267] 用于气流成网手抄纸页的原料由根据实施例 17 中所述制得的染色绒屑纸浆商业碎片样品组成。从每个染色辊的芯部和尾部收集纵向和横向样品,从而每个染色辊卷产生 4 个对比染色绒屑纸浆商业碎片样品。工序 2 后接着将染色绒屑纸浆商业碎片转变为模拟生产材料的气流成网手抄纸页形式。对于该实施例,在手抄纸页形成之前将每个染色绒屑纸浆商业碎片给进到具有 10.16cm(4 英寸)狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。一块所述染色绒屑纸浆商业碎片留用于渗色测试。对于每个实验条件将气流成网手抄纸页成形并压制到 0.55mm(0.022 英寸)的目标厚度。用于该实施例的乳胶粘合剂乳液是 **DUR-O-SET®** Elite 22 的 9%固体乳液。

[0268] 工序 1 后接着测试每个染色绒屑纸浆商业碎片和染色气流成网手抄纸页。就每个辊卷将这些样品的结果进行平均。气流成网手抄纸页的组成描述于表 22 中。不透明度结果详述于表 23 中。摩擦色牢度结果包括在实施例 24 中。

[0269] 表 22 :模拟商业生产条件所吹制的染色气流成网手抄纸页的组成

[0270]

实施例	所用染色绒屑纸浆商业碎片辊卷	纤维分离的染色绒屑纸浆商业碎片基本重量(gsm)	所施加的DUR-O-SET® Elite 22的总基本重量(gsm)	所施加的DUR-O-SET Elite 22的总固体干重%	染色气流成网手抄纸页的总基本重量(gsm)
18 a-h	17 a-h	51	9	15	60

[0271] 表23:染色绒屑纸浆商业碎片辊卷和染色气流成网手抄纸页的不透明度结果

[0272]

实施例	染色绒屑纸浆商业碎片辊卷的不透明度%	染色气流成网手抄纸页的不透明度%
18a	26.97	1.30
18b	21.71	1.90
18c	26.88	1.25
18d	37.50	2.50
18e	23.08	1.30
18f	25.00	3.10
18g	25.00	2.50
18h	23.72	2.50

[0273] 进行组合时,认为不透明度和摩擦色牢度结果有利得足以实行工业规模实验性试验(experimental trial)。

[0274] 实施例19:工业规模实验性试验生产染色非织造材料

[0275] 气流成网基材由位于Buckeye Canada Inc.located in Delta,British Columbia的M&J Airlaid Products A/S(Horsens,Denmark)商业气流成网制造单位(unit)进行制备。用于工业规模运行的原料由根据实施例17中所述制备的染色绒屑纸浆商业碎片样品、FOLEY **FLUFFS®**和 **DUR-O-SET®** Elite 22组成。

[0276] 将所使用的两种染色绒屑纸浆商业碎片辊卷通过使所述辊卷穿过锤式粉碎机进行纤维分离。第一成形头添加染色纤维分离的绒屑纸浆 商业碎片材料。在此之后立即通过压缩辊压实织网。然后,将 **DUR-O-SET®** Elite 22的7%固体乳液喷射到所述织网顶部上。在空气穿过式隧道干燥器中将所述织网干燥并部分固化。翻转(flip)所述织网从而可将 **DUR-O-SET®** Elite 22的另外7%固体乳液喷涂在所述织网的对面。然后,在空气穿过式隧道干燥器中将所述织网干燥并部分固化。在卷取染色非织造材料之前,再次翻转所述织网并让其行进通过固化烘箱。机器速度对于60gsm样品设置为53米/分钟,对于52gsm样品设置为62米/分钟。FOLEY **FLUFFS®**非织造材料的对照物数据由许多商业运行进行平均获得并且代表典型的商业非织造材料条件。

[0277] 工业规模气流成网非织造材料的组成描述于表24中。不透明度结果以及湿式和干式张力数据详述于表25中。摩擦色牢度结果包括在实施例33中。

[0278] 表 24 :工业规模染色非织造材料条件和对比 FOLEY **FLUFFS®**样品的组成

[0279]

实施例	所用绒屑纸浆商业碎片辊卷	纤维分离的绒屑纸浆商业碎片基本重量(gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite 22 的总基本重量 (gsm)	所施加的 DUR-O-SET® Elite 22 的总固体干重%	气流成网样品的总基本重量(gsm)
19a	染色实施例 17a-d	**51.6**	**8.4**	**14**	**60**
19b	染色实施例 17a-d	**44.7**	**7.3**	**14**	**52**
19c	染色实施例 17e-h	**51.6**	**8.4**	**14**	**60**
19d	染色实施例 17e-h	**44.7**	**7.3**	**14**	**52**
19e	**FOLEY FLUFFS®**	**54.0**	**6.0**	**10**	**60**
19f	**FOLEY FLUFFS®**	**46.8**	**5.2**	**10**	**52**

[0280] 表 25 :工业规模染色非织造材料的不透明度和张力结果

[0281]

实施例	气流成网样品的不透明度%	卡规(mm)	纵向干式张力 [克 / 厘米 (克/英寸)]	横向干式张力 [克 / 厘米 (克/英寸)]	横向干式张力 [克 / 厘米 (克/英寸)]
19a	**0.00**	**0.65**	**387 (984)**	**325 (825)**	**29 (74)**
19b	**-0.60**	**0.62**	**360 (914)**	**296 (753)**	**24 (61)**
19c	**-2.63**	**0.57**	**617 (1566)**	**494 (1254)**	**50 (128)**
19d	**-1.97**	**0.54**	**443 (1124)**	**394 (1002)**	**28 (71)**
19e	不适用	**0.58**	**385 (977)**	**318 (807)**	**140 (356)**
19f	不适用	**0.54**	**350 (890)**	**285 (723)**	**122 (311)**

[0282] 不透明度和摩擦色牢度结果被认为是可接受的 ;然而,在湿式张力测试期间,样品渗出少量的过量染料。这被认为是不可接受的并且导致在工序 4 中产生新的更敏感染料渗色评价测试方法。另外,发现样品比相应的白色对照物样品具有显著较低的横向湿式张力值。

[0283] 工序 4 :用于来自染色气流成网样品材料的染料渗色的桌面光度透射不透明性色牢度高压试验

[0284] 实验样品制备方法

[0285] 从待测试的材料切割出 15.2cm×30.4cm(6 英寸 ×12 英寸) 块的染色气流成网样品。称重该切割样品,并记录该重量。将该样品沿着短尺寸对折。重复折叠 2 次以上,从而获得约 5.1cm×15.2cm(2 英寸 ×6 英寸) 样品。用手压制该结构的两个长尺寸边缘以压实所述边缘从而有助于将该样品插入样品固定器。该样品固定器由约 0.254mm 厚度的塑料片制成,将其折叠并在两个长尺寸和一个短尺寸处进行热封从而获得 5.1cm×20.3cm(2 英寸 ×8 英寸) 袋子,其具有一个贯穿短尺寸之一的开口端。将折叠的染色气流成网样品的窄尺寸插入样品固定器中的开口内。将该样品完全插入固定器直到样品末端接触固定器末端。 将蒸馏水加入到该样品中,所述蒸馏水等于 8.5 倍样品重量。手工调控该样品,足以确保水与染色气流成网样品材料的所有纤维接触。样品在其固定器中平放在水平位置 5 分钟的时段。然后样品固定器的开口端插入能够容纳 20-50ml 压榨流体的容器中。

[0286] 小型压辊机部件 2 用于从染色气流成网样品排除过量的染料。小型压辊机部件 2 具有使橡胶 / 金属辊 Metro Fluid Dynamics 气动压机转动的 Dayton Model 2Z846D 发动机。该压机单元用紧密且以 2m/min 的表面速度旋转离开容器和样品固定器的辊驱动。辊压力设置在 206.8kPa(30psi)。在稳定压力之后,使所述辊气动分离。放置容纳反向 (inverted) 样品固定器的容器如此使所述固定器的上部密封端处于小型压辊机部件 2 的敞开的 (open) 辊之间。将所述辊进行气动封闭和设置从而使它们接触样品固定器的末端并牵拉样品固定器通过所述辊。排出的流体在插入压辊机之间之前被捕集在用于支承样品固定器的容器中。将排出的流体的 4ml 等分部分放置在透明的玻璃小瓶中并且进行密封。

[0287] 水标准物制备方法

[0288] 将 4 毫升水转移到透明的玻璃小瓶中。使水从用于实验样品的相同来源同时获得。重要的是确保水不具有可能对测量有负面影响的任何空气气泡。然后将所述小瓶密封。

[0289] 实验工序

[0290] 测试单元由 0.64cm(0.25 英寸) **PLEXIGLAS®** 的 6 面箱组成。该箱内部已被轻微地进行喷沙或研磨并然后涂上固体平滑的黑颜料。 **PLEXIGLAS®** 由 Philadelphia, Pennsylvania 的 Arkema, Inc. 制造。该箱的外部尺寸为 20.32cm×20.32cm×16.51cm(8 英寸 ×8 英寸 ×6.5 英寸)。在该箱顶部的中央,钻有孔以允许 **SEKONIC®** Digilite Model L-318 测光照度计的探针贴合地安装,从而允许最小程度的光泄漏,使得由该箱顶部的剩余表面支承该测光照度计主体。 **SEKONIC®** Digilite Model L-318 测光照度计由 Elmsford, New York 的 Sekonic USA 制造。在该箱底部切割出位于中心的 10.16cm×10.16cm(4 英寸 ×4 英寸) 正方形孔。将小贴片或涂色条带放置在该箱的垂直壁上,在其基底上指示出 10.16cm×10.16cm(4 英寸 ×4 英寸) 孔的外部尺寸。这些放置导向装置有助于试验单元的放置,从而确保开口完全被样品遮蔽。

[0291] 在测试之前将 Brooklyn, New York 的 Halsey X-Ray Products, Inc. 制造的光箱打开并让其工作 900 秒 (15 分钟)。然后将具有中心 0.95cm×4.0cm(0.38 英寸 ×1.56 英寸) 矩形开口的不透光材料的 15.24cm×15.24cm(6 英寸 ×6 英寸) 片置于光箱中心上。这种光阻挡模板防止除穿过待评价的玻璃小瓶外的光。将含有水标准物的玻璃小瓶置于光阻

挡模板中的矩形开口内，从而确保该小瓶中的空间 (air space) 延伸到该小瓶的壁和基底的接合处。使用放置导向装置，然后将测试单元置于所述模板之上从而确保中心开口完全被所述模板遮蔽。然后测定水标准物的曝光值 (EV)。为了获得实验样品读数，将测试单元取出使得可使用含有实验样品的玻璃小瓶替换含有水标准物的玻璃小瓶。在替换测试单元之后，可以测定实验样品的曝光值。水标准物的值可以随时间而改变。实验样品结果仅仅是相对于相同天测试的水标准物。样品的不透明度％通过代入下面等式中进行测定：

[0292] 不透明度 (％) ＝ 100-((实验样品曝光值 (EV)/水标准物曝光值 (EV))×100)

[0293] 就给定的样品而言获得的不透明度％越低，该样品中的染料渗色越少。较少的染料渗色预示着来自 American Association of Textile Chemists and Colorists(AATCC) 测试方法 8 的良好湿式摩擦牢度结果。例如，具有 2％不透明度的样品可以具有良好的摩擦色牢度结果，而具有 20％或 40％不透明度的样品可以具有差的摩擦色牢度结果。可能观测到负％的不透明度值，这是由于以下几个因素，例如溶液中的纤维、样品烧杯的差异、或溶液中的气泡。

[0294] 实施例 20：染黑色的绒屑纸浆商业碎片辊卷的中试规模生产

[0295] 用于该中试规模工作的原料包括 FOLEY **FLUFFS®** 和 BuckeyeBlack 染料 3。FOLEY **FLUFFS®** 是碎片形式的漂白南部软木材 Kraft，由 Memphis，Tennessee 的 Buckeye Technologies Inc. 的分属机构制造。FOLEY **FLUFFS®** 牌纤维由纤维素材料，主要是来自湿地松的木浆制备。Buckeye Black 染料 3 由 Huntsman 的 Textile Effects Division(High Point，North Carolina) 制造的 **NOVOCRON®** 活性染料制得。

[0296] 使 81.92cm(32.25 英寸) 绒屑纸浆碎片位于生产线的前端。将所述绒屑纸浆碎片根据实施例 17 中所说明的细节进行染色，不同之处在于如下。在将染色绒屑纸浆碎片压制之后，染料添加剂的量产生约 46％的片料总水分。第一干燥器段在 40-65℃下操作。第二干燥器段在 90-115℃下操作。第三干燥器段在 100-125℃下操作。这产生约 12％的最终片料水分。将这种染黑色的绒屑纸浆商业碎片辊卷切成一系列 10.16cm(4 英寸) 辊。

[0297] 实施例 21：为使粘合剂和 **ALBAFIX®** ECO 添加剂最优化所形成的手抄纸页

[0298] 用于气流成网手抄纸页的原料由根据实施例 20 中所述制备的染黑色的绒屑纸浆商业碎片辊卷，FOLEY **FLUFFS®**，**ALBAFIX®** ECO，柠檬酸，氯化铵，以及 **VINNAPAS®** EN 1020、OMNABOND™ 2463、**DUR-O-SET®** Elite PLUS、**DUR-O-SET®** Elite ULTRA、**DUR-O-SET®** Elite 22 或 **DUR-O-SET®** 10A 的 9％固体乳液组成。工序 2 后接着将绒屑纸浆商业碎片辊卷转变为模拟生产材料的气流成网手抄纸页形式。对于该实施例，在手抄纸页形成之前将每个绒屑纸浆碎片给进到具有 10.16cm(4 英寸) 狭槽的锤式粉碎机中以将该样品进行机械纤维分离。就每个实验条件将气流成网手抄纸页成形，并就每种 60gsm 样品而言压制到 0.55mm(0.022 英寸) 的目标厚度。对于每种气流成网手抄纸页样品，51.6gsm 结构体由纤维分离绒屑纸浆商业碎片组成，8.4gsm 为粘合剂。

[0299] 在一些情形中，如表 26 中所概述，将催化剂例如柠檬酸 ($C_6H_8O_7$) 或氯化铵 (NH_4Cl) 加入到粘合剂配制剂中。催化剂添加量是基于粘合剂乳液固体含量计。当使用催化剂时，将它们加入到粘合剂乳液中并就添加目的而言认为它们是所述乳液的组分。加入催化剂以

弥补染色绒屑纸浆商业碎片的提高的 pH。对于实施例 21az、21bl 和 21bm，修改工序 2 的最终步骤使得最后 150℃ (302° F) 压缩从 60 延长到 180 秒。

[0300] 还将染料固定改进剂即 **ALBAFIX®** ECO 加入到一些染色气流成网手抄纸页样品中。当使用 **ALBAFIX®** ECO 时，其是基于绝干染色绒屑纸浆商业碎片含量计净 (neat) 加入。在表 26 中规定了 **ALBAFIX®** ECO 添加方法。使 **ALBAFIX®** ECO 喷雾添加的顺序适合模拟其中可将 **ALBAFIX®** ECO 加入到当前商业气流成网制造工艺中的顺序。可在进入锤式粉碎机之前使用蠕动泵将其通过歧管施涂器加入到片料的一面；可将其在两个粘合剂喷涂工位中之一加入；另外，可在通过冷却箱上的定形棒卷取之前在离开固化烘箱之后将其进行喷涂。

[0301] 定形棒提供了在 **ALBAFIX®** ECO 加入之前使粘合剂交联反应进行完全的益处，这是因为两种化学物质 (chemistry) 具有相容性问题。**ALBAFIX®** ECO 不需要加热进行反应。因此，可将其在烘箱之后加入并仍然起作用。热的缺乏限制了在定形棒处可加入的水分的量，这是因为加入的任何游离水不通过除平衡外的方法得以减少。出于该原因，将在定形棒处加入的总喷涂水分限制到染色气流成网手抄纸页样品重量的约 2- 约 6%。

[0302] 对于粘合剂喷涂工位和定形棒模拟，通过在真空箱上的 **PREVAL®** 喷雾器施涂 **ALBAFIX®** ECO；将其与粘合剂乳液混合或者与粘合剂乳液分开喷涂取决于进行模拟的添加位置。对于定形棒添加模拟，将 **ALBAFIX®** ECO 喷涂在片料的仅仅一个面上。对于除 21w 和 21aa 外的所有实施例，开启真空箱。对于实施例 21bd 和 21bn，**ALBAFIX®** ECO 的 pH 降低至 pH 4.6 以有助于弥补染色绒屑纸浆商业碎片的提高的 pH 从而观察这样是否会使 **ALBAFIX®** ECO 和粘合剂更相容。

[0303] 工序 4 后接着测试每个染色气流成网手抄纸页。气流成网手抄纸页的组成描述于表 26 中。高压染料渗色结果和张力结果详述于表 27 中。气流成网手抄纸页样品不存在纵向性或横向性 (cross directionality)。一些样品如此脆弱以致于不能够将它们装载到张力试验仪上的样品夹中。这些脆弱样品的结果在表 27 中列为过于脆弱。

[0304] 表 26：为使粘合剂和 **ALBAFIX®** ECO 添加最优化所吹制的气流成网手抄纸页的组成

[0305]

实施例	所用绒屑纸浆商业碎片	粘合剂	催化剂	催化剂添加%	ALBAFIX® ECO 添加的位置	ALBAFIX® ECO 添加%
21a	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21b	FOLEY FLUFFS®	OMNABOND™ 2463	无	0.0	不适用	0.0
21c	实施例 20	OMNABOND™ 2463	无	0.0	不适用	0.0
21d	实施例 20	OMNABOND™ 2463	$C_6H_8O_7$	1.5	不适用	0.0
21e	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21f	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	无	0.0	不适用	0.0
21g	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的一面上之前	3.0
21h	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的一面上之后	3.0
21i	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	与粘合剂乳液在片材的一面上混合	3.0

[0306]

21j	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的二面 (side two) 上之前	3.0
21k	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	与粘合剂乳液在片材的二面 (side two) 上混合	3.0
21l	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的两面上之前	3.0
21m	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	与粘合剂乳液在片材的两面上混合	3.0
21n	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21o	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	无	0.0	预锤式粉碎机应用	3.0
21p	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	预锤式粉碎机应用	3.0
21q	实施例 20	OMNABOND™ 2463	$C_6H_8O_7$	1.5	预锤式粉碎机应用	3.0
21r	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的一面上之后	3.0
21s	实施例 20	OMNABOND™ 2463	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的一面上之后	3.0
21t	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21u	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	不适用	0.0
21v	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21w	实施例 20	DUR-O-SET®	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0

[0307]

		Elite 22				
21x	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21y	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	不适用	0.0
21z	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21aa	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21ab	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21ac	实施例 20	OMNABOND™ 2463	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21ad	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.5
21ae	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21af	FOLEY FLUFFS®	VINNAPAS® EN 1020	无	0.0	不适用	0.0
21ag	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	无	0.0	不适用	0.0
21ah	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	不适用	0.0
21ai	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	NH_4Cl	1.5	不适用	0.0
21aj	实施例 20	VINNAPAS® EN 1020	$C_6H_8O_7$	0.0	不适用	0.0
21ak	实施例 20	VINNAPAS® EN 1020	NH_4Cl	1.5	不适用	0.0

[0308]

21al	实施例 20	VINNAPAS® EN 1020	$C_6H_8O_7$	1.5	不适用	0.0
21am	实施例 20	DUR-O-SET® Elite PLUS	NH_4Cl	0.0	不适用	0.0
21an	实施例 20	DUR-O-SET® Elite PLUS	$C_6H_8O_7$	1.5	不适用	0.0
21ao	实施例 20	DUR-O-SET® Elite PLUS	NH_4Cl	1.5	不适用	0.0
21ap	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21aq	FOLEY FLUFFS®	VINNAPAS® EN 1020	无	0.0	不适用	0.0
21ar	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	无	0.0	不适用	0.0
21as	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21at	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	2.0	不适用	0.0
21au	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	与粘合剂乳液在片材的两面上混合	3.0
21av	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	在粘合剂乳液在片材的两面上之后	3.0
21aw	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21ax	FOLEY FLUFFS®	VINNAPAS® EN 1020	无	0.0	不适用	0.0
21ay	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® 10A	无	0.0	不适用	0.0
21az	实施例 20	DUR-O-SET®	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0

[0309]

		10A				
21ba	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21bb	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	3.0	定形棒应用	3.0
21bc	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	3.0	定形棒应用	3.0
21bd	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	与粘合剂乳液在片材的两面上混合	3.0
21be	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	1.0
21bf	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	2.0
21bg	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21bh	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	无	0.0	不适用	0.0
21bi	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite ULTRA	无	0.0	不适用	0.0
21bj	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21bk	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	3.0	定形棒应用	3.0
21bl	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0
21bm	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	3.0	定形棒应用	3.0
21bn	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	$C_6H_8O_7$	1.5	定形棒应用	3.0

[0310] 表 27 :高压染料渗色和张力结果

[0311]

实施例	气流成网样品的不透明度%	干式张力[克/厘米(克/英寸)]	湿式张力[克/厘米(克/英寸)]
21a	不适用	68 (172)	22(56)
21b	不适用	44 (112)	15 (37)
21c	48.3	36 (92)	过于脆弱
21d	41.4	32 (81)	17(43)
21e	不适用	76 (193)	32 (82)
21f	37.9	47 (119)	12 (31)
21g	3.5	52 (131)	17(44)
21h	3.5	85 (217)	21 (53)
21i	0.0	65 (165)	5 (12)
21j	0.0	55 (140)	14 (35)
21k	0.0	117 (298)	15 (37)
21l	0.0	67 (170)	过于脆弱
21m	0.0	73 (186)	过于脆弱
21n	不适用	105 (267)	31 (80)
21o	6.9	74 (187)	7 (17)
21p	3.5	77 (196)	9 (22)
21q	3.5	48 (122)	9 (24)
21r	10.3	75 (190)	12 (30)
21s	17.2	44 (111)	8 (20)
21t	不适用	81 (205)	32 (82)
21u	34.5	77 (194)	19 (49)
21v	10.3	77 (196)	20 (51)
21w	3.5	54 (138)	17 (42)
21x	不适用	90 (228)	31 (78)
21y	35.7	68 (173)	17 (43)
21z	10.7	83 (211)	13 (32)

[0312]

21aa	**3.6**	**53 (134)**	**18 (46)**
21ab	**7.1**	**104 (263)**	**19 (49)**
21ac	**3.6**	**48 (121)**	**12 (30)**
21ad	**10.7**	**54 (138)**	**16 (41)**
21ae	不适用	**83 (210)**	**31 (80)**
21af	不适用	**74 (187)**	**36 (91)**
21ag	不适用	**51 (129)**	**12 (30)**
21ah	不适用	**52 (131)**	**25 (64)**
21ai	不适用	**56 (143)**	**17 (44)**
21aj	不适用	**37 (93)**	过于脆弱
21ak	不适用	**43 (109)**	**16 (41)**
21al	不适用	**37 (94)**	**13 (32)**
21am	不适用	**65 (165)**	**12 (31)**
21an	不适用	**60 (152)**	**17 (43)**
21ao	不适用	**59 (150)**	过于脆弱
21ap	不适用	**56 (141)**	**20 (52)**
21aq	不适用	**63 (159)**	**35 (88)**
21ar	**37.0**	**56 (142)**	**20 (51)**
21as	**7.4**	**80 (203)**	**23 (58)**
21at	**37.0**	**77 (196)**	**24 (62)**
21au	**7.4**	**73 (185)**	过于脆弱
21av	**3.7**	**69 (175)**	过于脆弱
21aw	不适用	**99 (252)**	**56 (141)**
21ax	不适用	**100 (254)**	**43 (110)**
21ay	不适用	**95 (241)**	**58 (148)**
21az	**18.5**	**102 (258)**	**31 (78)**
21ba	**11.1**	**102 (258)**	**28 (71)**
21bb	**7.4**	**117 (296)**	**38 (96)**
21bc	**14.8**	**65 (165)**	**19 (49)**

[0313]

21bd	**7.4**	**93 (235)**	**13 (33)**
21be	**7.4**	**75 (191)**	**28 (71)**
21bf	**14.8**	**98 (249)**	**17 (42)**
21bg	**14.8**	**51 (130)**	**19 (47)**
21bh	不适用	**84 (214)**	**43 (108)**
21bi	不适用	**177 (449)**	**59 (150)**
21bj	**14.3**	**130 (329)**	**39 (98)**
21bk	**3.6**	**140 (356)**	**31 (79)**
21bl	**10.7**	**156 (397)**	**50 (126)**
21bm	**7.1**	**163 (415)**	**59 (151)**
21bn	**32.1**	**227 (577)**	过于脆弱

[0314] 通过本申请中所述方法将 pH 提高的活性染料加入到绒屑纸浆商业碎片中导致如通过差的湿式张力值所证明的粘合剂乳液交联形成的减少。在一些情形中，甚至干式张力也受到负面影响。与催化剂添加剂结合加入的粘合剂的最优化产生可接受的湿式或干式张力值。

[0315] 由于需要获得通过工序 4 所评价的染色样品的可接受值，**ALBAFIX®** ECO 即染料固定改进剂的加入是需要的。这种 **ALBAFIX®** ECO 缚牢 (tie up) 过量染料的剩余量的大部分从而通过工序 4 使其仅最低限度地被榨出。然而，甚至对于粘合剂加以最优化并且加入 3.0％催化剂的染色气流成网手抄纸页样品，当在粘合剂交联形成之前引入 **ALBAFIX®** ECO 时，获得差的张力值。当在粘合剂交联形成之后通过定形棒施加 **ALBAFIX®** ECO 时，获得可接受的湿式或干式张力值。

[0316] 实施例 22 ：为提高湿式拉伸强度而具有乳胶粘合剂 Polycup™920A 树脂的评价

[0317] 原料由 FOLEY **FLUFFS®**、**DUR-O-SET®** Elite 22、**DUR-O-SET®** ELITE ULTRA、Polycup™ 920A、和根据实施例 20 中所述制备的染色绒屑纸浆商业碎片辊卷组成。接着是工序 2 以将所述绒屑纸浆商业 碎片辊卷转变为模拟生产材料的气流成网手抄纸页形式。对于每种约 60gsm 的样品将这些气流成网手抄纸页压制到 0.55mm(0.022 英寸）的目标厚度。对于每种气流成网手抄纸页样品，约 51.6gsm 的结构体由纤维分离绒屑纸浆碎片组成，约 8.4gsm 是粘合剂。

[0318] 该实施例的第一部分涉及 Polycup™ 920A 湿强度树脂对染色气流成网手抄纸页的湿式拉伸强度和染料渗色所具有的影响。用于该研究的对照物是由 FOLEY **FLUFFS®** 和以约 8.4gsm 施加的 **DUR-O-SET®** Elite 22 粘合剂乳液制备的气流成网手抄纸页。实验实施例用单独的 **DUR-O-SET®** Elite ULTRA，与 Polycup™ 920A 混合的 **DUR-O-SET®** Elite ULTRA，或者与 Polycup™ 920A 分开喷涂的 **DUR-O-SET®** Elite ULTRA 进行喷涂，以干重计总共加入约 14％。将两种化学品分开喷涂以便确定是否

存在与混合物相对的拉伸强度差异。气流成网手抄纸页样品的组成描述于表 28 中。工序 4 后接着测试每种染色气流成网手抄纸页。高压染料渗色和张力结果包括在表 29 中。

[0319] 表 28 :为模拟中试设备条件所吹制的手抄纸页的组成

[0320]

实施例	所用绒屑纸浆商业碎片	粘合剂配制剂组分	乳胶粘合剂组分(gsm)	Polycup™ 920A (gsm)	总粘合剂添加(gsm)
22a	FOLEY FLUFFS®	仅乳胶粘合剂	8.4	0.0	8.4
22b	实施例 20	仅乳胶粘合剂	8.4	0.0	8.4
22c	实施例 20	分开喷涂	5.4	2.2	7.6
22d	实施例 20	混合物	5.4	2.2	7.6
22e	实施例 20	混合物	5.4	2.2	7.6

[0321] 表 29 :气流成网手抄纸页的高压染料渗色和张力结果

[0322]

实施例	气流成网样品的不透明度%	干式张力[克/厘米(克/英寸)]	湿式张力[克/厘米(克/英寸)
22a	2.6	119 (47)	60 (24)
22b	46.0	280 (110)	55 (22)
22c	0.0	146 (57)	32 (13)
22d	0.0	384 (151)	77 (30)
22e	0.0	260 (102)	98 (39)

[0323] 通过制造含有乳胶粘合剂和 Polycup™ 920A 二者的混合物,与单独的乳胶粘合剂相比,染色气流成网手抄纸页样品的湿式拉伸强度可得到显著提高。还观测到通过将 Polycup™ 920A 加入到粘合剂乳液中,不存在染料渗色。Polycup™ 920A 湿强度树脂使拉伸强度得到提高并且充当染料固定剂。

[0324] 在发现将 Polycup™ 920A 加入到乳胶粘合剂提高染色气流成网手抄纸页的湿式拉伸强度并且阻止过量的染料渗色之后,测定可维持可接受的湿式拉伸强度的最佳添加水平。吹制另外的染色气流成网手抄纸页样品用于与对照物样品 22a 对比。对于每种约 60gsm 的样品,将根据工序 2 制备的这些染色气流成网手抄纸页压制到 0.55mm(0.022 英寸) 的目标厚度。染色气流成网手抄纸页样品的组成描述在表 30 中。工序 4 后接着测试每种手抄纸页。高压染料渗色和张力结果包括在表 31 中。

[0325] 表 30 :为模拟中试设备条件所吹制的手抄纸页的组成

[0326]

实施例	绒屑纸浆商业碎片(gsm)	粘合剂 pH	Polycup™ 920A (gsm)	乳胶粘合剂组分(gsm)	总粘合剂添加(gsm)
22a	51.6	小于 4	0.0	8.4	8.4
22f	54.0	小于 3	1.5	3.9	5.4
22g	51.6	小于 3	2.2	5.4	7.6
22h	51.6	小于 3	1.5	6.3	7.8
22i	51.6	小于	2.0	5.6	7.6
22j	51.6	6.0	2.0	5.6	7.6

[0327] 表 31 :气流成网手抄纸页的高压染料渗色和张力结果

[0328]

实施例	气流成网样品的不透明度%	干式张力[克/厘米(克/英寸)]	湿式张力[克/厘米(克/英寸)]
22a	2.5	119 (47)	60 (24)
22f	0.0	154 (61)	59 (23)
22g	0.0	208 (82)	68 (27)
22h	0.0	256 (101)	67 (26)
22i	0.0	156 (61)	46 (18)
22j	0.0	143 (56)	52 (20)

[0329] 当粘合剂添加占总染色气流成网手抄纸页结构的约 14% (8.4gsm) 或更大时,存在湿式拉伸强度的提高。如果维持约 14% (8.4gsm) 或更大的向染色气流成网手抄纸页的加入,则可减少 Polycup™ 920A 的加入并且仍然维持较高的湿式拉伸强度以及阻止过量染料渗色。一旦降低乳胶在粘合剂乳液中的量,则显著降低染色气流成网手抄纸页的湿式拉伸强度。观测到通过将粘合剂乳液的 pH 调节到对于使用 Polycup™ 920A 所建议的 pH 范围,染色气流成网手抄纸页的湿式拉伸强度不存在显著差异。

[0330] 在该实施例中,当将湿强度树脂例如 Polycup™ 920A 加入到乳胶粘合剂乳液中时,极大地提高染色气流成网手抄纸页样品的湿式拉伸强度并且改进染料固定作用。

[0331] 实施例 23 :中试规模染色非织造样品实验性试验

[0332] 除气流成网手抄纸页实施例外,还在 Memphis, TN 的 Buckeye Technologies Inc. 的 DannWeb 中试规模气流成网制造单元上制备染色气流成网基材。用于该中试规模工作的原料由根据实施例 20 中所述制备的染黑色的绒屑纸浆商业碎片辊卷、FOLEY **FLUFFS®**、**DUR-O-SET®** Elite ULTRA、**DUR-O-SET®** Elite 22、**DUR-O-SET®** 10A、Polycup™ 920A、**ALBAFIX®** ECO 和柠檬酸组成。

[0333] 第一成形头添加约 51.6gsm 的所用特定纤维分离的绒屑纸浆碎片辊卷。在此之后立即通过设置在 400-700kPa 的压缩辊压实织网。然后,将粘合剂喷射到该织网顶部上。在处于 165℃温度的 Moldow 空气穿过式隧道干燥器中固化所述织网。在此之后,将该织网进

行卷绕和收集。在生产线前锋将该织网再次进行取向从而可将另外的粘合剂施加到该织网的对面。然后在处于 165℃温度的 Moldow 空气穿过式隧道干燥器中固化所述织网。机床速度为约 30 米 /min。最后，在生产线前锋将该织网再次进行取向从而可模拟定形棒。将所述织网以 175℃的温度和约 60 米 /min 的机器速度下穿过 Moldow 空气穿过式隧道干燥器。使另外的喷雾棒（如实施例 21 中所述称作定形棒）设置在冷却箱之上恰好干燥器之后，以施加可适用的固定剂。当不添加固定剂时，喷涂水以限制实验变化。

[0334] 在一些情形中，如表 32 中所概述，将催化剂例如柠檬酸 ($C_6H_8O_7$) 加入到粘合剂配制剂中。3％催化剂添加量是基于粘合剂乳液固体含量计。当使用催化剂时，将其加入到粘合剂乳液中并就添加目的而言认为它们是所述乳液的组分。加入催化剂以弥补染色绒屑纸浆商业碎片的提高的 pH。

[0335] 还将染料固定改进剂即 **ALBAFIX®** ECO 加入到一些气流成网手抄纸页样品中。当使用 **ALBAFIX®** ECO 时；其是基于绝干染色绒屑纸浆商业碎片含量计净加入。

[0336] 对于含有 Polycup™ 920A 添加的样品，将 Polycup™ 920A 直接混合到粘合剂乳液中。

[0337] 气流成网基材的组成描述于表 32 和 33 中。工序 4 后接着测试每种手抄纸页。高压染料渗色、卡规和张力结果包括在表 36 中。

[0338] 表 32：气流成网基材中试设备条件的组成

[0339]

实施例	所用绒屑纸浆商业碎片	所用粘合剂	所用粘合剂添加(gsm)	$C_6H_8O_7$ 添加%	固定剂添加(gsm)
23a	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	14	0.0	0.0
23b	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	10	0.0	0.0
23c	FOLEY FLUFFS®	DUR-O-SET® Elite 22	14	0.0	0.0
23d	实施例 20	DUR-O-SET® Elite 22	14	3.0	1.46
23e	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	14	3.0	1.46
23f	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	14	3.0	0.73
23g	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	10	3.0	1.46
23h	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	14	3.0	1.46
23i	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	14	3.0	0.73
23j	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	10	3.0	1.46

[0340] 表 33 :气流成网基材中试设备条件的组成

[0341]

实施例	所用绒屑纸浆商业碎片	所用粘合剂	所用粘合剂添加(gsm)	Polycup™ 920A(gsm)	总粘合剂添加(gsm)
23k	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	5.4	2.2	7.6
23l	实施例 20	DUR-O-SET® Elite ULTRA	6.3	1.5	7.8
23m	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	5.4	2.2	7.6
23n	实施例 20	DUR-O-SET® 10A	6.3	1.5	7.8

[0342] 表 34 :气流成网基材的高压染料渗色和张力结果

[0343]

实施例	气流成网样品的不透明度%	卡规(mm)	纵向干式张力 [克 / 厘米 (克/英寸)]	横向干式张力 [克 / 厘米 (克/英寸)]	横向湿式张力 [克 / 厘米 (克/英寸)]
23a	不适用	0.64	363 (923)	307 (779)	180 (456)
23b	不适用	0.64	462 (1174)	322 (817)	233 (592)
23c	不适用	0.96	280 (710)	220 (558)	135 (343)
23d	8.3	1.03	229 (581)	138 (350)	69 (175)
23e	16.7	0.96	161 (409)	112 (284)	70 (179)
23f	12.5	1.02	209 (531)	145 (368)	78 (197)
23g	16.7	1.09	183 (465)	74 (189)	52 (132)
23h	8.3	1.13	244 (619)	141 (358)	62 (157)
23i	0.0	1.05	307 (779)	139 (353)	50 (128)
23j	12.5	1.06	191 (485)	102 (258)	50 (128)
23k	0.0	0.75	268 (681)	152 (386)	76 (194)
23l	0.0	0.70	169 (428)	120 (305)	56 (141)
23m	0.0	0.70	199 (506)	125 (317)	50 (127)
23n	0.0	0.69	157 (400)	142 (361)	63 (159)

[0344] 由中试基材的评价，观测到通过定形棒添加的 **ALBAFIX®** ECO 和加入到粘合剂的 Polycup™ 920A 树脂均使染料渗色最小化或完全消除染料渗色。另外，与 FOLEY **FLUFFS®** 对照物样品相比，若干样品维持至少 50％的横向湿式张力。这证明，对于气流

成网染色绒屑纸浆商业碎片基材，通过使用定形棒将湿强度树脂例如 Polycup™ 920A 加入到粘合剂或者通过将催化剂加入到粘合剂以及染料固定剂例如 **ALBAFIX®** ECO，能够改进染料牢度和湿式张力。

[0345] 实施例 24：摩擦色牢度试验结果

[0346] 将各个实施例通过工序 3 进行评价。就这些实施例而言通过如表中所注释从 10 减少转动数来修正标准测试，这是因为在测试期间一些样品趋向于撕裂。AATCC Chromatic Transference Scale 用于确定等级分类。

[0347] 表 35：湿式或干式摩擦色牢度结果

[0348]

实 施例	实施例描述	转动数	干摩擦等级分类	湿摩擦等级分类
18a	由辊卷 17a 染黑色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页	10 干式，4 湿式	**5.0**	**3.5**
18b	由辊卷 17b 染黑色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页	10 干式，4 湿式	**5.0**	**3.0**
18c	由辊卷 17c 染黑色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页	10 干式，4 湿式	**5.0**	**3.0**
18d	由辊卷 17d 染黑色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄	10 干式，4 湿式	**5.0**	**3.0**

[0349]

	纸页			
24a	**WALKISOFT® Black 181**	**10 干式，4 湿式**	**4.5**	**1.0**
18e	**由辊卷 17e 染紫红色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页**	**10 干式，4 湿式**	**5.0**	**3.5**
18f	**由辊卷 17f 染紫红色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页**	**10 干式，4 湿式**	**5.0**	**3.0**
18g	**由辊卷 17g 染紫红色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页**	**10 干式，4 湿式**	**5.0**	**3.0**
18h	**由辊卷 17h 染紫红色的绒屑纸浆商业碎片制得的气流成网手抄纸页**	**10 干式，4 湿式**	**5.0**	**3.5**
24b	**WALKISOFT® Burgundy 120**	**10 干式，4 湿式**	**4.5**	**2.0**
19a	**商业制备的 Black 60 gsm 染色非织造基材**	**10 干式，10 湿式**	**4.5**	**2.5**
19b	**商业制备的 Black 52 gsm 染色非织造基材**	**10 干式，10 湿式**	**4.5**	**2.5**
19c	**商业制备的 Burgundy 60 gsm 染色非织造基材**	**10 干式，10 湿式**	**4.5**	**2.5**
19d	**商业制备的 Burgundy 52 gsm 染色非织造基材**	**10 干式，10 湿式**	**4.5**	**2.5**
24c	**WALKISOFT® Black 181**	**10 干式，10 湿式**	**4.5**	**1.5**
24d	**WALKISOFT® Burgundy 120**	**10 干式，10 湿式**	**4.5**	**2.0**

[0350] 本说明书中引用的所有专利、专利申请、出版物、产品说明和方案，在此通过引用以它们的全部内容并入本文。在术语矛盾的情况下，遵照本公开。

[0351] 尽管本文描述的发明可以较好地实现上面列出的益处和优点，但本发明范围不受本文所描述的具体实施方案的限制。应理解的是，在不背离本发明精神的条件下，可以对本发明进行改进、改变和更改。例如，在气流成网方法的上下文中描述了非织造结构。然而，也包括非气流成网方法。

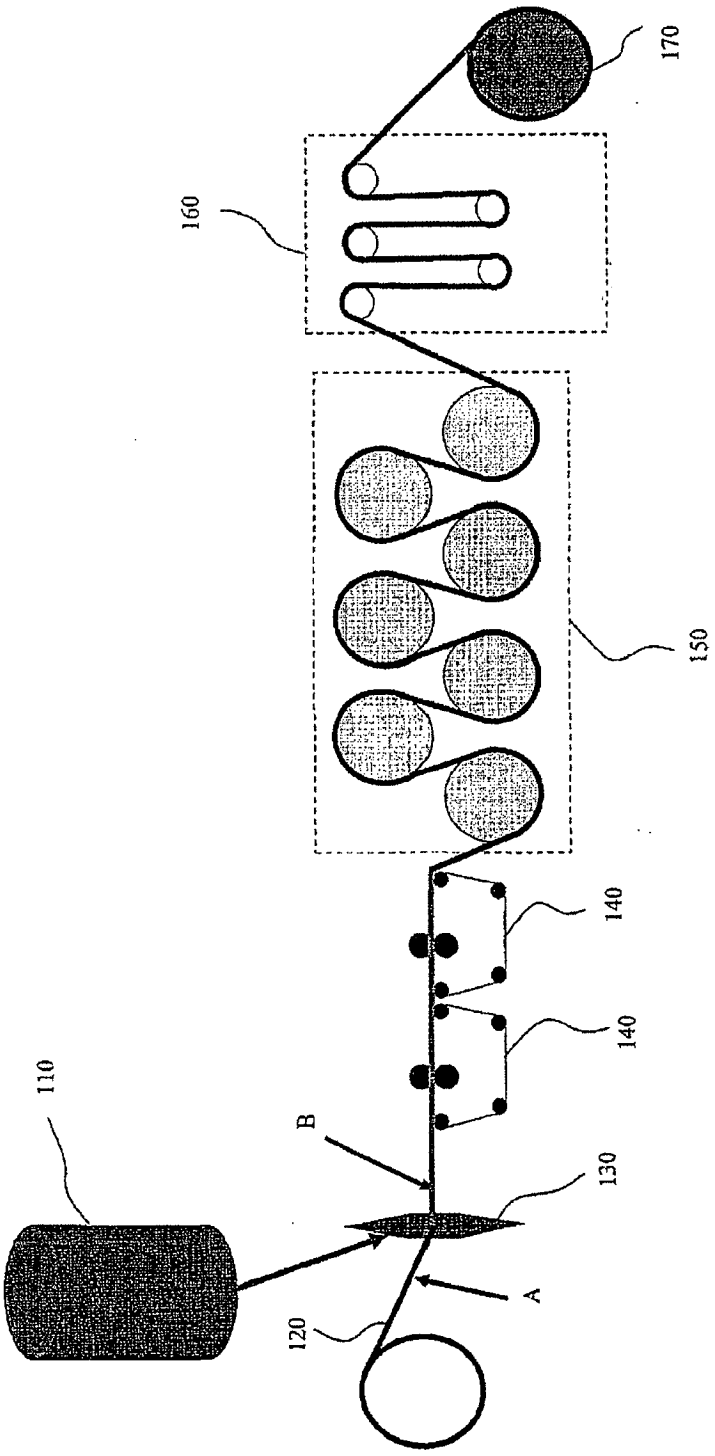


图 1

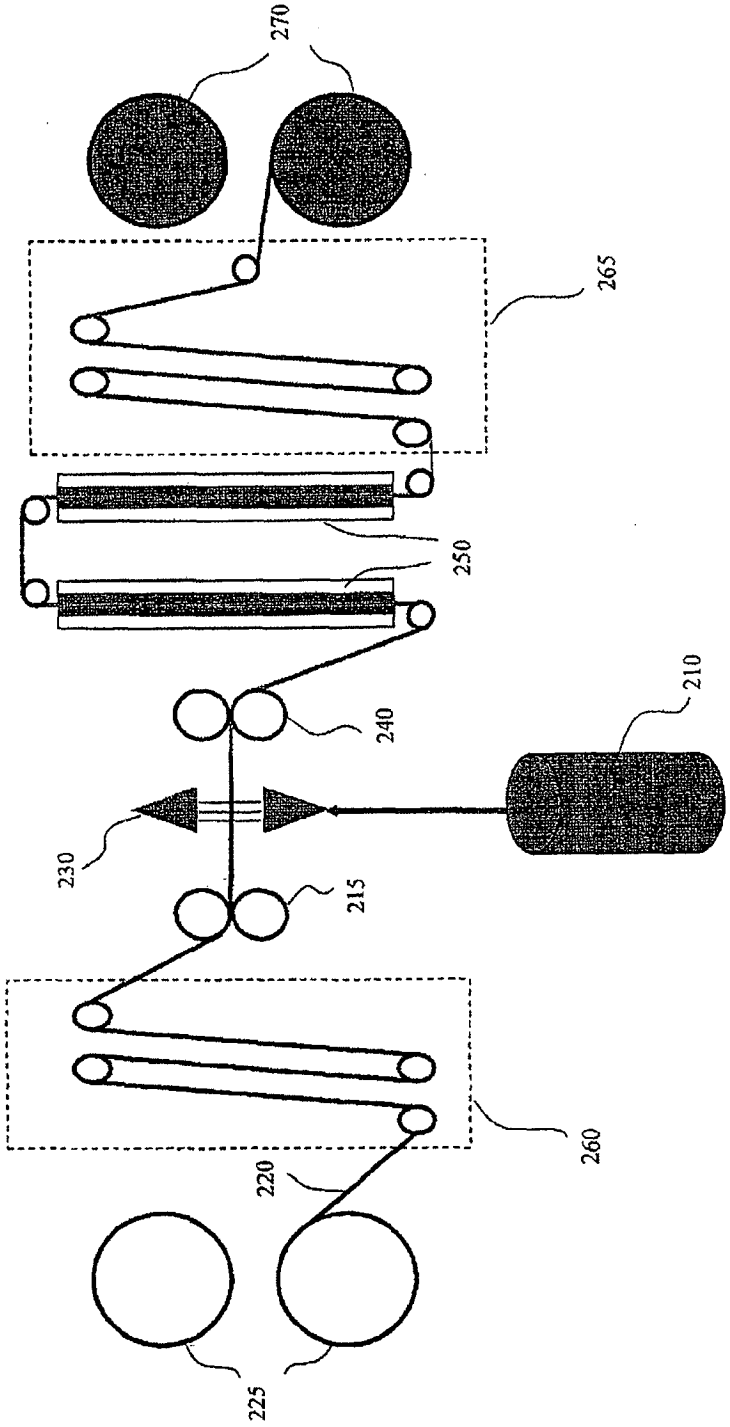


图 2

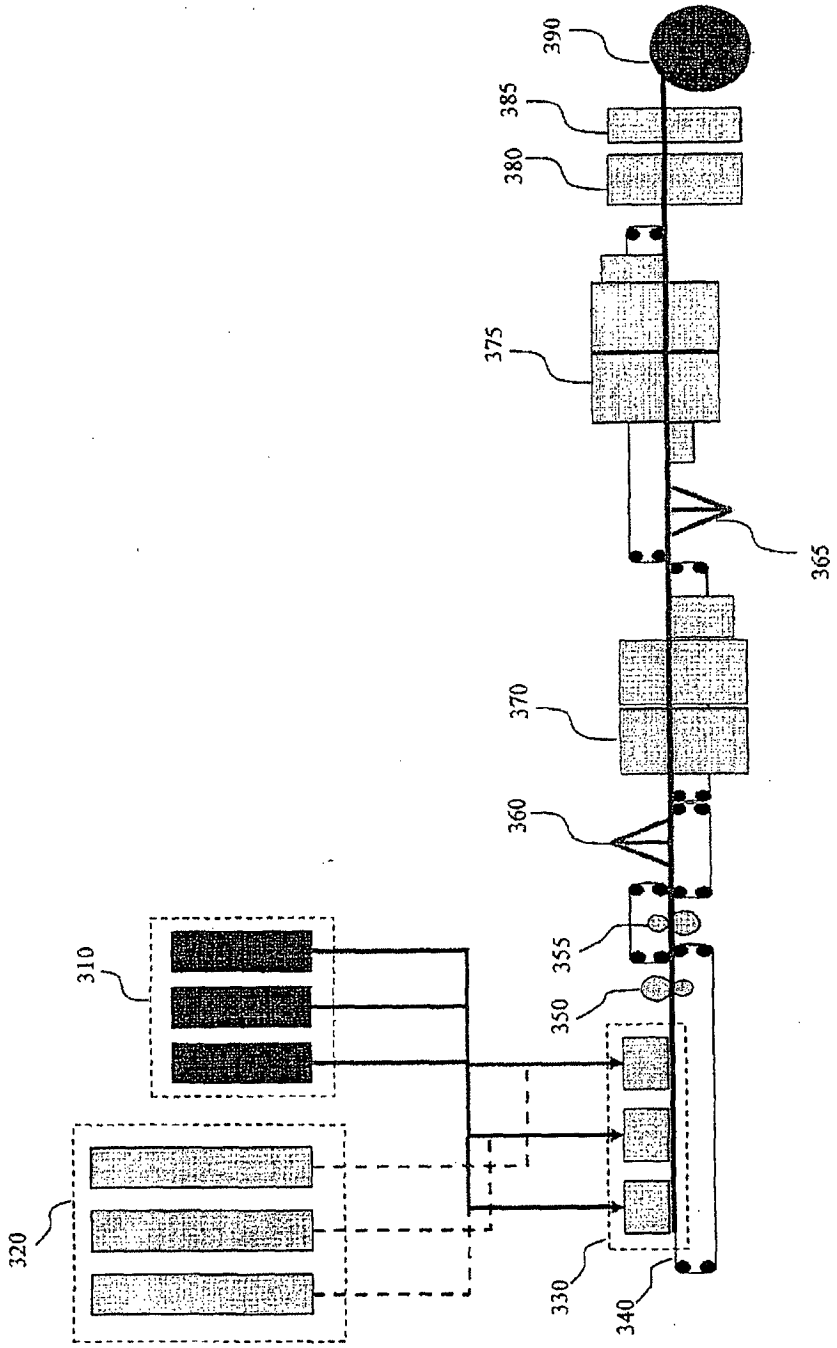


图 3