

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

D21H 17/36

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98120593.3

[43]公开日 1999年4月7日

[11]公开号 CN 1213027A

[22]申请日 98.9.28 [21]申请号 98120593.3

[30]优先权

[32]97.9.26 [33]JP [31]261974/97

[71]申请人 尤妮佳股份有限公司

地址 日本爱媛县

[72]发明人 竹内直人 小西孝义

[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

代理人 隗永良

权利要求书 2 页 说明书 14 页 附图页数 4 页

[54]发明名称 含有变性聚乙烯醇的水解性纤维片

[57]摘要

过去在厕所等流水中分解的纤维片中,没有水解性优良,强度高的水解性纤维片。而且也没有能满足耐热性的产品。更没有在冷水中水解性也不会降低的水解性纤维片。在用变性聚乙烯醇作粘合剂的纤维片中,通过浸渍溶有水溶性有机盐、水溶性无机盐和/或水溶性硼酸化合物的水溶液,使变性聚乙烯醇不溶化,以保持纤维片的湿润强度。结果得到的纤维片,水解性、强度非常优良,即使在高温下,水解性及强度不产生降低。而且,在冷水中的水解性也非常优良。

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1. 一种水解性纤维片,其特征是在使用磺酸变性聚乙烯醇作粘合纤维的粘合剂的纤维片中,含有选自水溶性有机盐、水溶性无机盐和硼酸化合物中的至少一种化合物。

2. 一种水解性纤维片,其特征是在使用羧酸变性聚乙烯醇作粘合纤维的粘合剂的纤维片中,含有选自水溶性有机盐、水溶性无机盐和硼酸化合物中的至少一种化合物。

3. 根据权利要求1或2中记载的水解性纤维片,其特征是在纤维片中浸渍溶解有选自水溶性有机盐、水溶性无机盐和硼酸化合物中的至少一种化合物的水溶液。

4. 根据权利要求1、2或3中记载的水解性纤维片,其特征是在纤维网上涂敷作为粘合剂的变性聚乙烯醇。

5. 根据权利要求1、2、3或4中记载的水解性纤维片,其特征是水溶性有机盐是选自酒石酸钠、酒石酸钾、柠檬酸钠、柠檬酸钾、苹果酸钠和苹果酸钾中的至少一种化合物。

6. 根据权利要求1、2、3或4中记载的水解性纤维片,其特征是水溶性无机盐是选自硫酸钠和硫酸钾中的至少一种化合物。

7. 根据权利要求1、2、3或4中记载的水解性纤维片,其特征是水溶性硼酸化合物是选自硼酸和硼砂中的至少一种的化合物。

8. 根据权利要求1、2、3、4、5、6或7中记载的水解性纤维片,其特征是变性聚乙烯醇的皂化度在80%以上。

9. 根据权利要求1、3、4、5、6、7或8中记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的变性度为1.0~10.0摩尔%。

10. 根据权利要求9记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的皂化度为80~98%。

11. 根据权利要求1、3、4、5、6、7或8中记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的变性度为2.0-5.0摩尔%。

12. 根据权利要求 11 记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的皂化度为 86 ~ 98%。

13. 根据权利要求 1、3、4、5、6、7 或 8 记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的变性度为 1.0 ~ 2.0 摩尔%,磺酸变性聚乙烯醇的皂化度为 84 ~ 90%。

14. 根据权利要求 1、3、4、5、6、7 或 8 记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的变性度为 2.0 ~ 3.0 摩尔%,磺酸变性聚乙烯醇的皂化度为 86 ~ 95%。

15. 根据权利要求 1、3、4、5、6、7 或 8 记载的水解性纤维片,其特征是磺酸变性聚乙烯醇的变性度为 3.0-5.0 摩尔%,磺酸变性聚乙烯醇的皂化度为 92 ~ 98%。

说 明 书

含有变性聚乙烯醇的水解性纤维片

本发明是关于通过水流易分散的水解性纤维片。更详细讲，是关于水解性、强度、耐热性及在冷水中的水解性优良的水解性纤维片。

为了擦拭人的屁股等肌肤或为了清扫厕所周围的环境，人们使用了纤维片。这种纤维片，在厕所中可直接随水流抛弃掉，所以优选使用水解性的。然而，在厕所等处随水抛弃时，由于若是水解性不好的，在净化池内分解需要很长时间。而且，存在堵塞厕所等排水管道的危险，一般讲，在用清洁药液湿润的状态下包装起来的纤维片，在含浸清洁药液的状态下，承受擦拭作业，需要足够的强度，而且，在厕所中随水流抛弃时，需要水解掉，因此，需求水解性好，而且具有耐用强度的水解性纤维片。

例如，开发研制出使用聚乙烯醇的水解性纤维片。在特开平 3-292924 号公报中公开了一种在含有聚乙烯醇纤维中浸渍了硼酸水溶液的水解性清扫物品。进而在特开平 6-198778 号公报中公开了一种在含有聚乙烯醇的无纺布中含有硼酸离子及碳酸氢离子的水解性卫生纸巾，这些都利用了硼酸对聚乙烯醇进行交叉结合的性质，通过纤维和纤维扭结制作成纤维片。然而，在制作具有耐用强度的纤维片时，需要大量的粘合剂，即聚乙烯醇。

另一方面，所谓杂货制品，对于输送或保存该制品，大多数是放置在车中或仓库中。这时，在封闭的空间中，温度比外界气温升高。而即使涉及到家庭内保存，认为正值盛夏时制品放置在 40℃ 的环境中。然而，预先将水解性纤维片在湿润状态包装起来，作为制品在市场出售时，当置于高温下，水解性和强度也会显著降低。因此，在这种高温环境下，作为水解性纤维片，最重要的是不丧失水解性和强度，即具有耐热性。然而，上述各公报中公开的水解性清扫物品及水解性无纺布中，

有关物品的耐热性，却没有任何报导。

可是，虽然水温随季节变化，但通常都要低于气温。使用后的纤维片，在厕所等处水流中抛弃时，必须在低温水中，即冷水中水解掉。然而，一般在将聚乙烯醇作粘合剂的水解性纤维片中，水温越高水解性越好，水温越低水解性越差。

本发明的目的是提供一种水解性优良，而且具有耐用强度的纤维片。

本发明的另一目的是提供一种耐热性优良的水解性纤维片。

本发明的再一个目的是提供一种在冷水中的水解性也优良的纤维片。

本发明者们发现使用变性聚乙烯醇的水解性纤维片，具有水解性、强度、耐热性以及在水中优良的水解性。

根据将权利要求 1 或 2 为特征的水解性纤维片，可达到本发明的上述目的和优点。

这些用变性聚乙烯醇作粘合剂的纤维片，即使在清洁药液等中浸渍的状态下，即湿润的状态下也能保持耐擦拭作业用的强度。同样，对于大量的水，纤维片在水中也能呈现出可分散的水解性。

在本发明的纤维片中使用了对水分散性好的纤维。此处所说的对水分散性，具有和水解性相同的意思。就是说具有和大量的水接触能变成碎屑性质。

作为本发明中所用的纤维片中所含的纤维，可以使用天然纤维或化学纤维中的任何一种，或两种纤维。作为天然纤维有木材纸浆，作为化学纤维有再生纤维人造丝，或合成纤维聚丙烯等。也可以将这些作为主体，也可含有木绵等天然纤维、人造丝、聚丙烯、聚乙烯醇、聚酯或聚丙烯腈等合成纤维、由聚乙烯等形成的纸浆及玻璃棉等无机纤维等。

本发明的纤维片中，纤维的秤量(目付)优选为 $20-100\text{g/m}^2$ 。当秤量低于上述下限时，将纤维片作擦拭用使用时，得不到所需要的强度。纤维的秤量很少时，涂敷变性聚乙烯醇时，纤维片显得很硬，接触时的柔软感降低。当秤量大于上述上限时，作为纤维片的柔软性欠缺。而且在

这种情况下形成纤维片时，要大量的变性聚乙烯醇。作为屁股擦拭用和清扫用的擦拭作业的纤维片使用时，就强度和柔软感考虑，纤维秤量为 $30-70\text{g/m}^2$ 者优选。

本发明中的纤维片可以利用通常的干式法，湿式法中任一种方法进行制造。例如，用湿法制造时，将抄纸用的纤维网干燥后，作为粘合剂用丝网等涂敷变性聚乙烯醇。所谓纤维网是指纤维的方向在某种程度上相一致的片状纤维块。在制造的纤维片中通过变性聚乙烯醇强化纤维间的接合。

本发明中的变性聚乙烯醇是含有规定量磺酸基和羧基的乙烯醇系聚合物，把前者叫作磺酸变性聚乙烯醇，把后者叫作羧酸变性聚乙烯醇。以下用X表示含有磺酸基和羧基的单元单位。

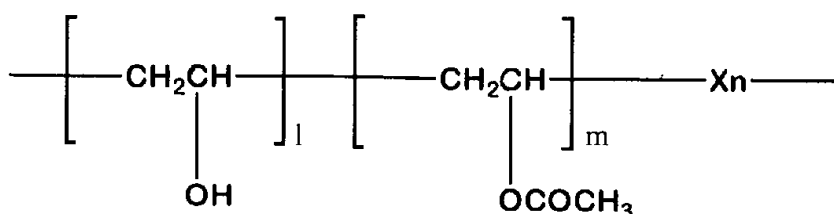
作为具有磺酸基的单体有乙二磺酸、烯丙基磺酸、甲基烯丙基磺酸、2-丙烯酰胺-2-甲基丙丁烷磺酸及其盐等。作为具有磺酸基的化合物有对磺酸苯甲醛及其盐等含有磺酸基的醛类衍生物，可以利用公知的缩醛化反应导入。

作为具有羧基的单体有富马酸、马来酸、衣康酸、马来酸酐、异酞酸酐、偏苯三酸酐(トリメット)、丙烯酸及其盐，以及丙烯酸甲酯等的丙烯酸酯类、甲基丙烯酸甲酯等的甲基丙烯酸酯等。作为具有羧基的化合物有丙烯酸等单体，可以利用公知的迈克尔加成反应导入。

本发明中，从纤维片的水解性及强度考虑，优选是磺酸变性聚乙烯醇。

所谓本发明中所用的变性聚乙烯醇的变性度是在变性聚乙烯醇的共聚物中所含X的摩尔比。在变性聚乙烯醇中对于聚乙烯醇的摩尔当量、醋酸乙烯的摩尔当量及X的摩尔当量的X的摩尔当量。例如，变性聚乙烯醇以化学式1表示时

[化学式 1]



(l是乙烯醇的摩尔当量, m是醋酸乙烯的摩尔当量、 n是X的摩尔当量), 变性度用数学式1表示。

[数学式1]

$$\text{变性度} = \frac{n}{l + m + n} \times 100$$

变性度越高水解性越好。另一方面, 纤维片的强度会降低。因此, 水解性纤维片用于屁股擦拭用和清扫用作业时, 变性聚乙烯醇的变性度优选为 1.0 ~ 10.01 摩尔%, 变性度为 2.0 ~ 5.0 摩尔%更优选。

对于变性聚乙烯醇, 应考虑各种具有皂化度和聚合度的。

关于本发明中所用变性聚乙烯醇的皂化度, 由于随添加化合物和变性聚乙烯醇的变性量而不同, 没有特别限制, 但从体现本发明的效果方面, 皂化度优选为 80 ~ 90 摩尔%。本发明中, 可将特定皂化度的变性聚乙烯醇单独使用, 也可数个并用。当皂化度很小时, 水解性的纤维片强度变弱。即, 作为屁股擦式用或清扫用进行擦拭作业时, 纤维片很容易破裂。另一方面, 皂化度很大时, 强度很好, 但水解性变差了。从水解性和强度考虑, 皂化度为 86 ~ 98% 优选。

本发明中, 变性聚乙烯醇的变性度改变引起最适宜的皂化度发生变化。利用无纺布制作水解性纤维片时, 磺酸变性聚乙烯醇的变性度优选为 1.0 ~ 10.0 摩尔%, 此时, 磺酸变性聚乙烯醇的皂化度优选是 80 ~ 98%。

磺酸变性聚乙烯醇的变性度更优选为 2.0 ~ 5.0 摩尔%, 此时, 磺酸变性聚乙烯醇的皂化度优选为 86 ~ 98%。

磺酸变性聚乙烯醇的变性度为 1.0-2.0 摩尔%时, 磺酸变性聚乙烯醇的皂化度优选为 84 ~ 90%。进而, 磺酸变性聚乙烯醇的变性度为 2.0-3.0 摩尔%时, 磺酸变性聚乙烯醇的皂化度优选为 86 ~ 95%。而磺

酸变性聚乙烯醇的变性度为 3.0-5.0 摩尔%时，磺酸变性聚乙烯醇的皂化度优选为 92 ~ 98%。

另一方面，关于变性聚乙烯醇的聚合度，作为粘均聚合度优选为 100-8000。聚合度低于上述下限时，由于起不到作为强化纤维和纤维接合的粘合剂的作用，纤维片的强度很差。当聚合度大于上述上限时，在制造过程中，粘度过高，对于纤维片会产生涂敷不均匀等不良现象。由于形成硬梆梆触感，而缺乏柔软感的纤维片，所以作为制品难以使用。从水解性纤维片的水解性和柔软感考虑，优选的聚合度为 500-4000，优选的聚合度为 1000-2500。

变性聚乙烯醇的量(涂敷量)，将纤维的重量取为 100g 时，优选为 3 ~ 30g。少于上述下限量时，纤维片的强度降低。高于上述上限量时，纤维片变硬，由于柔软感降低，所以使用感变坏。就水解性和柔软感考虑，优选的聚乙烯醇量，当纤维重量为 100g 时，为 5 ~ 20g。

本发明的水解性纤维片中含有变性聚乙烯醇，同时也可以含有不变性的聚乙烯醇。

以下将涂敷了变性聚乙烯醇的纤维称作变性聚乙烯醇加工纸。

本发明中，由于防止了纤维片在使用前或使用中变性聚乙烯醇溶解于少量水，即，由于防止变性聚乙烯醇的溶解，所以使用水溶性有机盐、水溶性无机盐和/或水溶性硼化合物。

本发明中作为使变性聚乙烯醇盐析，而且水溶性好的物质，可以使用水溶性的有机盐。在有机盐中优选使用羧酸盐。作为羧酸盐优选使用酒石酸钠、酒石酸钾、柠檬酸钠、柠檬酸钾、苹果酸钠和苹果酸钾中的一种或二种以上的羧酸盐。这些盐水溶性很好，且不必担心会对人体产生不好的影响。其中酒石酸盐特别优选，例如可使用酒石酸钠或酒石酸钾。使用酒石酸盐时，纤维片的水解性、强度、耐热性及冷水中的水解性会更佳。

有机盐为羧酸盐，从酒石酸钠、酒石酸钾、柠檬酸钠、柠檬酸钾、苹果酸钠和苹果酸钾中选取时，将变性聚乙烯醇加工纸取为 100g 时，羧酸盐优选含有 2.5 ~ 50.0g。例如，使 100g 纤维浸渍 250g 羧酸盐浓

度为 1.0 重量%以上的水溶液。当羧酸盐低于上述量时，湿润状态下的强度不理想，而且水解性变差。此时，对于纤维片通过增加变性聚乙烯醇的量，可提高其强度。但是，当变性聚乙烯醇的量过多时，纤维片的柔软感会变坏。当将变性聚乙烯醇加工纸取为 100g 时，羧酸盐含 5.0g 以上优选。纤维片中，羧酸盐的含量越高，水解性及强度越好。因此，变性聚乙烯醇的皂化度较低时，可通过增加羧酸盐的量提高水解性纤维片的强度。对于羧酸盐量的上限，没有特殊限制，但对于 100g 纤维浸渍 250g 水溶液时，将羧酸盐的浓度取为 40 重量%，实验结果证实水解性和强度都很好。

对于本发明的纤维片，为提高纤维片的强度，可以使用水溶性无机盐代替配合的上述有机盐。由于无机盐对变性聚乙烯醇能引起盐析反应，所以能防止变性聚乙烯醇溶解于少量水中。只要能产生本发明的效果，任何一种无机盐都无妨。作为无机盐的实例，可举出有硫酸钾、硫酸铵、硫酸锌、硫酸铜、硫酸铁、硫酸镁、硫酸铝、钾明矾、硝酸铵、硝酸钠、硝酸钾、硝酸铝、氯化钠、氯化钾等。就所谓进一步提高纤维片的强度考虑，本发明中优选使用硫酸钾和/或硫酸钠。

将变性聚乙烯醇加工纸取为 100g 时，无机盐的最佳含量为 2.5-50.0g。例如，使 100g 纤维浸渍 250g 浓度为 1.0 重量%以上的无机盐水溶液。

再有，对于本发明的纤维片，为提高纤维片的强度，可以使用水溶性硼化合物取代配合的上述有机盐。由于硼化合物能对变性聚乙烯醇产生交联反应，所以能防止变性聚乙烯醇溶于少量水中。硼化合物优选是选自硼酸和硼砂中的至少一种化合物。将纤维取为 100g 时，这些硼化合物的优选含量范围为 0.25-12.5g。例如，使 100g 纤维浸渍 250g 浓度为 0.1 重量%以上的硼化合物水溶液。

如上所述，为提高纤维片强度而配合的化合物，可以使用从水溶性有机盐、水溶性无机盐和水溶性硼酸化合物中选取的一种化合物，也可以组合 2 种以上使用。

本发明中，对于为提高纤维片强度而配合的化合物，虽将是水溶性

的作为必须条件，但，这是来自于水解性纤维片在使用上的限制，也就是在流动水中必须溶解。因此，在厕所等排水沟的流水中抛弃时，就污水处理和不对排水产生影响，优选是水溶性的。即，并不意味着仅限定为水溶性相当好的。

如上获得的水解性纤维片，即使保存在比通常气温更高的温度下也不会降低水解性和强度。例如在 40℃ 的环境中保存也不会降低水解性和强度。

进而，本发明的纤维片在比通常气温低的冷水中水解性降低很小。例如，在 10℃ 水中的水解性与在 20℃ 水中的水解性几乎没有变化。

在本发明的水解性纤维片中，在不妨碍本发明效果的范围内可以含有其它物质。例如，可以含有表面活性剂、杀菌剂、防腐剂、除臭剂、保湿剂、醇等。将这些物质含在溶解浸含纤维片的羧酸水溶液中对纤维片进行调整。

本发明的水解性纤维片，可以作为擦拭屁股等人体肌肤用的湿式卫生纸使用，也可以作为厕所环境清扫用等使用。将本发明的水解性纤维片作为预先湿润的制品进行包装时，纤维片在不进行干燥下进行密封包装，再出售。

或者，也可以使本发明水解性纤维片在干燥状态下出售。例如，将变性聚乙烯醇涂敷在纤维片上，在溶解了有机盐、无机盐和/或硼化合物的水溶液中浸渍后，进行干燥，也可以将干燥的水解性纤维片，在使用时，与水和药液中浸渍后再使用。

实施例

以下根据实施例更详细地说明本发明，但本发明并不仅限于这些实施例。

实施例 1

作为原料纤维使用 100% 的针叶树漂白牛皮纸浆 (加拿大标准排水度(CSF)试验中的滤水量=740ml)，使用抄纸机(圆网)以湿式抄纸法制造秤量 50g/m² 的纤维片(原纸)，将这种纤维片(原纸)干燥后，以 10g/m² 涂敷量在(原纸)表面上涂敷磺酸变性聚乙烯醇以调整纤维片。作为涂敷

方法，使用丝网(60目)均匀对纤维片(原纸)涂敷聚乙烯醇。涂敷后使用热风干燥机于170℃下进行2分钟干燥。此时所用的磺酸变性聚乙烯醇，变性度为3.0摩尔%，皂化度为93.1%，聚合度为1150。

对于以上述方法获得的调整纤维片，在溶解了酒石酸钠浓度为18.0重量%的水溶液中浸渍，当将变性聚乙烯醇加工纸的重量取为100%时，浸渍量为250重量%。对所得调整的纤维片，在溶解了硫酸钠浓度为12.0重量%的水溶液中进行浸渍，当将变性聚乙烯醇加工纸的重量取为100%时，浸渍量为250重量%。将所得到的各个纤维片作为本发明的实施例进行水解性、湿润强度和耐热性试验。

根据JIS P4501的卫生纸易解试验进行水解性试验，在水温为 20 ± 5 ℃的水流中测定纤维片的易解度(以下单位以秒表示)。

将上述方法所得的纤维片裁切成25mm宽、150mm长作为试样，使用坦锡伦试验机，夹持间隔100mm，以100mm/分拉伸速度测定湿润强度。将此时断裂时的强度(gf)取作湿润强度的试验结果值(以下以g/25mm表示)。

关于耐热性试验，将水解性纤维片封装到聚丙烯制的袋子里，再装入聚乙烯制的容器内，在40℃环境中保存24小时后，用上述方法测定水解性及湿润强度。

冷水中的水解性试验，以JIS P4501的卫生纸易解试验相同的方法，测定水温为10℃水流中纤维片的易解度。

关于比较例，用聚乙烯醇(皂化度88%，重均聚合度为1700的(「PVA-217」クラレ(株)制)取代实施例的磺酸变性聚乙烯醇，采用上述相同的方法制造纤维片。聚乙烯醇的涂敷量，对于纤维为 $10\text{g}/\text{m}^2$ 。调整分别溶解硼砂、硫酸钠、酒石酸钠的水溶液。各自的浓度为0.8重量%、12.0重量%、18.0重量%，将这些水溶液浸渍纤维片，聚乙烯醇加工纸的重量为100%时，调整为250%的量，对于所得纤维片，和实施例一样，进行水解性、湿润强度和耐热性试验。

结果示于表1。

表 1

			(重量%)	水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)	40℃·保存 24 小时后		冷水中的 水解性 (秒)
						水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)	
比 较 例	聚乙 烯醇	硼砂	0.8	182	2511	226	612	320
		硫酸钠	12.0	330	2113	563	1852	540
		酒石酸钠	18.0	132	3121	159	2956	162
	磺酸变 性聚乙 烯醇	酒石酸钠	18.0	63	2430	118	2105	102
		硫酸钠	12.0	95	1874	142	1771	151

从表 1 可知，含有磺酸变性聚乙烯醇的纤维片，即使在 40℃ 下保存 24 小时后，强度降低很少。而且使用水解性磺醇变性聚乙烯醇的纤维片，不仅水解性很好，冷水中的水解性也很好。

实施例 2

和实施例 1 一样调整纤维片(原纸)。作为羧酸盐，分别调整溶解了柠檬酸钠、酒石酸钾、酒石酸钠的水溶液。各自的浓度为 18 重量%。将该水溶液浸渍纤维片，变性聚乙烯醇加工纸的重量为 100% 时，调整为 250% 的量。

对于得到的纤维片，进行水解性、湿润强度、40℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度。测定方法和实施例 1 相同。

进而为观察高温下长期保存的耐热性，将得到的纤维片封装到聚丙烯制的袋子里，再装入聚乙烯性容器内，在 40℃ 环境下保存 7 天后，测定其水解性和湿润强度。测定方法和实施例 1 相同。

作为比较例，用聚乙烯醇取代羧酸变性聚乙烯醇，和实施例 1 中的比较例一样调整纤维片。将得到的调整纤维片，在浓度为 18.0 重量% 溶解了酒石酸钠的水溶液中浸渍，将变性聚乙烯醇加工纸的重量取为 100% 时，调整到 250% 的量。对于得到的纤维片，和实施例一样，进行水解性、湿润强度、40℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，以及 40℃ 下保存 7 天后的水解性和湿润强度测定。

结果示于表 2。

表 2

			(重量%)	水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)	40℃·保存 24 小时后		40℃·保存 7 日后	
						水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)	水解 性(秒)	湿润强度 (g/25mm)
比 较 例	聚乙烯醇	酒石 酸钠	18.0	132	3121	159	2956	> 900	2984
	磺酸变性 聚乙烯醇	酒石 酸钠	18.0	63	2430	118	2105	170	2105

从表中结果可知,含有磺酸变性聚乙烯醇的纤维片, 40℃下保存 7 天后, 与比较例相比, 水解性降低很少。

实施例 3

和实施例 1 一样制造纤维片(原纸)。对纤维片(原纸), 和实施例 1 一样, 涂敷各种磺酸变性聚乙烯醇或羧醇变性聚乙烯醇。各种磺酸变性聚乙烯醇或羧酸变性聚乙烯醇, 各自的变性度、皂化度和聚合度不同。将酒石酸钠溶解于水中调制成浓度 18.0 重量%的水溶液。将各水溶液分别浸渍调整的纤维片, 纤维重量取为 100%时, 浸渍量为 250%。对得到的纤维片进行水解性、湿润强度、40℃下保存 24 小时后的水解性和湿润强度, 以及 40℃下保存 7 天后的水解性和湿润强度测定。测定方法和实施例 2 相同。

作为比较例, 用聚乙烯醇取代羧酸变性聚乙烯醇, 和实施例 1 中的比较例一样调整纤维片。对得到的调整纤维片浸渍浓度为 18.0 重量%的酒石酸钠水溶液, 变性聚乙烯醇加工纸的重量为 100%时, 调整到 250%的量。对得到的纤维片, 和实施例一样, 进行水解性、湿润强度, 40℃下保存 24 小时后的水解性和湿润强度, 以及 40℃下保存 7 天后的水解性和湿润强度测定。

结果示于表 3。

表 3

	变性度 (mol %)	皂化度 (%)	聚合度	水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)	40 ℃·保存 24 小时后		40 ℃·保存 7 日后	
						水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)	水解性 (秒)	湿润强度 (g/25mm)
比较例	0.0	88.0	1700	132	3121	159	2956	> 600	2280
磺 酸 变 性	1.5	82.0	1600	70	1500	114	1215	> 600	1141
	1.5	84.0	1600	114	2200	177	2169	> 600	2141
	1.5	88.0	1600	141	3760	182	3325	> 600	3279
	1.5	91.8	1600	210	> 5000	258	> 5000	> 600	> 5000
	2.0	84.0	1700	25	634	31	591	36	588
	2.0	88.0	1700	54	1747	153	1827	178	1357
	2.0	92.0	1700	126	2861	159	2684	423	2611
	2.5	86.0	1600	32	1435	69	1387	119	1288
	2.5	88.0	1600	40	2105	88	2032	210	1977
	2.5	90.6	1600	49	3021	94	2887	298	2774
	2.5	92.6	1600	53	3920	96	3805	332	3585
	3.0	88.0	1150	30	887	42	845	81	827
	3.0	90.5	1100	43	1225	81	972	160	1225
	3.0	92.2	1150	47	1858	88	1426	180	1177
	3.0	93.1	1100	63	2430	118	2105	191	1955
	3.0	94.1	1150	66	3498	168	2588	195	3130
	3.0	95.5	1150	89	4385	216	3846	468	3616
	4.0	93.4	1200	21	448	45	343	40	415
	4.0	95.0	1200	28	964	51	721	41	977
	4.0	96.8	1200	49	1845	96	1600	180	1545
4.0	97.9	1200	73	4517	138	3948	> 600	4471	
5.0	95.2	1130	41	673	39	673	51	873	
5.0	96.6	1130	42	1252	47	1120	80	1435	
5.0	98.0	1130	83	2130	121	2011	211	1984	
10.0	99.5	1100	32	370	35	383	35	468	
羧 酸 变 性	1.0	80.0	1800	71	1141	149	1069	244	1007
	1.0	84.0	1800	84	2100	259	2040	> 600	1944
	1.0	88.0	1800	139	4328	> 600	4245	> 600	3499
	2.0	82.0	1800	59	1258	110	1145	411	1088
	2.0	88.0	1800	75	2483	170	2263	518	1862
	2.0	90.0	1800	94	3284	291	3047	> 600	2856

[关于图 1]

图 1 中示出了, 在用 2.5 摩尔%变性磺酸变性聚乙烯醇进行实施例 3 的结果中, 40 ℃下保存 24 小时后的水解性和湿润强度, 以及 40 ℃

下保存 7 天后的水解性相对于磺酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

根据图 1，纤维为 100% 纸浆，相对于纤维重量，变性聚乙烯醇的涂敷量为 $10\text{g}/\text{m}^2$ ，纤维片中浸渍的溶液中酒石酸钠浓度为 18 重量%，且，纤维取为 100% 时浸渍量为 250 重量% 的水解性纤维片，将 2.5 摩尔% 变性的磺酸变性聚乙烯醇用作粘合剂的纤维片时，可见以下事实。

在上述条件下，为使 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 24 小时后的水解性结果低于 200 秒，且强度为 $1000\text{g}/25\text{mm}$ ，聚乙烯醇的优选皂化度为 86% 以上。而且，为使 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 7 天后的水解性结果在 400 秒以下，聚乙烯醇的优选皂化度在 91% 以下。因此，此时优选的皂化度为 86 - 91%。

[关于图 2]

图 2 示出了，在使用 3.0 摩尔% 变性的磺酸变性聚乙烯醇进行的实施例 3 的结果中， $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，以及 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 7 天后的水解性相对于磺酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

根据图 2，纤维为 100% 纸浆，变性聚乙烯醇相对于纤维重量的涂敷量为 $10\text{g}/\text{m}^2$ ，纤维片中浸渍的溶液中酒石酸钠的浓度为 18 重量%，且纤维取为 100% 时，浸渍的量为 250% 的水解性纤维片中，在将 2.5 摩尔% 变性的磺酸变性聚乙烯醇用作粘合剂的纤维片时，可见以下事实。

在上述条件下，为使 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 24 小时后的水解性结果低于 200 秒，而且，强度为 $1000\text{g}/25\text{mm}$ 聚乙烯醇的优选皂化度为 90% 以上。而且，为使 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 7 天后的水解性结果在 400 秒以下，聚乙烯醇的优选皂化度为 95% 以下。因此，此时最佳皂化度为 88 - 94%。

[关于图 3]

图 3 示出了在使用 4.0 摩尔% 变性的磺酸变性聚乙烯醇进行实施例 3 的结果中， $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，以及 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存 7 天后的水解性相对于磺酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

根据图 3，纤维为 100% 纸浆，变性聚乙烯醇对于纤维重量的涂敷量为 $10\text{g}/\text{m}^2$ ，在纤维片中浸渍的溶液，酒石酸钠的浓度为 18 重量%，而

且将变性聚乙烯醇加工纸取为 100% 时，浸渍量为 250 重量% 的水解性纤维片中，将 2.5 摩尔% 变性的磺酸变性聚乙烯醇用作粘合剂的纤维片时，可见以下事实。

在上述条件下，为使 40℃ 下保存 24 小时后的水解性结果低于 200 秒，且，强度为 1000g/25mm 的聚乙烯醇的优选皂化度在 95% 以上。而且，40℃ 下保存 7 天后的水解性结果，聚乙烯醇的皂化度为 97% 时，仍在 400 秒以下。

[关于图 4]

图 4 示出了在使用 2.0 摩尔% 变性的羧酸变性聚乙烯醇进行的实施例 3 的结果中，40℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，及 40℃ 下保存 7 天后水解性对于羧酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

根据图 4，纤维为 100% 纸，变性聚乙烯醇对于纤维重量的涂敷量为 $10\text{g}/\text{m}^2$ ，在纤维片中浸渍的溶液中酒石酸钠的浓度为 18 重量%，且将变性聚乙烯醇加工纸取为 100% 时，浸渍量为 250 重量% 的水解性纤维片中，在将 2.5 摩尔% 变性的磺酸变性聚乙烯醇用作粘合剂的纤维片时，可见以下事实。

在上述条件下，为使 40℃ 下保存 24 小时后的水解性结果低于 200 秒，而且，强度为 1000g/25mm 的聚乙烯醇的优选皂化度在 82% 以上。而为使 40℃ 下保存 7 天后的水解性结果低于 400 秒，聚乙烯醇的优选皂化度在 82% 以下。因此，此时优选的皂化度在 82% 以下。

如上所述，本发明的水解性纤维片中，根据变性聚乙烯醇的变性度决定优选的皂化度。但是，变性度和皂化度随纤维的量和所含试剂的种类和量等而变动。因此，为了获得水解性和强度优良的水解性纤维片，必须适当调整变性度和皂化度。

如上所述，本发明的水解性纤维片，即使是湿润状态下，使用中也能保持足够的强度，而且，在使用后浸入大量的水时很容易分解掉。即使在高温下水解性和强度降低也很少。而且，在冷水中，水解性也不产生降低。

图 1 是表示实施例 3 中 40℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强

度，及 40 ℃ 下保存 7 天后的水解性相对于 2.5 摩尔%变性的磺酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

图 2 是表示实施例 3 中，40 ℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，及 40 ℃ 下保存 7 天后的水解性相对于 3.0 摩尔%变性的磺酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

图 3 是表示实施例 3 中，40 ℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，及 40 ℃ 下保存 7 天后的水解性相对于 4.0 摩尔%变性的磺酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

图 4 是表示实施例 3 中，40 ℃ 下保存 24 小时后的水解性和湿润强度，及 40 ℃ 下保存 7 天后的水解性相对于 2.0 摩尔%变性的羧酸变性聚乙烯醇皂化度的关系图线。

说明书附图

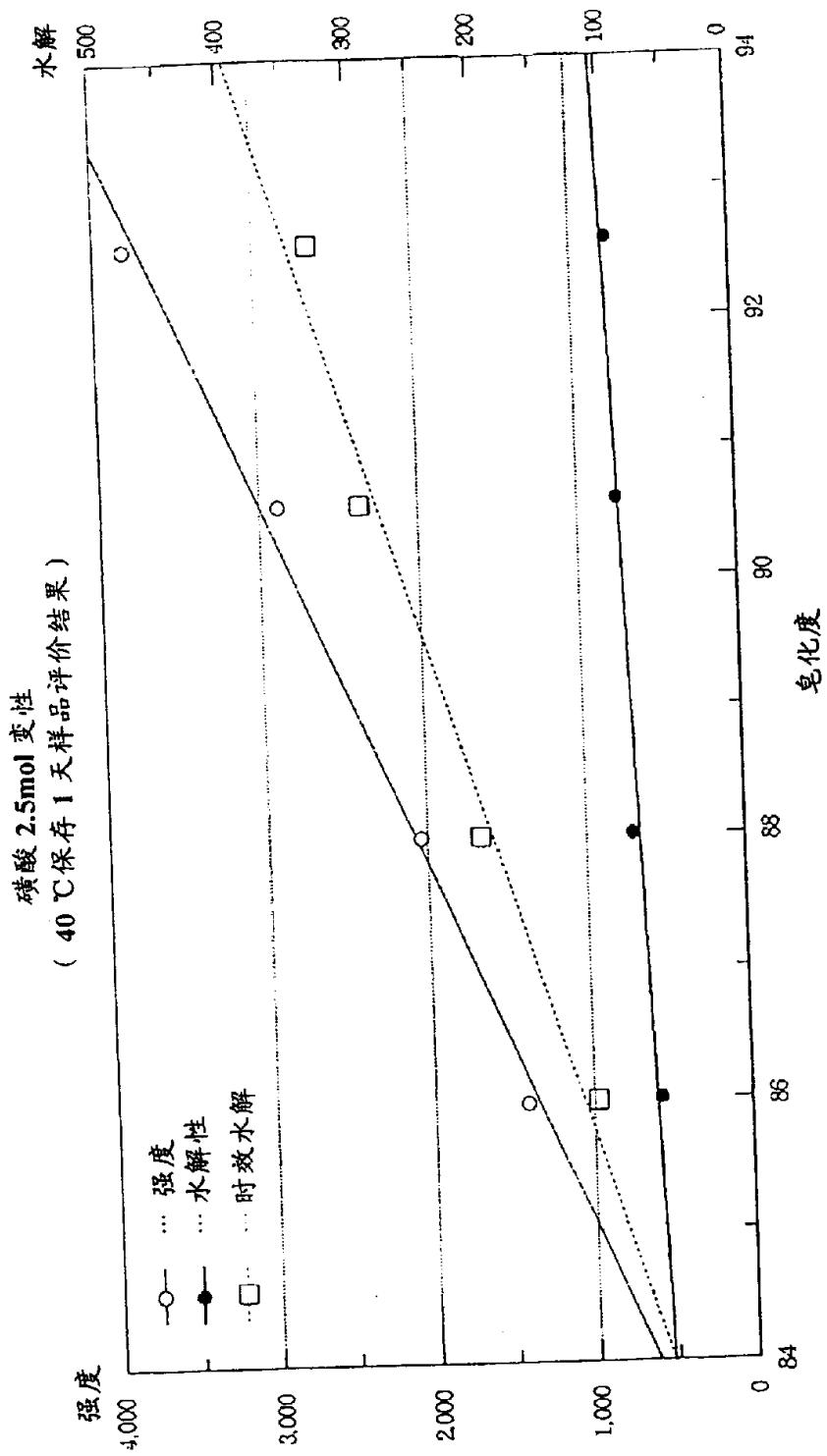


图 1

羧酸 2.0mol 变性
(40℃保存 1 天样品评价结果)

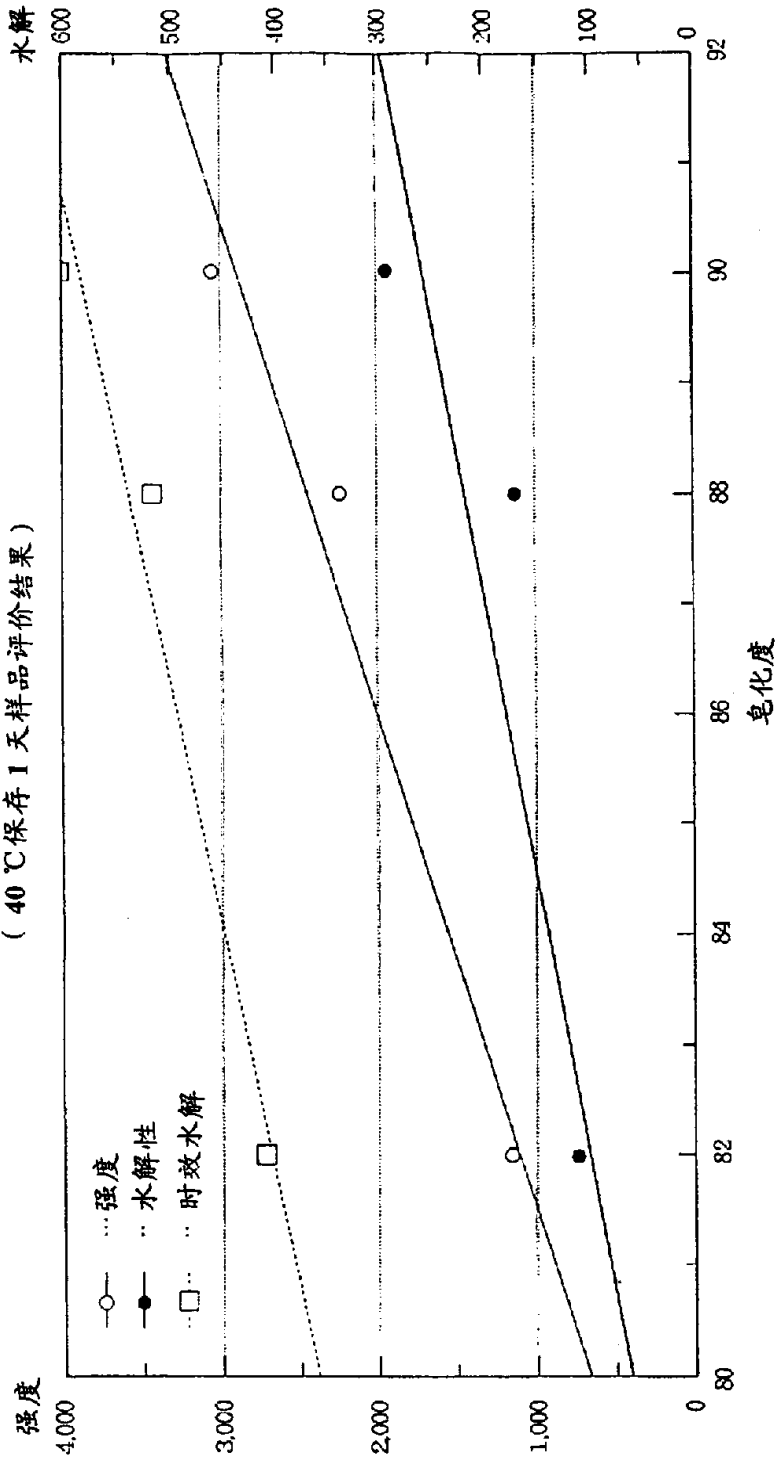


图 4