

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
A61L 15/60 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480022562.0

[45] 授权公告日 2008 年 12 月 10 日

[11] 授权公告号 CN 100441237C

[22] 申请日 2004. 8. 5

[21] 申请号 200480022562.0

[30] 优先权

[32] 2003. 8. 6 [33] US [31] 60/492,820

[86] 国际申请 PCT/US2004/025638 2004. 8. 5

[87] 国际公布 WO2005/014067 英 2005. 2. 17

[85] 进入国家阶段日期 2006. 2. 6

[73] 专利权人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 马塞厄斯·施米特 阿克塞尔·迈耶

布鲁诺·J·厄恩斯佩格

斯蒂芬·A·戈德曼 迈克尔·戴沃

埃德华·尤兰卡

[56] 参考文献

CN5851672A 1998. 12. 22

US5470964A 1995. 11. 28

审查员 杨金辉

[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 42 页

[54] 发明名称

制备经表面处理的吸收胶凝材料的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种通过用处理剂(如涂层剂)处理具有特定含水量的已部分溶胀的吸收胶凝聚合物随后除去至少部分水来制备经表面处理的吸收胶凝材料的方法。从而,所述处理剂典型在聚合物或其一部分上面形成外壳,当聚合物在水中溶胀时,该外壳可延展;因此,当聚合物在液体如水或盐水中溶胀时,该处理外壳或涂层不会破裂,因为该涂层在润湿状态下是可延展的。所述处理剂优选包含弹性聚合材料。本发明还涉及用本发明方法可获得的经表面处理的吸收胶凝材料以及产品,如包含上述材料的一次性吸收制品。

1. 一种制备包含水可溶胀聚合物的经表面处理的吸收胶凝材料的方法，所述方法包括以下步骤：

a) 得到吸收胶凝材料，每克所述吸收胶凝材料包含至少 4 克液体，所述液体典型地为水；

b) 用处理剂处理步骤 a) 中的吸收胶凝材料表面；

c) 与步骤 b) 同时或在步骤 b) 之后，从所述吸收胶凝材料中除去至少一部分水，以得到包含按重量计小于 50% 水分的经表面处理的吸收胶凝材料，其中所述处理剂包括涂层剂，所述涂层剂包括成膜聚合物质或润湿可延展的材料。

2. 一种制备包含水可溶胀聚合物的经表面处理的吸收胶凝材料的方法，所述方法包括以下步骤：

a) 得到吸收胶凝材料，每克所述吸收胶凝材料包含至少 1.0 克水，并且所述吸收胶凝材料具有的 CCRC 为至少 60g/g；

b) 用处理剂处理步骤 a) 中的吸收胶凝材料表面；

c) 与步骤 b) 同时或在步骤 b) 之后，从所述吸收胶凝材料中除去至少一部分水，以得到包含按重量计小于 50% 水分的经表面处理的吸收胶凝材料，其中所述处理剂包括涂层剂，所述涂层剂包括成膜聚合物质或润湿可延展的材料。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其中步骤 a) 中的所述吸收胶凝材料为固态，且选自颗粒、纤维、球体、薄片、立方体、盘状物、板状物和/或附聚物的形式。

4. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其中所述涂层剂包含聚合材料。

5. 如权利要求 4 所述的方法，其中所述涂层剂包含聚合弹性材料，所述聚合弹性材料在润湿状态下具有的断裂伸长率为至少 200%。

6. 如权利要求 5 所述的方法，其中所述涂层剂包含聚合弹性材料，所述聚合弹性材料在润湿状态下具有的断裂拉伸应力为至少 1MPa。

7. 如权利要求 5 或 6 所述的方法，其中所述聚合弹性材料在润湿状态下具有的平均断裂弹性模量为至少约 0.1MPa。

8. 如前述权利要求1或2所述的方法, 其中在步骤 b) 中, 在至少部分所述材料的表面上形成外壳, 所述外壳具有的平均厚度为 $1\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 。

9. 如权利要求1或2所述的方法, 其中通过将吸收胶凝材料或它的前体、水和处理剂混合, 使步骤 a) 和 b) 同时进行。

10. 如权利要求 1 或 2 所述的方法, 其中通过使所述吸收胶凝材料与处理剂的水溶液或含水分散体接触, 通过喷雾, 来实施步骤 b), 或同时实施步骤 a) 和 b)。

11. 如权利要求1或2所述的方法, 其中在步骤 c) 中, 将步骤 b) 中的所得材料置于真空和/或至少 60°C , 但低于 300°C 的温度下至少5分钟或甚至至少30分钟。

12. 如权利要求1或2所述的方法, 其中在所述干燥步骤 c) 之后, 通过温度处理或通过辐射, 使所得经表面处理的水可溶胀聚合物固化。

13. 一种经表面处理的吸收胶凝材料, 所述吸收胶凝材料用如前述任一项权利要求所述的方法得到。

14. 如权利要求13所述的经表面处理的吸收胶凝材料, 所述材料包含涂层剂、天然或合成弹性聚合材料作为处理剂, 所述弹性聚合材料选自天然橡胶、合成橡胶和 35°C 时具有弹性的热塑性弹性体。

15. 如权利要求14所述的经表面处理的吸收胶凝材料, 所述材料包含一种或多种乙烯聚合物、共聚合物和/或嵌段共聚物, 乙烯基化合物多不饱和的单体, 聚氨酯, 聚醚, 聚二甲基硅氧烷和/或蛋白质作为处理剂, 所述物质可任选地被化学取代基接枝和/或(部分)改性。

16. 如权利要求13至15中任一项所述的固体状或颗粒状经表面处理的吸收胶凝材料, 其中涂敷所述处理剂, 使得所述处理剂的存在量为所述材料重量的 0.5% 至 50% 。

17. 如权利要求13至16中任一项所述的经表面处理的吸收胶凝材料, 所述材料具有作为表面处理物的起皱的涂层或外壳。

18. 一种适用于一次性吸收制品中的吸收结构体, 所述吸收结构体包含如权利要求 13 至 17 中任一项所述的经表面处理的吸收胶凝材料。

19. 一次性吸收制品, 所述制品包含如权利要求 13 至 18 中任一项所述的经表面处理的吸收胶凝材料或吸收结构体。

制备经表面处理的吸收胶凝材料的方法

发明领域

本发明涉及一种通过用处理剂（如表面交联剂或涂层剂）处理具有特定含水量的吸收胶凝聚合物随后除去至少部分水来制备经表面处理的吸收胶凝材料的方法。处理剂典型在聚合物或其一部分上面形成外壳，当聚合物在水中溶胀时，该外壳可延展；因此，当聚合物在液体如水或盐水中溶胀时，该处理外壳或涂层剂不会破裂，因为该涂层在润湿状态下是可延展的。所述处理剂优选包含弹性聚合材料。本发明还涉及用本发明方法可获得的经表面处理的吸收胶凝材料以及产品，如包含上述材料的一次性吸收制品。

发明背景

一次性吸收制品（如尿布）的一个重要组成部分是吸收芯结构，该结构包含水可溶胀聚合物、典型地为水凝胶形成的水可溶胀聚合物，也称之为吸收胶凝材料，AGM，或者超吸收聚合物或 SAP。此聚合材料确保在其使用期间，大量的体液如尿液可由该制品吸收并锁住，从而提供较低的再次润湿性和良好的皮肤干燥性。

尤其可用的水可溶胀聚合材料或 SAP 通常通过在存在相对少量的二或多官能团单体如 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、乙二醇二（甲基）丙烯酸酯或三丙烯胺的情况下，由不饱和羧酸或其衍生物如丙烯酸、丙烯酸的碱金属（例如，钠和/或钾）或铵盐、烷基丙烯酸盐等的初始聚合来制备。该二或多官能团单体材料用来轻度交联聚合物链，从而使它们成为水不溶性的，却仍是水可溶胀的。这些轻微交联的吸收性聚合物包含许多连接到聚合物主链上的羧基。通常认为，这些羧基产生使交联的聚合物网络吸收体液的驱动力。

此外，聚合物颗粒通常被处理成在外表面上形成表面交联‘涂层’，以便改进它们的性质，特别为了应用于婴儿尿布中。

可用作吸收构件和制品如一次性尿布中的吸收剂的水可溶胀（水凝胶形成）聚合物需要具有足够高的吸附容量，以及足够高的凝胶强度。吸附容量

需要足够高，以使吸收性聚合物能够吸收使用该吸收制品时遇到的大量含水液体。连同凝胶的其它性质，凝胶强度涉及溶胀的聚合物颗粒在所受应力下变形的趋势，并且凝胶强度需要足够高以能够使颗粒不变形，并不将吸收组件或制品中的毛细空隙空间充满至不可接受的程度，即通常所称的凝胶阻塞。这种凝胶阻塞抑制了流体吸收的速度或流体分配，即一旦发生凝胶阻塞，它就可能基本上阻止流体分配到吸收制品内相对干燥的区域或地方，并且可能在水可溶胀聚合物颗粒完全饱和之前或在液体可扩散或芯吸通过“阻塞的”颗粒进入吸收制品的其余部分之前很久，就从吸收制品中渗漏出来。因此，水可溶胀聚合物（当掺入到吸收结构体或制品中时）保持较高的润湿多孔性，并具有较高的抗变形能力，从而产生流体传输通过溶胀凝胶床的高渗透性是很重要的。

具有相对高渗透性的吸收性聚合物可通过增加内部交联或表面交联程度来制备，其增加该溶胀凝胶抵抗在外部压力（如由穿着者产生的压力）下变形的能力，但这也典型不可取地降低了凝胶的吸收容量。

本发明者发现，通常表面交联的水可溶胀聚合物颗粒受表面交联的‘外壳’束缚，无法充分吸收和溶胀，和/或该外壳不够坚固，无法承受溶胀的应力或与有负载时的性能有关的应力。

本发明者已发现，当聚合物显著溶胀时，本领域所用的水可溶胀聚合物的涂层或外壳（包括表面交联的‘涂层’）破裂，或者当处于溶胀状态一段时间后该‘涂层’破裂。他们还发现，其结果是本领域已知的已涂敷和/或表面交联的水可溶胀聚合物或超吸收材料在使用时显著变形，因此导致在润湿状态下凝胶床的孔隙率和渗透性相对较低。他们发现，这对这种聚合材料的最佳吸收性、液体分配或储存性能是不利的。

因此，本发明者发现，需要包含具有涂层的已涂敷的水可溶胀聚合物的水可溶胀材料，该涂层在润湿状态下可施加力，并且当聚合物在典型的使用条件下在体液中溶胀时基本上不破裂。在本发明的情况下，本发明者已发现，作为体液如尿液的一种良好代表物，可使用按重量计 0.9% 的氯化钠水溶液，还称为“0.9% 盐水”。因此本发明者已发现，需要有已涂敷的水可溶胀材料，其中当材料在 0.9% 盐水中溶胀时，该涂层基本上不破裂。

本发明者最近开发出一种制备新型和改进型经表面处理的吸收胶凝材料的方法，所述材料包含用处理剂如涂层剂或表面交联剂处理的水可溶胀聚

合物，使得当该聚合物的溶胀时，所述处理外壳或涂层可延展并保持完整，即不破裂。本发明者发现，通过将处理剂涂敷在由于吸收液体（如水）而在某种程度上已处于溶胀状态的水可溶胀聚合物上，随后继之以从经处理的聚合物中除去（部分）液体，可获得具有处理外壳或涂层的吸收胶凝材料，当该聚合物在应用中吸收水时，所述处理外壳或涂层可延展，而不会由于聚合物的溶胀，在所述处理外壳或涂层上产生很大的内应力。因此，所得的经表面处理的吸收胶凝材料具有更坚固的表面涂层或外壳，其能更好地经受由聚合物内芯溶胀时产生的应力，这是因为当聚合物内芯中的聚合物溶胀和延展时，所述表面涂层或外壳也可延展。

发明概述

本发明涉及制备包含水可溶胀聚合物的经表面处理的吸收胶凝材料的方法，所述方法包括以下步骤：

获得吸收胶凝材料，每克所述吸收胶凝材料包含至少 4 克液体，例如水；

用处理剂处理步骤 a) 中的吸收胶凝材料表面；

与步骤 b) 同时或在步骤 b) 之后，从所述吸收胶凝材料中除去至少一部分水，以获得包含按所述材料的重量计小于 50% 水分的经表面处理的吸收胶凝材料，

（并任选地包括固化步骤）。

在第二个实施方案中，本发明涉及制备包含水可溶胀聚合物的经表面处理的吸收胶凝材料的方法，所述方法包括以下步骤：

获得吸收胶凝材料，每克所述吸收胶凝材料包含至少 1.0 克水，并且所述吸收胶凝材料具有的 CCRC 为至少 60g/g；

用处理剂处理步骤 a) 中的吸收胶凝材料表面；

与步骤 b) 同时或在步骤 b) 之后，从所述吸收胶凝材料中除去至少一部分水，以获得包含按所述材料的重量计小于 50% 水分的经表面处理的吸收胶凝材料，

（并任选地包括固化步骤）。

当本文中使用时，吸收胶凝材料中所包含的水也可以是水溶液，如本文所述的盐水溶液。如果将水与其它液体混合或水中包含其它组分，则所得

混合物或溶液应通常不以负面的方式显著影响 AGM 的溶胀,如具有高离子强度,并在脱水后将盐留在 AGM 中,从而降低溶胀力。

步骤 a) 中的吸收胶凝材料优选为固态,优选的形式为颗粒、纤维、球体、薄片、立方体、盘状物、板状物和/或附聚物。

在第一个实施方案中,经涂敷的吸收胶凝材料优选具有的 CCRC 值为至少 30g/g,优选至少 40g/g,更优选至少 50g/g,且进一步甚至更优选地,在第一个和第二个实施方案中,吸收胶凝材料具有的 CCRC 值为至少 80g/g,或甚至至少 100g/g。

所述吸收胶凝材料还优选具有极少量的可提取物,这将于下文更详细地描述。

优选地,步骤 a) 中的吸收胶凝材料包含少于 20g/g 的液体例如水,并且在一些优选的实施方案中,所述吸收胶凝材料包含甚至少于约 10g/g 的液体例如水。

优选地,在第二个实施方案中,吸收胶凝材料包含含量为 1.0g/g 至约 20g/g,优选 2g/g,或甚至 4g/g 至约 20g/g,或甚至 10g/g (液体重量/吸收材料重量) 的液体例如水。

例如,处理剂可包含交联剂,使得在所述方法中吸收胶凝材料表面为至少部分表面交联的,并且还任选地在内部被所述试剂交联。处理剂也可包含涂层剂,使得在所述方法中吸收胶凝材料表面被例如聚合弹体材料涂敷,所述聚合弹体材料在润湿状态下优选具有的断裂伸长率(=湿态断裂延展度)为至少 200%,优选至少 500%,更优选至少 1000%,或甚至至少 1100%,和/或在润湿状态下具有的断裂拉伸应力为至少 1MPa,优选至少 3MPa,最优选至少 5MPa。

本发明还涉及可由本发明的任何方法获得的经表面处理的吸收胶凝材料。

优选地,这种由本发明方法获得的材料具有作为表面处理的起皱的涂层或外壳。

本发明还涉及吸收结构体和包含本文经表面处理的吸收胶凝材料的制品。

发明详述

吸收胶凝材料

吸收胶凝材料可以是本领域已知的任何吸收胶凝材料，通常称为 AGM 或 SAP（超吸收聚合物）。

吸收胶凝材料（下文中称为 AGM）典型具有的 CCRC 值（用本文所述方法测定）为至少 30g/g，或甚至至少 60g/g（在本发明第二个实施方案中通常如此），或甚至至少 80g/g，或甚至 100 g/g。

在表面处理时，AGM 包含一定量的水，典型为上文指定的量。

可用于制备本发明方法步骤 a) 中 AGM 的优选 AGM 具有的自由溶胀速率 (FSR) 为至少 0.05g/g/秒，优选至少 0.1g/g/秒，更优选至少 0.2g/g/秒。典型地，本发明方法步骤 a) 中的 AGM 优选具有的自由溶胀速率小于 2g/g/秒。

按照例如 Wiley VCH 出版的 F.L. Buchholz 和 A.T. Graham 的“Modern Super Absorbent Technology”(New York, 1998) 中所定义的比表面评估方法，在形成本方法步骤 a) 中含水 AGM 之前，本文中的 AGM 优选为固体状，具有的比表面积为至少 0.01m²/g，优选至少 0.1m²/g，更优选至少 0.25m²/g。

同样，所得的经表面处理的 AGM 优选为固体状；优选地，AGM 和/或经表面处理的 AGM 为颗粒、薄片、纤维、附聚物颗粒形式；最优选地，经表面处理的 AGM 是颗粒状的已涂敷的 AGM，其具有的质量中值粒径类似于 AGM，仅是在厚度上略有增加，这是由于涂层厚度所致，如本文所指定。

AGM 和经表面处理的 AGM 可为颗粒形式，其具有的粒度范围优选为 10μm 至约 2mm，或甚至至 1mm，优选 40μm 至 1mm。

在本发明的一个实施方案中，AGM 和经表面处理的 AGM 所具有的粒度介于 10μm 和 1200μm 之间，或甚至介于 50μm 和 800μm 之间，并且具有的质量中值粒径介于 100μm 和 600μm 之间。

此外，或在本发明的另一个实施方案中，AGM 和经表面处理的 AGM 包括基本为球形的颗粒。

在本发明的另一个优选实施方案中，本发明的水可溶胀材料还具有较窄的粒径范围，大部分颗粒的粒径介于 50μm 和 800μm 之间，优选介于 100μm 和 500μm 之间，更优选介于 200μm 和 500μm 之间。

AGM 优选为聚合材料，其优选为基本上是水不溶性的。

这些聚合物可在步骤 a) 中已经（轻度）交联，优选为轻度交联的亲水聚合物。虽然这些聚合物通常可为非离子的、阳离子的、两性离子的或阴离子的，但优选的聚合物为阳离子的或阴离子的。尤其优选的是酸性聚合物，其包含多个酸性官能团，如羧酸基团，或它们的盐，优选钠盐。适用于本文的酸性聚合物的实施例包括由可聚合的含酸单体、或包含可在聚合反应后转换成酸性基团的官能团的单体制备的那些。因此，这些单体包括烯烴化不饱和和羧酸和酸酐以及它们的混合物。这些酸性聚合物也可包含不由烯烴化不饱和和单体制备的聚合物。

这些聚合物的实施例也包括多糖基聚合物如羧甲基淀粉和羧甲基纤维素，以及聚（氨基酸）基聚合物如聚（天冬氨酸）。有关聚（氨基酸）吸收性聚合物的描述，参见，例如，1993年9月21日公布的授予 Donachy 等人的美国专利 5,247,068。

本文制备吸收聚合物时，也可包含一些通常微量的非酸性单体。这些非酸性单体可包括，例如，含有以下几类官能团的单体：羧酸酯或磺酸酯、羟基、酰胺基、氨基、腈基、四价铵盐基团和芳基（例如，苯基基团，如衍生自苯乙烯单体的那些）。其它任选非酸性单体包括不饱和烴，如乙烯、丙烯、1-丁烯、丁二烯和异戊二烯。这些非酸性单体是熟知的材料，并且更详细地描述在例如公布于1978年2月28日的美国专利 4,076,663 (Masuda 等人) 和公布于1977年12月13日的美国专利 4,062,817 (Westerman) 中。

可用于本文的烯烴化不饱和羧酸和酸酐单体包括以丙烯酸本身、甲基丙烯酸、 α -氯代丙烯酸、 α -氰基丙烯酸、 β -异丁烯酸（巴豆酸）、 α -苯基丙烯酸、 β -丙烯酰氧基丙酸、山梨酸、 α -氯山梨酸、当归酸、肉桂酸、对氯肉桂酸、 β -硬脂酰丙烯酸、衣康酸、枸橼毒芹酸、中康酸、戊烯二酸、丙烯三甲酸、马来酸、富马酸、三羧基乙烯和马来酸酐为代表的丙烯酸类。

优选的吸收胶凝聚合物包含羧基。这些聚合物包括水解的淀粉-丙烯腈接枝共聚物、部分中和的水解淀粉-丙烯腈接枝共聚物、淀粉-丙烯酸接枝共聚物、部分中和的淀粉-丙烯酸接枝共聚物，水解的乙酸乙烯酯-丙烯酸酯共聚物、水解的丙烯腈或丙烯酰胺共聚物、任何前述共聚物的轻微网状交联聚合物、聚丙烯酸以及聚丙烯酸的轻微网状交联聚合物。这些聚合物可单独使用，或以两种或多种不同聚合物的混合物的形式使用。这些聚合材料的实施

例公开于美国专利 3,661,875、美国专利 4,076,663、美国专利 4,093,776、美国专利 4,666,983 和美国专利 4,734,478 中。

用于制备本文方法步骤 a) 中 AGM 的最优选聚合材料为聚丙烯酸酯/丙烯酸及其衍生物, 优选(轻微)网状交联的聚合物, 部分中和的聚丙烯酸和/或其淀粉衍生物。

部分中和的聚合丙烯酸可优选用于本文方法中。

最优选地, 所述聚合物包含约 50% 至 95%(摩尔百分比), 优选约 75% 的中和(轻度)网状交联聚丙烯酸(即, 聚(丙烯酸钠/丙烯酸))。网状交联使聚合物成为基本水不溶性的, 并且部分决定了该吸收性聚合物的吸收能力和可提取聚合物成分特性。网状交联这些聚合物的方法和典型的网状交联剂更详细地描述于美国专利 4,076,663 中。

可使用任何已知的交联技术, 来形成可用于本文步骤 a) 中的交联 AGM。制备这些聚合物的典型方法描述于 1988 年 4 月 19 日公布的美国重新公布专利 32,649(Brandt 等人)、1987 年 5 月 19 日公布的美国专利 4,666,983 (Tsubakimoto 等人) 和 1986 年 11 月 25 日公布的美国专利 4,625,001 (Tsubakimoto 等人) 中。在聚合过程中, 掺入适当交联单体可影响交联。可供选择地, 聚合物可在聚合反应后通过与合适的反应交联剂反应来交联。

优选在本文方法步骤 b) 中的表面处理之前, 步骤 a) 中的 AGM 就已表面交联。但是应当指出, 在本文方法步骤 a) 中可使用非交联吸收胶凝材料, 并且在步骤 a) 中或在步骤 a) 之后, 可进行(表面)交联以及(或甚至同时)表面处理步骤(不同于交联或表面交联, 如本文所述的涂层步骤)。

在另一个实施方案中, 本文方法步骤 b) 中的表面处理可为表面交联工序, 以处理本方法步骤 a) 中的 AGM 表面, 使其变得表面交联, 如用下文所述方法进行。

还优选对经表面处理的 AGM 进行后处理, 使发生表面交联, 如其中加入(表面)交联剂的固化步骤。

尽管 AGM 优选为一种类型(即均匀的), 但是吸收胶凝材料(聚合物)的混合物也可用于本发明。例如, 淀粉-丙烯酸接枝共聚物和聚丙烯酸的轻微网状交联聚合物的混合物可用于本发明。具有不同物理性质和还任选不同化学性质的(已涂敷)聚合物的混合物也可使用, 例如不同的平均粒径、吸收

容量、吸收速度、SFC 值，如 US 5,714,156 中所公开的，其引入本文以供参考。

在如本发明所述的吸收结构体或制品中，可使用同一种经表面处理的 AGM，从而在整个结构体中或者在结构体的不同部分中，AGM 可以是不同的类型或材料。（同样，如下文所述，经表面处理的 AGM 可在整个结构体或制品中具有相同的浓度，或可以不同的浓度分布于其中；如在结构体或制品中，经表面处理的 AGM 在每容积单元中的量、类型或性质方面具有梯度。）

处理剂

用处理剂处理步骤 a) 中的含水 AGM，以处理含水 AGM 的表面。

例如，所述处理剂可以是（表面）交联剂，其可交联至少一部分存在于含水 AGM 表面上的聚合物。

含水 AGM 也可具有内部交联；然而，在用（表面）交联剂处理表面后，含水 AGM 的表面比内部具有更程度的交联。这可通过本领域已知的方法进行观测，并在下文中举例描述。

表面交联的程度和梯度，可根据 AGM 的尺寸、形状、多孔性以及功能性因素而变化。对颗粒状水凝胶形成吸收性聚合物而言，表面交联可随粒度、多孔性等而变化。

适用于此种目的交联剂是包含至少两种基团的化合物，所述基团可与例如水吸收性聚合物中的羧基形成共价键。适宜的化合物是，例如，二缩水甘油基或多聚缩水甘油基化合物如二缩水甘油基磷酸酯，烷氧基甲硅烷化合物，聚氮丙啶，聚胺或聚酰氨基胺，还可以使用所述化合物与另一种化合物的混合物。尤其可用的表面交联剂是，例如，亚烷基（如乙烯基）二醇二缩水甘油基醚。可使用本领域已知的任何表面交联剂和条件，例如，描述于 1985 年 9 月 17 日公布的美国专利 4,541,871 (Obayashi)、1992 年 10 月 1 日公布的 PCT 申请 WO92/16565 (Stanley)、1990 年 8 月 9 日公布的 PCT 申请 WO90/08789 (Tai)、1993 年 3 月 18 日公布的 PCT 申请 WO93/05080 (Stanley)、1989 年 4 月 25 日公布的美国专利 4,824,901 (Alexander)、1989 年 1 月 17 日公布的美国专利 4,789,861 (Johnson)、1986 年 5 月 6 日公布的美国专利 4,587,308 (Makita)、1988 年 3 月 29 日公布的美国专利 4,734,478 (Tsubakimoto)、1992 年 11 月 17 日公布的美国专利 5,164,459 (Kimura 等人)、

1991年8月29日公布的德国专利申请 4,020,780 (Dahmen)、US 5,140,076 (Harada)、US 6,376,618 B1、US 6,391,451 和 US 6,239,230 (Mitchell)、US 6,150,469 (Harada)、以及 1992年10月21日公布的欧洲专利申请 509,708 (Gartner) 中的那些。

在本发明的一个优选实施方案中，用于步骤 b) 中的(表面)交联处理剂以低扩散速率进入到它们所涂敷的水可溶胀聚合物中。这是确保它们可以保留于所述表面周围，并且不会大幅度提高整体的内部交联度。这可通过在可降低渗入速度的溶剂如丙二醇中混合表面交联剂来达到。

表面处理步骤 b) 还可涉及在步骤 a) 中的含水 AGM 表面上发生聚合作用，通常称作界面聚合。

可通过使用两个单体或低分子量聚合物来典型地进行界面聚合，其中第一个单体 - 化合物 A - 是水溶性的，而另一个单体 - 化合物 B - 不是水溶性的，却可溶解于与水不混溶的溶剂中。第一个化合物 A 与水混合，而化合物 B 与所述溶剂如环己烷混合。在表面处理含水 AGM 之前，将 AGM 或含水 AGM 悬浮于所述溶剂中，并加入水，以达到目标含水量。此外，可在此时或与水同时加入化合物 A，以在水可溶胀聚合物的表面上进行吸收。此时向所述溶剂中加入化合物 B，并在适宜的反应条件如适宜的温度和任选的催化剂下，在水可溶胀聚合物的溶剂/水界面处发生聚合。

选择适宜的化合物 A，所述化合物 A 应优选在化合物 B 不存在时不进一步发生聚合，而在化合物 B 存在时则发生共聚，反之亦然。化合物 A 的实施例是聚乙烯亚胺，化合物 B 的实施例是间苯二酰氯。

在一个高度优选的实施方案中，所述处理剂包含涂层剂。可使用本领域已知的任何用于涂层颗粒如 AGM 的涂层剂。

涂层剂可优选是亲水的(这将于下文更详细地描述)。

所述涂层一旦涂敷在 AGM 上后，优选不是水溶性的。

优选的涂层剂在水中的表面张力减少不会大于 10%，或甚至不超过 5%，如共同未决的申请 EP03014926.4 中所述。

优选以非常细的颗粒或颗粒分散体(非成膜)的形式涂敷涂层剂，如所述颗粒具有的质量中值粒径为 0.1 μm 至 150 μm ，优选 1 μm 至 100 μm ，或在某些实施方案中，甚至为 1 μm 至 50 μm 。

在一个优选的实施方案中，涂层剂包含具有至少两个极性基团，优选至少一个阳离子基团（优选胺基、胍基），最优选至少一个阳离子和至少一个阴离子基团的化合物。

换句话说讲，已发现含阳离子基团的有机化合物尤其可以是或提供永久性的如上所述的涂层剂，当吸收液体（如血液、尿液）时，产生应用时很小的或没有表面张力降低。

此外，优选的涂层剂包含一个或多个以下基团：

N-(2-乙酰胺基)-2-氨基乙烷磺酸、N-(2-乙酰胺基)亚氨基二乙酸、N-乙酰基甘氨酸、β-丙氨酸、羟基乙酸铝、N-脘基甘氨酸、2-氨基乙基磷酸氢盐、2-氨基乙基硫酸氢盐、氨基甲烷磺酸、马来酸、精氨酸、天冬氨酸、丁二酸、硫酸二(1-氨基胍盐)、2-含氧丙酸、二柠檬酸三钙、葡萄糖酸钙、蔗糖酸钙、Calcium-Titriplex[®]、肉毒碱、纤维二糖、瓜氨酸、肌氨酸、二甲基氨基乙酸、三羟甲基氨基甲烷-1,2-二磺酸、乙烯硫酸二铵、果糖、富马酸、半乳糖、葡萄糖胺、葡萄糖酸、谷氨酰胺、2-氨基戊二酸、戊二酸、甘氨酸、双甘氨酸、亚氨基二乙酸、甘油磷酸镁、草酸、四羟基己二酸、牛磺酸、N-甲基-牛磺酸、三-(羟甲基)-氨基甲烷、N-(三(羟甲基)甲基)-2-氨基乙烷磺酸。

高度优选地，所述涂层剂包含成膜聚合材料。

优选的涂层剂包含润湿可延展材料，优选润湿延展性成膜聚物质。

本文优选的润湿延展性（成膜）物质具有的湿断裂延展性为至少 200%，或甚至至少 500%，或甚至至少 800%，或甚至至少 1100%，或甚至至少 1200%，或甚至至少 1600%，或甚至至少 2000%，或甚至至少 2500%，由本文所述的润湿延展性方法限定。

润湿可延展材料优选为弹性聚合物。据信，弹性聚合材料伸展时可提供回复力，从而使该涂层（外壳/层）可在水可溶胀聚合物周围提供切向力，从而将起到类似气球弹性膜的作用，因此有助于提供阻止本发明的水可溶胀材料变形的抵抗力。

应当理解，对本发明而言，在 AGM 溶胀后，润湿可延展材料和涂层剂典型因液体吸收而扩展（润湿状态下）它们的表面积，但体积（基本）不溶胀。因此该润湿可延展聚合材料和涂层剂典型为基本非水可溶胀的。所述润湿可延展材料和/或涂层剂可能优选为非水可溶胀的，这可由例如本文下述

的方法测定。本发明者已发现，在水中基本不溶胀的物质比在水中显著溶胀的物质典型具有更高的润湿延展性。

这实际上意味着当用下文所述的‘聚合材料水可溶胀性能的测定方法’测定时，润湿可延展材料和优选涂层剂优选具有的水可溶胀容量小于 1g/g，或甚至小于 0.5g/g，或甚至小于 0.2g/g，或甚至小于 0.1g/g。

润湿可延展材料（和优选的涂层剂总体）在润湿状态下具有的断裂拉伸应力为至少 1MPa，或甚至至少 3MPa，更优选至少 5MPa。这可用下文所述的润湿张力测试方法来测定。

可用于本文涂层剂中的尤其优选的润湿可延展材料是平均湿断裂弹性模量至少为约 0.1MPa、优选至少约 0.2MPa，更优选至少约 0.5MPa，最优选至少约 1MPa 的物质。典型地，可用于涂层剂中的润湿可延展材料具有的平均湿断裂弹性模量小于 10MPa，优选至少 MPa。可用下文中进一步描述的湿拉伸应力测试方法测定润湿可延展材料的平均湿断裂弹性模量。

应当指出，本发明者已发现，一般来讲通常干态下的润湿延展性或断裂伸长率和湿态下的润湿延展性或断裂伸长率之间没有或几乎没有相关性，并且干态下具有相似断裂润湿延展性的物质在湿态下可具有完全不同的润湿延展性或断裂伸长率；例如，市购自 OMNOVA（地址见下）的苯乙烯-丁二烯弹性聚合物薄膜 Genflo 3056 在干态下具有的延展性或伸长率为 1520%，而在湿态下则仅为 80%（但在 140°C 下固化 2 小时后，其可达到 1280%）。因此，这种物质不能用于本发明中，除非如本文所述进行固化。然而，其它胶乳物质具有适宜的润湿延展性（本身具有或固化后具有），其甚至高于它们在干态下的延展性（如由 OMNOVA 市售的固化后的 GenFlo 3088）。

本文优选的润湿可延展物质、优选聚合弹性物质具有的玻璃化转变温度 T_g 低于 35°C，优选低于 20°C，更优选低于 0°C，最优选在 0°C 至 -60°C 之间（即如本文所述的任选工序固化前的 T_g ）。

所述涂层剂优选使得在本文水可溶胀聚合物上所得的涂层为水可渗透的，但为非水溶性的，且优选非水可分散的。涂层的水渗透性应当足够高，以使已涂敷的 AGM 具有足够高的如上文所定义的自由溶胀速率，优选自由溶胀速率 (FSR) 为至少 0.05g/g/秒，优选至少 0.1g/g/秒，更优选至少 0.2g/g/秒。

本文优选的润湿可延展弹性聚合材料包括天然或合成的弹性聚合材料，优选弹性聚合材料，其选自天然橡胶、合成橡胶和在 35°C 或低于上述温度的任何温度下有弹性的热塑性弹性体聚合物。

优选的聚合物可形成弹性薄膜，所述薄膜是润湿可延展的，但在干燥状态下不会发粘或胶粘。尤其优选的是在干燥状态下不发粘或胶粘但在润湿状态下胶粘或发粘的涂层剂。

可用于本发明涂层剂中的润湿可延展聚合物优选为可自交联的聚合物，即在聚合物网络中形成共价交联以使其具有热固性的聚合物。可供选择地，可将交联剂加入润湿可延展聚合物中，以在活化（如用高温）后引发交联，这将在下文固化步骤 c) 的讨论中叙述。

虽然通常优选在本方法中以一种其润湿可延展聚合物已经由聚合反应制成的方式来涂敷涂层剂，但通常不必总是这样，并且涂层剂也可由可聚合的前体材料形成，并且在制备已涂敷的 AGM（例如步骤 b）的过程中聚合以形成本文的润湿可延展聚合物，如例如通过在水可溶胀聚合物表面上发生界面聚合，或用本领域已知的化学蒸气沉积 (CVD) 使所述前体可聚合材料沉积，随后使它们聚合形成涂层剂的润湿可延展材料。

在一个优选实施方案中，可用于本发明涂层剂中的润湿可延展聚合物是易起反应的，优选此处为羧化的润湿可延展聚合（弹性）材料。

尤其优选的涂层剂包括乙烯的聚合物、共聚合物和/或嵌段共聚物，乙烯基化合物（如苯乙烯、乙酸乙烯酯、乙烯基甲酰胺），多不饱和的单体（如丁二烯、异戊二烯）以及聚氨酯，聚醚，聚二甲基硅氧烷，蛋白质，这些物质可任选地被化学取代基（如羟基或羧化物）接枝和/或部分改性。

可用于本文涂层剂中的高度优选的材料是市售的润湿可延展弹性胶乳物质，如例如 Hystretch、Vinamul、Dur-O-Set Elite、GenFlo 和 AcryGen 系列，特别是 Hystretch V43、Hystretch V60、Hystretch V23、Vinamul 3301、Vinamule Dur-O-Set Elite Ultra、Vinamul Dur-O-Set Elite 21、Rovene 4151、Rovene 5550、GenFlo 3075、GenFlo 3088、GenFlo 3000、Suncryl CP-75、AcryGen DV242DX、AcryGen 1900 D。

Hystretch 是 Noveon Inc., 9911 Brecksville Road, Cleveland, OH 44141 - 3247, USA 的一个商标。Vinamul 和 Dur-O-Set Elite 是 Vinamul Polymers, De Asselen Kuil 20, 6161 RD Geleen, NL 的商标。Rovene 是 Mallard Creek

Polymers, 14700 Mallard Creek Road, Charlotte, NC 28262, USA 的一个商标。GenFlo、AcryGen 和 Suncryl 是 Omnova Solutions Inc., 2990 Gilchrist Road, Akron, OH 44305-4418, USA 的商标。

尤其优选的涂层剂包含表面亲水的弹性胶乳 (SHEL), 其描述于例如 US 4,734,445、US 4,835,211、US 4,785,030、EP 0 799 258 B1 中, 这些专利都引入本文以供参考。这些尤其优选的 SHEL 材料典型包含: (1) 液相, 该液相选自水、可与水混溶的溶剂以及它们的混合物; 和 (2) 分散在液相中的有效量胶乳颗粒。这些颗粒包括弹性疏水的芯和与该弹性芯一体的外层亲水外壳。颗粒的亲水外壳最终转变成由其形成的薄膜的亲水表面, 且还有利地将颗粒以胶体形式稳定在液相中。该外壳包含亲水部分 -X, 其通过连接基团 L- 连接到芯上。当液相被除去时, 颗粒形成具有基本永久性亲水表面的弹性薄膜。SHEL 组合物具有形成有亲水表面和表面亲水性的弹性薄膜所需的性质, 以及其它性质, 如柔韧性、弹性和强度。

润湿可延展材料的其它实施例包括具有润湿延展性能的弹性体材料, 如购自 Tredegar 的 VFE-CD 和购自 Fulflex (Limerick, Ireland) 的 L-86, 或优选购自 Fulflex 的 L-89, 或者更优选的当然是这些材料自身中的一种或多种。

同样, 润湿可延展材料的混合物也存在于涂层剂中。

除了润湿可延展材料之外, 所述涂层剂还包含其它组分, 如以下这些。

用于本文涂层剂中的优选聚合物弹性材料为应变硬化和/或应变结晶的。虽然有一些应变结晶的弹性聚合物, 但也可通过在聚合物中加入或混入一些物质来赋予此性质。因此, 涂层剂可包含能增加润湿可延展材料应变硬化和/或应变结晶的附加组分, 如有机或无机填充剂。无机填充剂的非限制性实施例包括各种水不溶性盐, 和其它 (优选纳米颗粒) 材料, 如例如化学改性的二氧化硅, 也称为活性或半活性二氧化硅, 例如其可用作合成橡胶的填充剂。这些填充剂的实施例为 UltraSil VN3、UltraSil VN3P、UltraSil VN2P、和 UltraSil 7000GR, 购自 Degussa AG, Weißfrauenstraße 9, D-60287 Frankfurt am Main, Germany。

涂层剂和/或润湿可延展材料优选为亲水的, 且特别是表面亲水的。表面亲水性可用本领域技术人员已知的方法来测定。在一个优选的实施方案中, 亲水的涂层剂或润湿可延展材料是可被待吸收的液体 (0.9% 盐水; 尿液)

润湿的材料。它们的特征在于接触角小于 90 度。例如，接触角可用基于视频的接触角测量装置 (Krüss G10 - G1041, 购自 Krüss, Germany) 或用本领域已知的其它方法来测定。

优选地，所得经表面处理的 AGM 也是亲水的。AGM 和经表面处理的 AGM 的亲水性可按共同未决的申请 EP0301496.4 中的描述来测定。

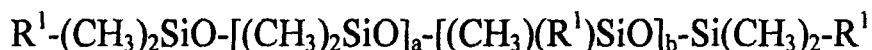
如果润湿可延展材料或涂层剂本身不是亲水的，则可通过用例如表面活性剂、等离子涂层、等离子聚合或本领域技术人员已知的其它亲水表面处理来处理它，使它成为亲水的。

表面活性剂尤其可用于表面处理剂中，如用作润湿剂的涂层组合物，以有利于将涂层剂分散在底物上。当涂层组合物用于处理疏水底物时，优选包含表面活性剂。

可将表面活性剂直接加入到步骤中，如加入到步骤 b) 中，或将其加入到表面处理剂中，或具体地讲加入到涂层剂中。当将表面活性剂用于涂层剂中时，它可按有效量添加以提供或促进涂层组合物的涂敷。如果存在，则按所述表面处理（如涂层）剂的重量计，表面活性剂在试剂中的用量典型为约 0.0001% 至约 60%，优选约 0.001% 至约 35%，更优选约 0.001% 至约 25%。

合适的表面添加剂可选自阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂、两性的表面活性剂、两性离子表面活性剂以及它们的混合物。用于本发明组合物的表面活性剂的非限制性实施例公开于 Allured Publishing Corporation 出版的 McCutcheon 的 Detergents and Emulsifiers, North American edition (1986); McCutcheon 的 Functional Materials, North American Edition (1992); 和美国专利 5,707,950 和 5,576,282; 以及公布于 1975 年 12 月 30 日的 Laughlin 等人的美国专利 3,929,678 中。表面活性剂的非限制性实施例包括非离子和两性表面活性剂，如包括称为窄峰烷基乙氧基化物在内的 C₁₂-C₁₈ 烷基乙氧基化物 (“AE”), 和 C₆-C₁₂ 烷基酚烷氧基化物 (尤其是乙氧基化物和混合的乙氧基/丙氧基), C₁₂-C₁₈ 甜菜碱和磺基甜菜碱 (“磺基甜菜碱”), C₁₀-C₁₈ 氧化胺, 等等。另一类有用的表面活性剂为硅氧烷表面活性剂和/或硅氧烷。它们可单独使用和/或可供选择地与本文所述的烷基乙氧基化物表面活性剂联合使用。硅氧烷表

面活性剂的非限制性实施例，为具有二甲基聚硅氧烷疏水部分和一个或多个亲水聚亚烷基侧链的聚亚烷基氧化物聚硅氧烷，并具有如下通式：



其中 $a+b$ 为约 1 至约 50，而每个 R^1 可相同或不同，并且选自甲基和具有以下通式的聚（环氧乙烷/环氧丙烷）共聚物基团： $-(CH_2)_n O(C_2H_4O)_c(C_3H_6O)_d R^2$ ，其中 n 为 3 或 4；全部 c （对于所有聚亚烷基氧侧基）具有 1 至约 100 的值，可供选择地约 6 至约 100；全部 d 为 0 至约 14；可供选择地 d 为 0；全部 $c+d$ 具有约 5 至约 150 的值，可供选择地约 9 至约 100，且每个 R^2 可以相同或不同，并且选自氢、含有 1 个至 4 个碳原子的烷基，及乙酰基，可供选择地为氢和甲基。每个聚环氧烷聚硅氧烷具有至少一个为聚（环氧乙烷/环氧丙烷）共聚物基团的 R^1 基团。硅氧烷超润湿剂以硅氧烷乙二醇共聚物（例如，Q2-5211 和 Q2-5212）购自 Dow Corning。

可供选择地，可用包含亲水性增强量纳米颗粒的亲水性增强组合物，使表面处理剂成为亲水的。亲水性增强量是指足以使其涂敷的底物更亲水的存在于亲水性增强组合物中的纳米颗粒的量。这个量很容易由本领域的普通技术人员来确定；它基于许多因素，包括但不限于所用的底物、所用的纳米颗粒、所得经表面处理的 AGM 所需的亲水性。

纳米颗粒是主要粒度即直径为纳米数量级的颗粒。即，纳米颗粒的粒径在约 1 纳米至约 750nm 的范围内。粒径在约 2nm 至约 750nm 范围内的纳米颗粒可以经济地生产。纳米颗粒粒径分布的非限制性实施例为属于下列范围的那些：约 2nm 至小于约 750nm，可供选择地约 2nm 至小于约 200nm，并且可供选择地约 2nm 至小于约 150nm。

纳米颗粒的粒径是纳米颗粒的最大直径，并可用本领域已知的任何方法来测定。

多种纳米颗粒的平均粒径可不同于该纳米颗粒的粒径。例如，层状的合成硅酸盐可以具有的平均粒径为约 25nm，而它的粒径分布通常可以在约 10nm 至约 40nm 之间变化。（应当理解，本文所述粒径是针对分散于含水介质中的颗粒而言，并且平均粒径是基于颗粒数目分布的平均值。）纳米颗粒的非限制性实施例可以包括结晶的或非晶形的颗粒，这些颗粒具有的粒径

为约 2nm 至约 750nm。水软铝石氧化铝可具有的平均粒径分布为约 2nm 至 750nm。

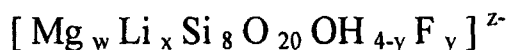
亲水性增强组合物可包含纳米颗粒，然后将所述纳米颗粒直接加入到表面处理剂中或处理过程中，如在步骤 b) 中。

可供选择地，纳米颗粒与其它载体成分如溶剂或分散液一起存在于组合物中；在一个优选的实施方案中，在步骤 b) 中以液体中分散体的形式涂敷纳米颗粒。如果亲水性增强组合物不仅包含纳米颗粒，而且包含其它成分，则优选地，纳米颗粒在亲水性增强组合物的含量按所述组合物的重量计为约 0.0001% 至约 50%，优选 0.001% 至约 20%，或甚至至 15%，更优选约 0.001% 至约 10%。

有机或无机纳米颗粒都可用于亲水性增强组合物中；优选无机纳米颗粒。无机纳米颗粒通常作为氧化物、硅酸盐、碳酸盐和氢氧化物存在。某些层状粘土矿物和无机金属氧化物可以为纳米颗粒的实施例。适用于本发明的分层粘土矿物包括在绿土、高岭土、伊利石、亚氯酸、绿坡缕石和混合的层粘土的地质类别中的那些矿物。属于这些种类的具体粘土的典型实施例为绿土、高岭土、伊利石、亚氯酸、绿坡缕石和混合的层粘土。例如，绿土包括蒙脱石、膨润土、叶蜡石、锂蒙脱石、滑石粉、锌蒙脱石、囊脱石、滑石、贝得石、铬高岭石。高岭土包括高岭石、地开石、珍珠陶土、叶蛇纹石、蠕陶土、多水高岭土、indellite 和温石绒。伊利石包括漂云母、白云母、钠云母、金云母和黑云母以及蛭石。亚氯酸包括绿泥间蛭石、叶绿泥石、片硅铝石、须藤石、叶绿泥石和斜绿泥石。绿坡缕石包括海泡石和 polygorskyte。混合层粘土包括钠板石和黑云母蛭石。这些层状粘土矿物的变体和同构取代体提供了独特的应用。

层状粘土矿物可以是天然存在的或是合成的。涂层组合物一个非限制性实施方案的实施例，使用天然的或合成的锂蒙脱石、蒙脱石和膨润土。另一个实施方案使用市售的锂蒙脱石粘土，并且商业锂蒙脱石的典型来源为购自 Southern Clay Products, Inc., U.S.A 的 LAPONITES™；购自 R. T. Vanderbilt, U.S.A 的 Veegum Pro 和 Veegum F；以及购自 Baroid Division, National Read Comp. U.S.A 的 Barasymms、Macaloids 和 Propaloids。

在本发明的一个优选的实施方案中，纳米颗粒包括合成的锂蒙脱石，硅酸锂镁。一个这样合适的硅酸锂镁为 LAPONITE™，它具有化学式：



其中 $w=3$ 至 6 , $x=0$ 至 3 , $y=0$ 至 4 , $z=12-2w-x$, 且总的负点阵电荷通过抗衡离子进行平衡; 并且其中抗衡离子选自精选的 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Cs^+ 、 Li^+ 、 Mg^{++} 、 Ca^{++} 、 Ba^{++} 、 $\text{N}(\text{CH}_3)_4^+$, 以及它们的混合物。(如果 LAPONITE™ 用阳离子有机化合物进行“改性”, 那么“抗衡离子”会被看作是任何阳离子有机基团 (R))。

其它合适的合成锂蒙脱石包括, 但不限于, 同晶形取代的 LAPONITE™, 诸如 LAPONITE B™、LAPONITE S™、LAPONITE XLS™、LAPONITE RD™、LAPONITE XLG™ 和 LAPONITE RDS™。

纳米颗粒也可以为其它无机材料, 包括无机氧化物, 例如, 但不限于, 氧化钛、二氧化硅、氧化锆、氧化铝、氧化镁, 以及它们的组合。其它合适的无机氧化物包括氧化铝和二氧化硅的各种其它无机氧化物。

在本发明的一个优选的实施方案中, 纳米颗粒包括水软铝石氧化铝 ($[\text{Al}(\text{O})(\text{OH})]_n$), 它是水可分散的无机金属氧化物, 可以被制备成具有多种粒径或粒径范围, 包括平均粒径分布为约 2 nm 至小于或等于约 750 nm 。例如, 商品名为 Disperal P2™ 的平均粒径分布为约 25 nm 的水软铝石氧化铝纳米颗粒和商品名为 Dispal 14N4-25 的平均粒径分布为约 140 nm 的纳米颗粒, 可购自 North American Sasol, Inc。

在本发明的一个优选实施方案中, 纳米颗粒选自二氧化钛、水软铝石氧化铝、氟硅酸钠镁锂, 以及它们的组合。

在亲水性增强组合物中使用纳米颗粒的混合物也在本发明的范围内。

本发明的亲水性增强组合物也可以包括任选成分, 例如载体、表面活性剂和其它辅助成分。合适的载体包括液体、固体和气体。一个优选的载体为水, 可以为蒸馏水、去离子水或自来水。由于水的低成本、实用性、安全性和相容性, 水是有用的。

任选地, 载体也可以包括除了水之外或代替水的低分子量有机溶剂。优选地, 该溶剂高度可溶于水, 例如乙醇、甲醇、丙酮、乙二醇、丙醇、异丙醇, 等等, 以及它们的混合物。低分子量醇可以减小纳米颗粒分布的表面张力, 以提高底物的可润湿性。当底物为疏水底物时, 尤其有用。低分子量醇

也可以有助于使处理过的底物更快干燥。任选的水溶性低分子量溶剂可以任何合适的含量使用。载体可包括任何合适量的组合物，按重量计包括但不限于约 10% 至约 99%，可供选择地约 30% 至约 95% 的所述涂层组合物。

例如，亲水性增强组合物也可包含有机胶乳纳米颗粒，所谓的纳米乳胶。本发明所用的“纳米胶乳”为粒径小于或等于约 750nm 的胶乳。“胶乳”为水不溶性聚合物颗粒的分散体，通常呈球状。纳米胶乳可通过乳液聚合作用来形成。“乳液聚合作用”为利用表面活性剂将胶乳分散进水中以形成稳定的乳液，并继之进行聚合反应的一种方法。典型制造尺寸范围为约 2nm 至约 600nm 的颗粒。当纳米乳胶为润湿可延展材料，如成膜弹性聚合物时，则对本发明而言它们被看作涂层剂，而不是亲水性增强组合物（的一部分）。

涂层剂优选以流体状如熔融物（或所谓的热熔体）、溶液或分散体的形式涂敷。优选水基溶液或分散体。在本发明范围内，以及如本领域所典型使用的，本文所指的胶乳典型以具体胶乳聚合物的水基分散体形式涂敷，其中聚合物胶乳颗粒—典型为球形—悬浮或分散（稳定）在水基液体中。

因此，所述涂层剂也可包含溶剂或分散液，如水、THF（四氢呋喃）、环己烷或能够溶解或分散该润湿可延展材料（例如弹性聚合物）并且基本可蒸发以便形成（干）涂敷外壳或层的其它溶剂或分散液。

优选涂层剂包含按重量计 0% 至 95% 的分散液或溶剂，例如水。优选涂层剂包含按（所述涂层剂）重量计至少 10%，更优选 20% 至 80% 或甚至 30% 至 70% 的润湿可延展材料，剩余的百分比是如本文所述的所述液体和/或填充剂/亲水性助剂、涂布助剂等。

本发明者还发现，为了得到润湿状态下的高延展性，涂敷和随后处理涂层剂的方法可能是重要的。

虽然一些润湿可延展材料本身可能已经具有较高的湿延展性（例如，薄膜例如从分散体中形成后，任选接着在本领域的技术人员已知的足够高以使材料凝聚的中等温度下干燥，（例如这进一步在以下文献中有所说明：Paul A. Steward 等人，Advances in Colloid and Interface Science 86 (2000) 195-267 “Literature Review of polymer latex film formation and properties”）），但它也可用于对所述物质施用如本文所述的固化步骤，如相当于获得与将物质置于 140°C 下 2 小时后典型获得的固化度一样的固化度的条件。

例如，Genflo3056 薄膜本身具有的断裂润湿延展性仅为 80%，但当经历上述固化步骤后，其具有的断裂润湿延展性为 1280%，而 GenFlo 3075 薄膜具有的润湿延展性为 1710%（固化后仅少量增加，为 1730%）。

除了提供如上所述润湿状态下的合适力学性质以外，本发明的优选涂层剂还具有其它需要的性质如耐机械磨损的高抵抗力，以便在加工成吸收制品或结构过程中保存下来，而不显著改变它们的性质。它们还优选为白色且不透明的，并且可另外包含其它例如控制气味、释放香料等的物质。

表面处理方法

本发明方法涉及以下步骤：a) 获得吸收胶凝材料，其中具有所吸收的一定量水，和步骤 b) 用处理剂处理此含水吸收胶凝材料的表面，并且与步骤 b) 同时或在步骤 b) 之后，从所述吸收胶凝材料中除去至少一部分水，以获得含有少于 50% 水分的经表面处理的吸收胶凝材料。

可用任何已知的方法进行步骤 a)，使吸收胶凝材料或其前体吸收水或水溶液。如果使用吸收胶凝材料前体，则在步骤 a) 中不仅发生吸水，而且形成了 AGM。

步骤 a) 和 b) 可同时进行，前提条件是可使吸收胶凝材料在表面处理完成前吸收所需量的水，这是因为表面处理需要在含水的吸收胶凝材料表面上进行。

表面处理步骤 b) 的条件主要取决于此步骤中所用的表面处理剂类型。

然而，在优选的方法中，通过使吸收胶凝材料与处理剂的（水）溶液或（含水）分散体接触，来进行步骤 b)，或使步骤 a) 和 b) 一起进行，例如将上述溶液或分散体喷涂在 AGM 上，或通过使 AGM 与上述溶液或分散体混合，或例如通过使步骤 a) 中的 AGM 和处理剂（如其熔融物、溶液或分散体的形式）混合或附聚；通过在涂层剂（如其熔融物、分散体或溶液）中浸涂步骤 a) 中的 AGM。优选的涂层方法的实施例描述于，例如，US5,840,329 和 US6,387,495 中。例如，步骤 a) 中的 AGM 可为 AGM 凝胶颗粒分散体形式，并且表面处理步骤 b) 可随后在这些凝胶颗粒上直接进行。

在一个优选的方法中，AGM 可悬浮于流化床涂敷机中，如例如 Wurster 涂敷机和另一适宜的搅拌器中，并且将水喷涂在水可溶胀聚合物颗粒上，以

使它们部分溶胀，获得步骤 a) 中的含水 AGM。然后接着进行表面处理工序 b)，例如直接在同一流化床中进行。

其它适宜的搅拌器包括，例如，双转筒搅拌器，所谓的“锯齿形(Zig-Zag)”搅拌器，水平操作的犁铧式搅拌器，Lödige 搅拌器，锥形螺杆搅拌器，或具有共轴旋转叶片的垂直圆柱体搅拌器。

例如，如果表面处理包括表面交联所述 AGM 表面，则可使用本领域已知的任何表面交联剂和条件，例如，如上所述的那些和描述于 1985 年 9 月 17 日公布的美国专利 4,541,871 (Obayashi)、1992 年 10 月 1 日公布的 PCT 申请 WO92/16565 (Stanley)、1990 年 8 月 9 日公布的 PCT 申请 WO90/08789 (Tai)、1993 年 3 月 18 日公布的 PCT 申请 WO93/05080 (Stanley)、1989 年 4 月 25 日公布的美国专利 4,824,901 (Alexander)、1989 年 1 月 17 日公布的美国专利 4,789,861 (Johnson)、1986 年 5 月 6 日公布的美国专利 4,587,308 (Makita)、1988 年 3 月 29 日公布的美国专利 4,734,478 (Tsubakimoto)、1992 年 11 月 17 日公布的美国专利 5,164,459 (Kimura 等人)、1991 年 8 月 29 日公布的德国专利申请 4,020,780 (Dahmen)、US 5,140,076 (Harada)、US 6,376,618 B1、US 6,391,451 和 US 6,239,230 (Mitchell)、US 6,150,469 (Harada)、以及 1992 年 10 月 21 日公布的欧洲专利申请 509,708 (Gartner) 中的那些。

处理剂还可包括可聚合的物质，并且随后在步骤 b) 中使 AGM 表面发生聚合，以使 AGM 上的处理层/或外壳为聚合物层或外壳。可以上述方式进行此步骤。

下面描述涉及界面聚合的高度优选的聚合步骤。

高度优选地，所述处理剂包含涂层剂，并且所述吸收胶凝材料表面被所述涂层剂典型以涂层或外壳的形式涂敷。步骤 a) 中的含水 AGM 可与步骤 b) 中的处理剂干混，或它可混合于为其熔融物或溶液或分散体形式的涂层剂中；还可通过将涂层剂或其熔融物、溶液或分散体喷涂在步骤 a) 中的 AGM 上，来进行此步骤。

在本发明的一个可供选择的实施方案中，步骤 b) 可通过涂敷泡沫状、优选开孔泡沫状的涂层剂，产生多孔涂层来完成。在一个可供选择的实施方案中，涂敷步骤可通过在 AGM 表面形成纤维网状结构来完成，例如，涂敷熔喷微纤维状的涂层剂，使得形成基本相连的涂层（如本文所述）。

如果涂层剂为润湿可延展成膜物质的分散体或溶液形式，如胶乳分散体，还优选随后或在涂敷步骤 b) 之前加入加工助剂（如例如凝聚助剂），以便有助于涂层剂形成良好的薄膜。

所述涂层剂还优选包含（润湿可延展）聚合材料，所述材料在步骤 b) 或 c) 中交联，因此优选在步骤 a)、b) 或 c) 中加入有利于交联的附加组分。

在一个高度优选的方法中，同时进行步骤 a) 和 b)，即涉及典型在充分搅拌下，用弹性聚合材料的含水分散体如胶乳（如本文所述）喷涂 AGM 或将 AGM 浸没或混合于所述弹性聚合材料的含水分散体中的步骤。AGM 将吸收分散体中的水，从而该涂层弹性体聚合物自动地‘转移至’含水 AGM 的表面。可调节 AGM 的量以及水与涂层聚合物的量，使得 AGM 可吸收该分散体中存在的约全部水分，并且达到这一点时，已涂敷的含水 AGM 为凝胶“颗粒”状。所得涂层典型地处于零应变/应力状态。

在步骤 c) 中，从经表面处理的含水 AGM 中除去至少一部分水（以及其它液体，如果存在的话）。这可通过任何已知的方法实现，例如包括干燥方法，如辐射加热、烘箱加热、对流加热、或将已涂敷的聚合物置于真空下并任选地升温、共沸加热，并且例如，它可在用于干燥的常规设备如流化床干燥器中进行。它可在真空下或在惰性气体中进行，例如，以避免氧化。可使用任何温度和任何干燥时间。例如，可在 40°C 至 200°C，或甚至 60°C 至 140°C，或甚至 80°C 至 100°C 的温度下实施干燥步骤任意时间，优选至少 1 小时，或甚至至少 2 小时，或甚至至少 12 小时，或甚至最多 48 小时。

还可用本领域已知的方法，同时或随后固化所得的经表面处理的 AGM。固化步骤典型涉及一个产生进一步增强的或更持续的或更完全外接和/或连接的层/外壳（涂层）的步骤。例如，在固化步骤期间，处理层/外壳可被退火或交联。

干燥步骤可与固化步骤同时进行。然而，干燥步骤优选为单独的步骤，在固化步骤之前进行。

典型地，这种同样也是干燥步骤的固化步骤具有两种所需的主要效果。首先，因为在干燥或固化步骤过程中，大部分存在的液体（如水）将透过涂敷层从已涂敷的水可溶胀聚合物中除去，该涂层将变成水可渗透的，例如在涂层中形成“孔”，其可用于将来使用中液体（尿液）的吸收。其次，涂层本身凝聚形成润湿可延展的、优选弹性的薄膜。

可用任何已知的方法实施固化步骤。典型地,所述固化步骤涉及对经表面处理的 AGM 进行热处理;这可通过,例如辐射加热、烘箱加热、对流加热、或将已涂敷的聚合物置于真空下并任选地升温、共沸加热来进行,并且例如,它可在用于干燥的常规设备如流化床干燥器中进行。

还优选应用真空,或在惰性气体中进行固化或干燥(以避免氧化)。

优选地,热处理涉及在至少 70°C,或甚至至少 80°C,或甚至至少 100°C,或甚至至少 120°C,或甚至至少 130°C,或甚至至少 140°C 的温度下,加热已涂敷的水可溶胀聚合物,并且加热优选至少 5 分钟,或甚至至少 10 分钟,或甚至至少 15 分钟,或甚至至少 30 分钟,或甚至至少 1 小时,或甚至至少 2 小时。优选地,最大温度最多为 300°C,或甚至最多为 250°C,或甚至最多为 200°C。

这种热处理可进行一次,或可反复进行,例如,可以不同的温度反复进行热处理,例如,首先在如上文所述的较低温度如 70°C 或 80°C 至 100°C 下加热例如至少 1 小时,接着在较高温度如 120°C 至 140°C 或甚至最多 300°C 下加热至少 10 分钟,以发生化学反应,如使得涂层剂中的润湿可延展聚合物进一步聚合或交联。

据信,在缓慢的(如,至少 30 分钟或甚至至少 1 小时)的热处理固化步骤过程中,发生通常所称的退火步骤,其中表面处理中的颗粒边界由于共聚体链扩散而开始消失。这将使表面上的颗粒“单元壁”破裂,并且这将形成缠结的聚合物网络。已经发现,这对于所述表面的机械强度是非常重要的,特别是在润湿状态下。如果典型为亲水性且代表聚合物链扩散膜的所述“单元壁”未被破坏,则在浸入水中后,它们可作为芯吸边界层,引起所述薄膜的局部去凝聚化,从而显著弱化所述薄膜。优选地,退火工序(可与干燥步骤同时进行)的温度必须足够高,以引起聚合物链移动,从而“破坏”亲水性单元壁,并且退火工序时间必须足够长,以有足够的时间来进行链扩散和缠结。

优选地,当处理剂包含成膜剂或者包含成膜润湿可延展材料时,固化和/或干燥温度典型高于所述试剂的最低成膜温度(MFFT)。

所得经表面处理的 AGM 优选为固体。此外,有时需要附加工序,如通常所称的硬化步骤,包括,例如,本领域已知的颗粒形成步骤,其包括附聚、挤出、研磨和任选接着筛分来得到所需的粒径分布。这可在步骤 c) 之前、与步骤 c) 同时或在步骤 c) 之后进行。

如果步骤 a) 中的 AGM 是由本文所述的聚合物前体形成的, 则通常需使步骤 a) 或 b) 也涉及加入所需的组分, 以有利于聚合反应和/或交联反应, 以形成所需的 AGM。

该方法也涉及在任何一个步骤中加入其它加工助剂, 如颗粒化助剂、助流剂、干燥助剂。可加入任何本领域已知的助流剂(例如在涂敷步骤之前或过程中, 或优选在如下所述的干燥和/或退火和/或交联步骤(s)中), 已发现, 例如购自 Degussa 的 Aerosil 200 是良好的助流剂。

同样, 在干燥步骤期间机械搅拌润湿的经表面处理的 AGM 是有用的, 如通过搅拌。

高度优选地, 本方法涉及加入有利于在步骤 b) 中形成处理层或外壳的涂布助剂和/或表面活性剂。优选的涂布辅助表面活性剂是上述表面活性剂中的任何一种。

所得的经表面处理的吸收胶凝材料

本发明的所得经表面处理的 AGM 在步骤 c) 后包含按重量计优选小于 50%, 更优选小于 20%, 或甚至小于 10%, 或甚至小于 5% 的水分。优选地, 依照本发明制备的经表面处理的 AGM 是干的; 例如, 按所述材料的重量计, 经表面处理的 AGM 具有的流体存在量为 0.01% 至 5%。

例如, 经表面处理的 AGM 的含水量可用 EDANA 试验号 ERT 430.1-99 (1999 年 2 月) 来测定, 该方法涉及在 105°C 下将经表面处理的 AGM 干燥 3 小时, 然后通过经表面处理的 AGM 干燥后的重量损失来测定含水量。

本发明的经表面处理的 AGM 使其可(至少)在水中溶胀和胶凝, 并且典型地还可在其它水基液体如本文所述的 0.9% 盐水溶液中溶胀和胶凝。

本发明的经表面处理的 AGM 包含经表面处理的 AGM, 从而其在它表面上包含处理层或外壳。按所述经表面处理的 AGM 的重量计, 表面处理层或外壳的存在量优选为 0.5% 至 50%, 更优选 1% 至 30%, 或甚至 1% 至 20%, 或甚至 2% 至 15%。

所得处理层或外壳如涂层优选是薄的和/或优选是均匀的; 优选地, 其具有的平均厚度或厚度在 0.1 微米至 250 微米(微米 = μm = 微米)之间, 更优选 1 微米至 100 微米, 或在某些实施方案中, 甚至为 1 微米至 50 微米或甚至至 20 微米, 或甚至更优选 2 至 15 微米。

处理层或外壳如涂层优选在厚度和形状上是均匀的。优选地，该平均厚度使得最小和最大厚度之比介于 1:5 和 1:1 之间，优选 1:2 至 1:1。

经表面处理的 AGM 也可包含未经表面处理的 AGM。优选地，经表面处理的 AGM 的存在量按（所述经表面处理的和未处理的全部 AGM 的）重量计为至少 20%，更优选介于 50% 和 100% 之间，或甚至介于 80% 和 100% 之间，最优选介于 90% 和 100% 之间。

本发明经表面处理的 AGM 也可包含其它组分，如填充剂、助流剂、加工助剂、抗结块剂、气味控制剂、着色剂等。

经表面处理的 AGM 优选为固体，其包括凝胶、薄片、纤维、附聚物、大块、细粒和微粒、球体和本领域已知的 SAP 或上文所述 AGM 的其它形状。

在本发明的一个实施方案中，本发明经表面处理的 AGM 为自由流动的颗粒形式，所述颗粒具有的质量中值粒径介于 $50\mu\text{m}$ 和 $800\mu\text{m}$ 之间。

此外，或在本发明的另一个实施方案中，经表面处理的 AGM 包括基本为球形的颗粒。

在本发明的另一个优选的实施方案中，本发明经表面处理的 AGM 还具有较窄的粒径范围，大部分颗粒的粒径介于 $50\mu\text{m}$ 和 $600\mu\text{m}$ 之间，优选介于 $100\mu\text{m}$ 和 $500\mu\text{m}$ 之间，更优选介于 $200\mu\text{m}$ 和 $500\mu\text{m}$ 之间。

本发明材料典型为通常所称的芯-壳颗粒状，其中所述 AGM 存在于内部结构或芯内，而处理剂/层在 AGM 周围形成外壳。在本发明的一个优选的实施方案中，处理层/外壳为 AGM（芯）周围基本连续的涂层或外壳，以致当经表面处理的 AGM 在液体中溶胀时，芯内的 AGM 周围受到切向力。

所述处理层或外壳优选为高度水可渗透的，以致可快速地使液体渗透/吸收到经表面处理的 AGM 中（芯中）。

在本发明的另一个优选的实施方案中（或在上面段落中作为可渗透层/外壳的优选特征），所述处理层或外壳是多孔的，并且为由用于水渗透的孔组成的网状结构形式，如举例来说，连接并围绕本文所定义颗粒的纤维网状结构形式。

优选地，所述处理层或外壳是相联的，更优选地，所述处理层或外壳是相联的，并完全围绕所述 AGM。

对本发明而言，所述处理外壳或层优选是相联的，以使得对所述处理层或外壳中的两点 P1 和 P2 而言，至少有一条实线可连接 P1 和 P2 这两点，并且所述实线完全位于涂敷的外壳中。

优选地，处理层或外壳完全围绕水可溶胀聚合物，以使得对位于水可溶胀聚合物中（因此不在涂层外壳或层之上或之中）的每个 P3 点和位于水可溶胀材料之外的每个 P4 点而言，所有连续带将与涂敷的外壳相交，其中所述连续带具有连接 P3 和 P4 且直径为 500 μ m 或优选甚至仅为 100 μ m 的圆形截面。（带定义为具有圆形截面的线条。）

优选地，经表面处理的 AGM 包含两个或多个处理剂层或外壳，这可通过用相同或不同的处理剂，两次或多次处理 AGM 来获得。例如，涂层或外壳可由两层或两涂层包含润湿可延展材料（如本文所述的聚合弹性材料）的涂层剂制成，或它可具有由表面交联物质组成的第一层或外壳，以及由润湿可延展材料组成的第二外壳或层。

由本发明方法制备的尤其优选的经表面处理的 AGM 具有高的吸附容量，该吸附容量由下文所概述的 CCRC 测试方法测定。

由本发明方法制备的尤其优选的经表面处理的 AGM 具有高的液体渗透性，该液体渗透性可由 US 5,599,335、US 5,562,646 和 US 5,669,894 中所公开的 SFC 测试方法测定，这些专利都引入本文以供参考。

此外，由本发明方法制备的尤其优选的经表面处理的 AGM 具有高的润湿多孔性（即，一旦使本发明一定量的经表面处理的 AGM 吸收液体，它就将形成具有一定的润湿多孔性的（水）凝胶或（水）凝胶床），特别是与未涂敷的 AGM 相比时，该润湿多孔性可由 US 5,562,646 中所公开的 PHL 测试方法来测定，所述文献引入本文以供参考；（如果所述经表面处理的 AGM 或 AGM 在不同压力下测试，则用于本测试中的重量应当进行相应地调整）。

与未处理的 AGM 相比，涂层剂的使用优选增加了本文经表面处理的 AGM 的润湿多孔性；优选地，此增加为至少 50%，或甚至至少 100%，或甚至至少 150%（与未涂敷的 AGM 相比）。

由本发明方法制备的最优选的经表面处理的 AGM 具有高的吸附容量和高的渗透性 (SFC) 以及高的润湿多孔性。

优选的吸收结构体和制品

本发明一个实施方案的吸收结构体典型可用于（一次性）吸收制品，如优选唇间制品、卫生巾、紧身短裤衬里，以及优选成人失禁产品、婴儿尿布、尿布和训练裤。

这些优选的吸收制品典型包括一个液体不可透过（但优选气体或水蒸汽可透过）的底片、一个接合到底片上或与底片相结合的液体可透过顶片、以及位于底片和顶片之间的如本发明所述的吸收结构体。上述制品已为本领域所熟知并且全面公开于整个说明书提及的各种文献中，例如在 EP 752 892 中。

典型地，本发明的吸收结构体是用于存储体液的吸收制品的一部分，如吸收制品的存储层。如本领域所已知的，它可直接接触采集层，或在本发明的一个实施方案中，它可与采集层形成一体结构体。在本发明的另一个实施方案中，吸收结构体为用于吸收制品中的采集层。

吸收结构体可包含任何重量含量或浓度的本发明经表面处理的 AGM，但优选地，特别是当吸收结构体用作存储层时，或当吸收结构体包含一个用作存储层的层时，相对于结构体中可能的其它组分，该结构体或层包含大量的本文水可溶胀材料，即按所述结构体或其（存储）层的重量计，优选大于 50% 或甚至大于 70%，或甚至大于 80%，或甚至大于 90% 的本文超吸收材料。

经表面处理的 AGM 可与诸如透气毡材料之类的吸收纤维材料混合，其可提供固定所述水可溶胀材料的底物。然而，优选在吸收结构体中使用相对少量的吸收纤维（纤维素）材料。因此，如果吸收结构体为液体存储层或当吸收结构体包括一个或多个液体存储层时，可能优选的是所述液体结构体或所述液体存储层包含大量的本文超吸收材料和仅非常少量或无吸收（纤维素）纤维，例如优选小于该层的 40% 重量，或甚至按重量计少于 20%，或甚至少于 10% 重量或甚至按重量计少于 5% 的吸收纤维（纤维素）材料，和优选大于 50% 或甚至大于 70% 或甚至大于 80% 或甚至大于 90% 的本文水可溶胀材料。

应当指出，除经表面处理的 AGM 之外，所述制品或结构体还可包含未经表面处理的 AGM。

吸收结构体可包含包裹材料，其包裹的部分含经表面处理的 AGM，所述经表面处理的 AGM 即为所谓的芯部包裹物材料。在一个优选实施方案

中，芯部包裹物材料包括一个顶层和一个离使用者皮肤最远的底层。芯部缠绕材料、顶层或底层可从非织造材料来提供。一种优选的材料是包括纺粘层、熔喷层和另一个纺粘层的所谓 SMS 材料。高度优选的是永久性亲水非织造材料，而且特别是具有耐用亲水涂层的非织造材料。可供选择的优选材料包括 SMMS 结构体。顶层和底层可由两个或多个单独的材料片来提供，或可供选择地它们可由一体的材料片来提供。

优选的非织造材料由合成纤维提供，例如 PE、PET，而最优选 PP。因为用于非织造材料生产中的聚合物本身是疏水的，所以它们优选用亲水涂层来涂敷，如用本领域所已知的纳米颗粒来涂敷。

特别地，永久性亲水非织造材料也可用于吸收制品的其它部分，例如用作顶片或在顶片内。

在本发明的一个优选实施方案中，吸收结构体包含一种包裹材料、本文所述的经表面处理的 AGM、以及一种热塑性材料和/或一个粘合剂层，所述粘合剂层可以是（无吸收的）纤维粘合剂层。

例如，优选的吸收结构体可如下制成：

a) 提供用作包裹材料的底物材料；

b) 将经表面处理的 AGM 沉积在该底物材料的第一表面上，优选图案包括至少一个基本上不含经表面处理的 AGM 的区域，并且包括至少一个包含经表面处理的 AGM 区域的图案，优选使得在具有所述经表面处理的 AGM 的区域之间形成开口；

c) 将热塑性材料沉积在基底材料的第一表面和经表面处理的 AGM 上，使得部分热塑性材料与基底的第一表面直接接触，而部分热塑性材料与经表面处理的 AGM 直接接触；

d) 然后典型通过将底物材料向上折叠或通过在上述部分上再放置另一个底物材料来使上述部分封闭。

本文优选的一次性吸收制品为卫生巾、紧身短裤衬里、成人失禁产品和婴儿尿布或训练或套穿裤，其中用来吸收尿液的制品如成人失禁产品、尿布和训练或套穿裤是本文最优选的制品。

本文优选的制品具有顶片和底片，它们每个都具有前区、后区和位于两者之间的裆区。本发明的吸收结构体典型位于顶片和底片之间。优选的底片

是蒸气可透过而液体不可透过的。优选的顶片材料是至少部分亲水的；优选的也是所谓的开孔顶片。优选地，所述顶片包含护肤组合物，如露剂。

本文优选的尿布或训练裤具有前腰带和后腰带，其中所述前腰带和后腰带每个都具有第一端部和第二端部以及位于这些端部之间的中间部分，并且其中优选这些端部每个都包括一个扣紧系统，将前腰带扣紧到后腰带上，或者其中优选将端部互相连接，并且由些后腰带的中间部分和/或底片的后区和/或底片的裆区包括一个连接构件，优选该连接构件包括选自套环、吊钩、狭槽、狭缝、纽扣、磁铁的第二接合元件。最优选的是吊钩、粘合剂或内聚的第二接合元件。优选的可以是以一种确保它们在特定时刻能够最好接合的方式来提供制品或优选尿布上的接合元件，例如，它们可覆盖有可移除的突出部，当接合元件要接合时该突出部可移除并且当不再需要如上所述的接合时可重新闭合。

本文优选的尿布和训练裤具有一套或多套如本领域所已知的腿弹性部件和/或防渗腿箍。

优选的也可以是顶片具有一个大开口，优选沿其长度方向具有弹性部件，其中直达腰部的材料可进入吸收结构体上方的空隙空间，并且这确保它在此空隙空间内是隔离的，远离使用者的皮肤。

尤其可用于制备本发明步骤 a) 中含水 AGM 的 AGM 制备。

实施例 1.1: 制备球形 AGM 颗粒的方法:

球形 AGM 聚合物颗粒可购自 UMSICHT (Fraunhofer Institut Umwelt-, Sicherheits-, Energietechnik, Oberhausen, Germany), 或按照以下适合的步骤来制备:

将 40g 冰状丙烯酸 (AA) 置于烧杯中，然后将 1712mg 亚甲基双丙烯酸酰胺 (MBAA) 溶于该酸中。独自将 13.224g 固体 NaOH 溶于 58.228g 水中，然后冷却。然后将该 NaOH 溶液缓慢加入丙烯酸中，将所得溶液冷却至 4°C 至 10°C。

在第二个烧杯中，将 400mg 过氧硫酸氢铵 (APS) 和 400mg 偏亚硫酸氢钠混合并溶于 99.2ml 水中。将此溶液也冷却至 4°C 至 10°C。

使用两个相同的蠕动泵，将两种溶液混合并以相同的速度泵送通过一个短静态混合器设备，这之后它们被以单个小滴的形式滴入在加热的约 2m 长玻璃管中的 60°C 至 80°C 热硅氧烷油 (Roth M 50, 目录号为 4212.2) 中。

调节泵送速度，使单个小滴完全沉入管中的油内，同时也避免在混合器内过早聚合。小滴在油中下降的过程中发生聚合反应，然后形成颗粒（胶凝的聚合物小滴），其可被收集在连接到管底部加热的 1 升锥形瓶中。

当滴加完成后，使油冷却，然后将油排干收集所述球体。用异丙醇洗涤除去过量的油，然后将颗粒（球体）暴露在过量异丙醇中 12 至 24 小时进行预干燥。可能需要另外用异丙醇洗涤以除去痕量的硅氧烷油。然后颗粒（球体）在真空烘箱中于 60°C 至 100°C 干燥，直至达到恒重。

MBAA 的量可进行调节，这取决于所得聚合物需要什么性质，例如当使用 0.3% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得水可溶胀聚合物颗粒的 CCRC 为约 50g/g（吸收 0.9% 盐水溶液，用本领域已知和本文所述的方法测量）；当使用 1.0% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得水可溶胀聚合物颗粒的 CCRC 为约 19g/g；当使用 2.0% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得水可溶胀聚合物颗粒的 CCRC 为约 9g/g。

所有化合物均购自 Aldrich Chemicals，并且使用时未经纯化。

实施例 1.2: 制备可用于本文的 AGM 颗粒的方法:

在 300g 冰状丙烯酸 (AA) 中加入适量的芯交联剂（例如亚甲基双丙烯酸酰胺，MBAA）（参见上文），然后在环境温度下使之溶解。在 2500ml 树脂炼聚锅（配有隔膜封口的四颈玻璃塞，适于放入温度计、注射器针头、和任选机械搅拌器）中装入此丙烯酸/交联剂溶液。典型地，加入能够混合整个内容物的磁力搅拌器。计算水的量，使得用于聚合的所有成分的总重量等于 1500g（即 AA 的浓度为 20 w/w-%）。将 300mg 引发剂（“V50”，购自 Waco Chemicals）溶解在大约 20ml 此计算量的去离子水中。将大部分水加入树脂炼聚锅中，然后搅拌该混合物直至单体和水充分混合。然后，将引发剂溶液与所有剩余的水加在一起。将该树脂炼聚锅封住，并且例如通过将两个注射器针头刺入隔膜内来使压力减轻。接着在以约 300RPM 搅拌的同时，通过 80cm 的注射针头用氩气剧烈鼓泡。约 8 分钟后停止搅拌，同时继续用氩气鼓泡。溶液典型在总计 12 至 20 分钟后开始胶凝。此时，在凝胶的表面形成永久性气泡，然后将氩气注射针头上升至高于凝胶表面。以已降低的流速继续用氩气鼓泡。监测温度，典型地，它在一小时内由 20°C 上升至 60°C 至 70°C。一旦温度降至 60°C 以下，则将该炼聚锅移至循环热气炉中，于 60°C 保持 15 至 18 小时。

这之后，使该树脂炼聚锅冷却，然后将所得凝胶取出放入平玻璃盘中。然后用剪刀将该凝胶弄碎或切成小块（例如最大尺寸小于 2mm 的块），然后移至 6 升玻璃烧杯中。将中和聚合物中 75% 酸性基团所需量的 NaOH (50%) 用去离子水稀释至 2.5 升，然后迅速加入该凝胶中。搅拌该凝胶直至所有的液体都被吸收；然后将其盖住并移入 60°C 烘箱中，使之平衡 2 天。

这之后，使该凝胶冷却，然后分到 2 个平玻璃盘中，并移至真空烘箱中，在其中它在 100°C/最大真空度下干燥。一旦凝胶达到恒重（通常 3 天），就使用机械磨（如 IKA 磨）将其研磨，然后筛分得到所需粒径（如 150 - 800 μ m）的 AGM 颗粒。

MBAA 的量可进行调节，这取决于所得聚合物需要什么性质，例如当使用 0.01% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得 AGM 颗粒的 CCRC 为约 90g/g（吸收 0.9% 盐水溶液，用本领域已知和本文所述的方法测量）；当使用 0.03% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得 AGM 颗粒的 CCRC 为约 73g/g；当使用 0.1% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得 AGM 颗粒的 CCRC 为约 56g/g；当使用 2.0% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得 AGM 颗粒的 CCRC 为约 16g/g；当使用 5.0% 摩尔（每摩尔 AA）MBAA 时，所得 AGM 颗粒的 CCRC 为约 8g/g。

（所有化合物均购自 Aldrich Chemicals，并且使用 w/o 纯化。）

实施例 1.3: 表面交联工序:

此实施例演示了在对 AGM 进行本发明的工序 a) 和 b) 之前，所述 AGM 的表面交联，其中所述步骤 b) 不另外包括表面交联步骤，但优选包括涂层步骤（其中所述处理剂为涂层剂）。

使 150ml 玻璃烧杯装配上带塑料叶片的机械搅拌器，并装入 4g 颗粒状干 AGM。以能够在 300RPM 至 500RPM 下得到聚合物良好流化的方式，选择机械搅拌器。在一个 50 μ l 至 200 μ l 注射器中装入含 4% (w/w) Denacol (= 乙二醇二缩水甘油基醚 = EGDGE) 的 1,2-丙二醇溶液；在另一个 300 μ l 注射器中装入去离子水。

该 AGM 以 300RPM 在烧杯中流化，然后在 30 秒内加入表面交联剂。搅拌持续共计三分钟。在持续搅拌的同时，接着在 3 至 5 秒内加入 300 μ l 水，然后在 300RPM 至 500RPM 下再持续搅拌 3 分钟。这之后，将混合物移至玻璃小瓶中，用铝箔密封，然后平衡 1 小时。接着将小瓶移至 140°C

烘箱中，保持在此温度 120 分钟。这之后，使小瓶冷却，取出内容物，并得到表面交联的 AGM。小心用柔和的机械作用将所有的附聚物破碎。将所得表面交联的 AGM 颗粒筛分至需要的粒径，然后用于获得步骤 a) 中的含水 AGM。

以下实施例举例说明了本发明方法中可能的处理步骤 b)。

实施例 2.1: 通过将 AGM 直接混入水基胶乳分散体来提供已涂敷 AGM 的方法 (步骤 a) 和 b) 同时进行):

以下是制备本发明的水可溶胀材料的优选方法，该方法涉及与处理步骤同时使 AGM 溶胀。

选择要涂敷的 AGM、涂敷层和溶胀该水可溶胀聚合物所需水的量。

然后，制备涂层剂的稀释分散体，例如，如本文所述的润湿可延展涂层材料如胶乳的稀释分散体；这通过在搅拌下（例如在玻璃烧杯中使用磁力搅拌器在约 300rpm 下搅拌约 5 分钟）来完成。始终需要注意不要在分散体的表面形成薄膜。典型地，对于胶乳分散体而言，该分散体包含按重量计最多 70% 的润湿可延展聚合物。

为了更好地监测涂敷过程，可将着色颜料加入分散体中，例如新洋红。

然后使用带两个交叉特氟龙叶片的机械搅拌器，搅拌该分散体使得能够看到涡流，在持续搅拌下迅速加入 AGM（颗粒）。一旦 AGM 开始从分散体中吸收水形成步骤 a) 中的含水 AGM（典型约 15 秒后），则该混合物开始胶凝，且涡流最终将消失。然后，当大约所有的游离液体都已被吸收后，停止搅拌，然后可干燥或用本文所述的任何方法后处理所得的已涂敷的 AGM。

实施例 2.2: 提供单独涂敷的水可溶胀材料的方法

本发明的一个可供选择的优选涂敷方法如下：

将含水 AGM（如含水量为 10g 每克 AGM，如 CCRC 为 10g/g）置于优选有一角度（30 至 45 度）的表面上。

将分散体形式的涂层剂成滴（例如使用移液管或喷雾）涂敷在所述聚合物上。以此方法不应形成气泡。

这样在含水 AGM 的表面上形成薄膜。

然后使已涂敷的含水 AGM (颗粒) 在室温下 (20°C) 下或例如在 40 °C/80% 湿度下干燥最多 2 天, 或者例如在烘箱 (如果需要的话, 真空烘箱) 中于低温 (最多 80°C) 下干燥。

接着, 可如本文所述, 对已涂敷的 AGM 进行固化。然后可将它制成所需的形状, 例如颗粒。

实施例 2.3: 可供选择的优选涂敷方法

在另一个优选的方法中, 首先制备含水 AGM 的分散体, 然后将涂层剂加入到其中。

例如, 将 2200 克含水 AGM (200 克 AGM 和 2000 克水; 含水量使例如由上述方法所制备的材料具有的 CCRC 为 10g/g,) 置于容器中, 并加入正庚烷, 直至庚烷位于烧杯中聚合物表面以上约 1mm 至 2mm 处。

使用家用搅拌器 (例如用于抽打奶油的) 以高速混合这些组分。使用例如移液管, 将润湿可延展涂敷材料的水分散体 (例如如上所述的胶乳分散体) 形式的涂层剂加入到装有所述水可溶胀聚合物的烧杯中。持续搅拌该混合物, 避免形成团块。

可将所得材料在表面上涂布成薄层 (例如小于 1cm), 使其风干至少 12 小时或在 (真空) 烘箱 (在最多约 70°C 的任何温度下) 干燥。然后, 通过在 (真空) 烘箱中加热至 140°C 或 150°C, 另外固化干燥已涂敷的 AGM。

在冷却或随后的步骤之后, 所得材料可机械粉碎或筛分至所需要的粒径。

实施例 2.4 通过界面聚合反应对含水 AGM 进行表面处理

以下反应在一个 1 升的槽形树脂炼聚锅中进行, 该炼聚锅配有带特氟龙叶片的 Trubore 机械搅拌器、浸入温度计、和装配有水冷 Friedrichs 冷凝器的 Barrett 型水分接收器。使用数字搅拌电机来控制搅拌速度。所有玻璃对玻璃的连接均使用特氟龙垫片和套管。使用加热套来调节温度。

将 350ml 环己烷加入到该树脂炼聚锅中。然后, 将 0.5 克乳化剂 Span 40 (ICI 脱水山梨糖醇甘油一棕榈酸酯) 加入到环己烷中。

温和搅拌下, 将环己烷加热至约 60°C, 以溶解 Span 40。

然后, 将 10.0 克干的 AGM 加入到环己烷中, 并在约 150rpm 的搅拌速度下分散。在搅拌的同时, 将 40 克蒸馏/去离子水滴加到颗粒悬浮液中。

在所有水均被 AGM 吸收后, 由此获得步骤 a) 中部分溶胀的含水 AGM, 将搅拌速度增加至约 300rpm, 并使部分溶胀的 AGM 的悬浮液平衡约 30 分钟。

通过将 0.10 克聚氮丙啶溶解在 9.90 克蒸馏/去离子水中, 单独制备含 1% 聚氮丙啶 (MW = 600; Polysciences) 的水溶液。

将此溶液滴加到含预溶胀 AGM 悬浮液的树脂炼聚锅中, 并使该混合物平衡 15 分钟。

将 0.26g 从刚开封瓶中获得的间苯二酰氯 (Aldrich) 单独溶解在约 30ml 环己烷中。

在以约 300rpm 速度持续搅拌的同时, 将间苯二酰氯溶液滴加到该混合物中。

使所得混合物在 60°C 保持约两小时, 以实现界面聚合反应。

通过共沸蒸馏 (例如, 如下文所述), 使所得含水的经表面处理的 AGM 脱水 (干燥)。然后过滤脱过水的经表面处理的 AGM, 用热的环己烷淋洗, 以除去残余的 Span 40, 然后在真空和室温下, 进一步干燥约 64 小时。

如果需要, 可通过例如 20 号网筛筛分所得的经表面处理的 AGM, 以除去高度附聚的颗粒。获得 8.1 克筛分过的产物。

实施例 2.5: 优选的干燥和/或固化工序

本发明方法典型地包括干燥步骤和任选的固化步骤。

以下是步骤 b) 中干燥经表面处理的含水 AGM 的优选工序:

将包含液体如水的经表面处理的 AGM 置于表面上, 例如, 它以层状涂布在 Pyrex 玻璃盘内, 其不超过约 1cm 厚。此涂层于约 70°C 干燥至少 12 小时。

如果存在于经表面处理的 AGM 中的液体量已知, 那么通过测量干燥之前和随后干燥之后经表面处理的含水 AGM 的重量, 可确定在所得经表面处理的 AGM 中剩余的水分。典型地, 经表面处理的 AGM 将被干燥至小于 5% (按所述材料的重量计) 的含水量。

经表面处理的 AGM 可随后被固化, 例如在真空烘箱中于 140°C 固化 2 小时。

对于某些类型的处理剂，经表面处理的 AGM 可能形成附聚物。助流剂可在处理步骤之前或过程中加入，或如本领域所已知的，优选在干燥和/或固化步骤过程中加入，例如 Aerosil 200，购自 Degussa。

上述干燥步骤也可通过将经表面处理的含水 AGM 以非常薄的层（例如小于 5mm）涂敷在特氟龙涂敷的网状物上来完成，以便能够通过该层对流。

作为可供选择的方法，包含液体（水）的经表面处理的 AGM 也可在一个步骤中直接干燥和固化，例如将材料置于真空烘箱中于 140 摄氏度干燥 2 小时。

实施例 2.6: 共沸蒸馏和干燥方法

经表面处理的含水 AGM 可在低温下通过从适宜液体如环己烷中共沸蒸馏来干燥或脱水。例如，将所述物质移至 2 升树脂炼聚锅中，该炼聚锅配有带特氟龙叶片的 Trubore 机械搅拌器和数字搅拌电机、浸入温度计、和带有刻度侧臂水冷冷凝器的 Barrett 型水分接收器。将大约一升环己烷加入到该树脂炼聚锅中。搅拌的同时，使用加热套来升高被搅拌的环己烷/凝胶体系的温度以便回流。持续回流，直至体系的温度达到环己烷的沸点（近似 80°C），并且仅最少附加量的水被递送至侧臂。冷却体系，然后过滤得到脱水或干燥的本发明经表面处理的 AGM，其可于室温（20°C）在真空下进行整夜干燥。

本文所用的试验方法:

（除非另外指出，得到本文参数值的每个测试均进行 3 遍以得到 3 个值的平均值）。

水可溶胀材料的圆柱离心保留容量测定

此测定用于测量当 AGM 或经表面处理的 AGM 受到离心力时，本文所用 AGM 或经表面处理的 AGM（“样品”）的盐水溶液保留容量（并且当还向所述材料施用各种力时，这是应用时聚合物吸收容量维持能力的指征）。

首先，如下制备盐水溶液：称量 18.00g 氯化钠，并加入到一个两升的容量瓶中，然后在搅拌下用 2 升去离子水定容，直至所有氯化钠溶解。

在一个最小 5cm 深且足够大以致能容纳四个离心机圆柱的盘子中，装入部分盐水溶液，使得液面最多 40mm (3mm) 高。

在单独的圆柱中测试每个样品，并且每个待用圆柱在装入任何样品之前，进行称重，精确至 0.01g。每个圆柱具有非常细的网状底部，以使液体可从圆柱中流出（但可保留 AGM 或经表面处理的 AGM）。

对每次测量，同时进行两个平行测试；因此，总是如下制备两个样品：

称量 1.0g 待测试的 AGM 或经表面处理的 AGM，精确至 0.005g（这是‘样品’），然后将样品转移至一个空的称过重的圆柱中。（对平行样品重复此操作。）

在将样品转移至圆柱中后，立即将装好的圆柱中放置于装有盐水溶液的盘中（圆柱不应互相靠着或靠着盘壁放置）。

15 分钟 ($\pm 30s$) 后，从盘中取出圆柱，使圆柱中的盐水溶液流干；然后将圆柱重新放到盘中，再放置 15 分钟。在总浸泡时间为 2×15 分钟 = 30 分钟后，从溶液中取出圆柱，并使排掉圆柱中过量的水，然后将含有样品的圆柱放置在圆柱架上，并放入离心杯中，使两个平行样品位于相对的位置。

所用的离心机可以是任何配备有离心杯的离心机，所述离心杯与圆柱和圆柱架相配，可俘获圆柱中排出的液体，并能够递送 250G ($\pm 5G$) 的离心加速度，所述离心加速度施加于位于圆柱架底部上的物质（如对内径为 264mm，速度为 1300rpm）。适宜的离心机是 Heraeus Megafuge 1.0 VWR # 5211560。设置离心机，以获得 250G 的离心加速度。对于 Heraeus Megafuge 1.0 而言，离心机设置为 1300rpm。

将样品在 250G ($\pm 10 s$) 下离心 3 分钟。

从离心机上取下圆柱，并称量至精确到 0.01g。

对每个样品 (i)，圆柱离心保留容量 W_i 表示成每克水可溶胀聚合物所吸收的盐水溶液克数，计算如下：

$$w_i = \frac{m_{CS} - (m_{Cb} + m_S)}{m_S} \left[\frac{g}{g} \right]$$

式中：

m_{CS} : 是离心后含样品的圆柱质量 [g]

m_{Cb} : 是不含样品的干圆柱质量 [g]

m_S : 是不含盐水溶液样品质量 [g]

然后, 计算两个 W_i 值 (即样品及其平行样品) 的平均值 (精确到 0.01g/g), 并且这就是本文所称的 CCRC。

盐水流动传导率 (SFC)

渗透性的测量和多孔性的指示可通过如 1996 年 10 月 8 日公布的美国专利 5,562,646 (Goldman 等人) 中所述的 AGM 或经表面处理的 AGM 凝胶床的盐水流动传导性来提供, (但此测试中使用 0.9% NaCl 溶液)。

可提取物或可提取聚合物值

用于本发明的尤其优选的 AGM 的另一个重要特性是存在于其中的可萃聚合物材料或可提取物的含量。EP-A-752 892 中详细公开和说明了可萃取性聚合物含量仍合格的评价和说明。通常, 可萃取量应该尽可能低, 并且其越低, 可萃取材料可引起的不良反应越弱。按所述 AGM 的重量计, 优选可提取物的含量小于 10%, 或甚至小于 5% 或甚至小于 3%, 或甚至小于 1% (1 小时测试所得的值)。

测定本文 AGM 或经表面处理的 AGM 的自由溶胀速率的方法

此方法用来测定本文 AGM 或经表面处理的 AGM 在 0.9% 盐水溶液中无搅拌或围压时的溶胀速率。记录吸收一定量液体所花费的时间, 并记录每克 AGM 或经表面处理的 AGM 每秒所吸收流体 (0.9% 盐水) 的克数, 例如 g/g/秒。

通常将 9.0 克 NaCl 加入到 1000ml 蒸馏去离子水中来制备盐水溶液, 搅拌此溶液直至所有 NaCl 都溶解。

称量 1.0 克样品材料 (精确到 0.0001g), 并均匀置于 25ml 烧杯的底部; 然后将 20ml 盐水溶液 (同样在 23°C) 迅速加入到含有样品的烧杯中, 并启动计时器。

当最后一部分未扰动的流体表面与溶胀样品接触时 (如由流体表面的光反射来判断), 记录时间 t_s 。

将此测试重复两次, 获得 3 个值。

然后可计算每一样品的自由溶胀速率, 并取平均以获得本文所称的自由溶胀速率 (如在 t_s 内 1.0 克水可溶胀材料可吸收 20 克水)。

制备涂层剂的薄膜

为了将用作本文处理剂（在本发明工序 b）中）的涂层剂用于以下测试方法中，需要得到所述涂层剂（或如上文所述的其润湿可延展聚合材料）的薄膜。

制备薄膜的方法是本领域的技术人员通常已知的，并且典型地包括将涂层剂层状涂敷在扁平的底物上，形成涂层剂薄膜，并固化该薄膜，然后接着将该薄膜从底物上轻轻地取下。然后，使这些薄膜经受下文的测试方法。

在下文概述的测试方法中，可用于进行测定的薄膜厚度为约 100 μm 至约 600 μm 。进行测定的薄膜的优选平均厚度为约 400 μm 。

由润湿可延展聚合材料制备本文薄膜的一个实施例：

可通过由所述润湿可延展聚合物的溶液或分散体来注塑薄膜，从而制备聚合物膜。通常通过按重量计以 20% 含量将所述聚合物溶解或分散在适宜液体或溶剂如水中，来制备溶液，或者如果这不可能，则在 THF（四氢呋喃）中，或者这不可能，则在二甲基甲酰胺中，或者如果这也不可能，则在甲基乙基酮中，或者如果这不可能，则在二氯甲烷中，或者如果这不可能，则在甲苯中，或者如果这不可能，则在环己烷中。（如果这些溶液或分散体都无法形成，则使用以下的热熔融挤出方法）。

接下来，把分散体或溶液倒入特氟龙船形器皿中，然后使溶剂在高于该聚合物的最低成膜温度的温度（典型地约 35 $^{\circ}\text{C}$ ）下蒸发较长一段时间，例如在至少 48 小时，或甚至最多 7 天的时间内。对于干燥，干燥过程中通过覆盖干燥中的薄膜以减慢蒸发是很重要的，例如使用铝箔。如果液体含量高于 5%，则接着将该薄膜在真空烘箱中于 25 $^{\circ}\text{C}$ 下放置 6 个小时以除去剩余溶剂，确保除去所有剩余的溶剂。

制备本文热熔融挤出薄膜的方法如下：

如果溶剂注塑方法不可能，则可使用旋转单螺杆挤出成套设置，在能够进行挤出的温度下操作，由热熔体挤出本文薄膜。例如，如果涂层剂或材料的具有熔融温度 T_m ，那么挤出应当在高于该聚合物的所述 T_m 至少 20 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下进行。如果涂层剂或润湿可延展材料是非晶形的（即聚合物没有 T_m ），则可使用恒剪切粘度测定法来确定该聚合物有序至无序的转折点，或粘度显著下降的温度。挤出温度应当低于该材料或涂层剂的分解温度。

薄膜的固化：

接着, 通过将薄膜置于(真空)烘箱中, 在 140°C 下进行 2 小时, 使由任何成膜方法或例如上述方法获得的薄膜固化。

润湿延展性测试和润湿拉伸测试:

使用本测试方法, 通过向扁平的样品施加单轴向应变, 并测量伸长该样品所需要的力, 来测定本文所用的优选聚合成膜处理(即涂层)剂薄膜的润湿延展性和拉伸特性。用于测试的薄膜可通过上述方法制备。

进行该测试的一个优选设备是带有 100 牛顿测力传感器和 Zwick testXpert 软件的 ZWICK 型 Z 1.0/TH1S 张力检验器, 购自 Zwick GmbH & Co, August-Nagel-Str. 11, 89079 Ulm, Germany。此设备测量伸展的恒定速率, 其中牵引夹具匀速移动, 而测力的机械装置随着力的增加移动的距离可以忽略不计(小于 0.13mm)。所述夹具是马达驱动的, 并且传送距离为至少约 1m。必须选择测力传感器, 使得测试样品的所得力在该测力传感器载量或所用负荷范围的 10% 至 90% 之间。

张力检验器具有的矩形平面夹具在拉力横向上宽约 6cm, 在拉动横向上长 3cm。所述夹具是气动的, 具有的气压为约 400 至 600kPa(4 至 6 巴)。所述夹具需要牢牢地夹住测试样品, 以使测试样品在测试过程中不会滑出夹具, 但有需足够小心, 以使样品不致因为夹具过高的压力而损坏。

张力检验器必须依照厂商的使用说明来校准。

在 50% 相对湿度 (+/- 2%) 和 23°C (+/- 2°C) 的标准实验室条件下, 进行测试。

通过本领域技术人员已知的成膜方法, 可获得和/或例证适于测试的聚合物膜。如果本方法实施方案涉及固化步骤, 并且所得水可溶胀材料是由涉及固化步骤的方法所得, 则如上文所述, 使用于此测试方法中的薄膜固化(在 140°C 的温度下固化 2 小时)。

适于测试的薄膜平均厚度在约 100 至 600 微米之间, 本文的平均厚度优选为约 400 微米, 最小厚度为 100 微米, 而最大厚度为 700 微米。典型用低压测径规在样品的 3 个不同区域测定样品的厚度, 并取平均值, 如压力为约 620Pa (0.09psi) 的 Mitutoyo 测径规, 可精确至 0.001mm。

将如上文所述已获得的聚合物膜切成 10mm 宽且至少 50mm 长的矩形样品。需要用非常锋利的切割器如精密样品切割器, 来切割样品。所用的

典型设备是 Sample Cutter IDEAL 1036 A, 购自 Ideal-Werk, Balingen, Germany.

使薄膜样品基本上无可见的缺陷如气泡、洞、杂质、切口并且具有锐利且基本上无缺陷的边缘,是重要的。使样品在上述实验室条件下平衡 2 小时。

然后,使用标准实验室标度盘,称量切割样品,精确至 0.001g,并记录干样品的重量。在上文指定的实验室温度下,使切割样品在去离子水中浸没约 2.5 小时,得到润湿的样品。吸收后,将样品从水中取出,并轻轻地吸走多余的水。然后再次称量润湿样品的重量。

如下确定样品的吸水率:

吸水率(以 g/g 为单位) = (润湿样品重量 [g] - 干样品重量 [g]) / 干样品重量 [g]。

所测定的吸水率称作薄膜样品的溶胀容量。

用指定的设备测量润湿样品的薄膜平均厚度、长度和宽度;然后将所述样品直接用于拉伸测试。

然后,启动张力检验器软件,并按以下测试条件设定参数:

参数	设置
标距 (= 夹具距夹具的距离)	10mm
测试期间的十字头速度 (= 恒应变速率)	100mm/min
预载 (无保压时间)	0.05N
预载速度	10mm/min
预载后零点力	是
破裂检测器	峰值力 (Fmax) 的 80%
最大应变	10000%
样品形状	扁平样品

程序应至少记录以下数据:

拉伸曲线上的应变百分比 (%) 和应变处以 MPa 为单位的应力(在步骤中不大于绝对应变的 5%)

断裂伸长率百分比 (%)

断裂时的应力百分比 (%)

样品尺寸, 标距

由于测试是在润湿样品上进行的，所以对于本发明而言，断裂伸长率被称为断裂湿态伸长率，而断裂时的拉伸应力被称为断裂湿应力。

在断裂那一刻，断裂湿态伸长率 (%) 是本文所用的湿延展性 (%)。

校准检验器，并将测力传感器的力设置为零。将薄膜样品的一端插入到固定夹具中，然后将夹具闭合。将薄膜样品的另一端插入到移动夹具中，然后将夹具闭合，使用足够的张力以消除任何松弛，但测力传感器上的力小于 0.05N。

启动张力检验器，并收集上述数据（如厂商的使用说明中所述）。

运行仪器，直至整个样品断裂。如果薄膜样品在夹具边界处断裂，则应放弃此次测试。

为测定本文所用的润湿延展性和拉伸应力，应对每个涂层剂测试最少 3 个样品，以获得 3 个样品的平均值，如 3 个样品的平均润湿延展性本文称为‘润湿延展性’，其应为至少 200%。

为测定平均断裂弹性模量，测定用上述方法测定的润湿拉伸曲线，并如下确定平均弹性模量：

平均湿断裂弹性模量 = 湿断裂应力/湿断裂伸长率

参考文献

除非本文特别提出，使用得自以下标准测试方法的通用条件

EDANA ERT 20.2-99 “Nonwoven Tensile Strength”

ASTM D 76-99 “Standard Specification for Tensile Testing Machines for Textiles”

ASTM D 1566-00 b “Standard Terminology Relating to Rubber”

ISO 9073-3 : 1969 “Determination of Tensile Strength and Elongation”

定义：

预载：此程序通过寻找第一个所测负载（力）超过输入预载（在此方法中为 0.05N）处的点，并将此点处的伸长值赋为零，来补偿负载时样品中可能存在的松弛。

断裂灵敏度：实时断裂检测的断裂灵敏度是用于定义样品断裂时的峰值负载百分比。

断裂点：为进行计算，断裂点定义为峰值负载后，负载按给定峰值百分比下降处的第一个点。

伸长率 %：十字头的移动距离除以标，以百分比表示（伸长率 % = 十字头距离 * 100% / 标距）。

应力：样品在两个夹具之间施加的力除以样品横截面面积，所述应力位于拉伸方向的横向。

断裂时的应力：为进行如下文所述的测试，测试样品在断裂前展现的最大应力。

测定用于本文优选涂层剂中的润湿可延展材料的水可溶胀容量/吸收容量的方法

用于本文优选的处理剂中的润湿可延展材料的吸水率/溶胀容量，可如下测定。

将一定量的重量为 M (样品) 的预称重润湿可延展材料浸入过量的去离子水中，然后使其‘吸’水约 2.5 小时。

轻轻从水中取出样品；如果可能，用薄纸巾几秒钟吸掉样品上过量的水。然后再次称量该样品，确定该湿样品重量 M (样品-湿)。

样品的吸水容量或溶胀性/溶胀容量 X (AC 样品)，可由下式确定：

$$X (\text{AC 样品}) = \{M (\text{样品-湿}) - M (\text{样品})\} / M (\text{样品})$$

值 X 记作每克干薄膜样品吸收的液体克数。

本文的润湿可延展聚合物，优选弹性体聚合物，典型为非水可溶胀或吸水的，这通常意味着，按上述方法测定，这种涂层剂（组分）典型的吸水量小于 0.5g/g，或甚至小于 0.2g/g，或甚至小于 0.1g/g。

测定涂层厚度和涂层厚度的均匀性

可典型使用本领域技术人员已知的标准扫描电镜，优选环境扫描电镜 (ESEM)，来研究涂敷在本文所述经表面处理的 AGM 上的表面处理层。例如，可测定涂层或外壳的厚度和均匀性，或涂层（层或外壳）的厚度和均匀性。

在以下的方法中，也使用 ESEM 测定，通过材料横截面来确定本发明已涂敷的 AGM 的平均厚度和厚度的均匀性。

设备型号: ESEM XL 30 FEG (Field Emission Gun)

ESEM 设置: 使用喷金样品在低放大倍数 (35X) 下同样获得图像的高真空模式, 以及装有 LFD (检测约 80% 气体二次电子 + 20% 二次电子的大视场检测器) 和无 PLA (压力限制孔) 的锥体以获得胶乳外壳实际上图像的 ESEM 干燥模式 (不需要喷金)。

灯丝电压: 高真空模式下 3KV, 而 ESEM 干燥模式下 12KV。

ESEM 干燥模式时室内压力: 凝胶状样品上 40Pa 至 133kPa (0.3 托至 1 托), 而剩余样品上 107Pa 至 133kPa (0.8 至 1 托)。

可在环境条件下约 1 小时后, 使用标准 ESEM 条件/设备观察样品。然后, 可在用特氟龙刀片 (特氟龙刀片购自 AGAR scientific catalogue (ASSING), 参考码为 T5332) 通过横向切割来进行样品切割之前和之后, 在高真空模式下观察相同的样品。

已涂敷的 AGM 具有与未处理的 AGM 不同的形态, 并且该涂层或外壳在 ESEM 图像上清晰可见, 特别是在观察剖面图时。

接着, 通过分析至少 5 个已涂敷的 AGM 颗粒并确定每个颗粒的平均厚度 (通过分析每个颗粒的横截面, 并在至少 3 个不同区域内测量该涂层的厚度, 然后取它们的平均值), 来确定平均涂层/外壳厚度。对至少 5 个不同颗粒, 通过借助 x-截面颗粒的 ESEM 确定最小和最大厚度, 来确定涂层或外壳的均匀性。

如果涂层在 ESEM 中不清晰可见, 则例如可在使用 ESEM 方法之前, 使用本领域技术人员已知的涂敷涂层所特有的着色技术, 如增强与四氧化钒、高锰酸钾等的对比度。