

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

D21H 17/59

D21H 27/38

D21H 17/07 D21H 21/22

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 95197633.8

[45] 授权公告日 2001 年 9 月 26 日

[11] 授权公告号 CN 1071826C

[22] 申请日 1995. 11. 28

[21] 申请号 95197633. 8

[30] 优先权

[32] 1994. 12. 19 [33] US [31] 08/359, 124

[86] 国际申请 PCT/US95/15420 1995. 11. 28

[87] 国际公布 WO96/19616 英 1996. 6. 27

[85] 进入国家阶段日期 1997. 8. 13

[73] 专利权人 普罗克特和甘保尔公司

地址 美国俄亥俄州辛辛那提

[72] 发明人 罗伯特·S·艾姆普尔斯基

乔尔·K·蒙蒂思

沃德·W·奥斯滕多夫

迪安·V·费恩 保罗·D·特罗克汉

[56] 参考文献

US5246546 1993. 9. 21 D21H21/22

US5312522 1994. 5. 17 D21H21/22

审查员 祁建伟

[74] 专利代理机构 柳沈知识产权律师事务所

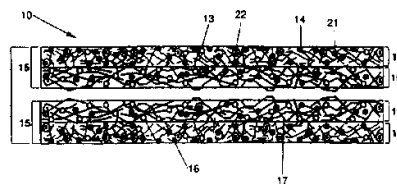
代理人 巫肖南

权利要求书 2 页 说明书 34 页 附图页数 2 页

[54] 发明名称 含有季铵化合物, 聚硅氧烷化合物和粘剂材料的薄页纸产品

[57] 摘要

本发明公开一种包括双组分化学柔软组分和粘剂(永久或暂时湿强度粘剂, 和/或干强度粘剂)的薄页纸产品。该双组分化学柔软组合物包括季铵化合物和聚硅氧烷。优选的季铵化合物包括二烷基二甲基铵盐如二(氢化)牛脂二甲基氯化铵和/或二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵。优选的聚硅氧烷包括氨基官能的聚二甲基硅氧烷, 其中小于 10(摩尔)百分比的聚合物侧链包括氨基官能团。



ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1. 一种薄页纸产品，其特征在于包括：

(a) 造纸纤维；

5 (b) 0.01 % - 3.0 % 的季铵化合物，

(c) 0.01 % - 3.0 % 的聚硅氧烷化合物，和

(d) 0.01 % - 3.0 % 的粘结剂材料，其为湿强度粘结剂和/或干强度粘结剂；其中所述薄页纸产品包含至少两个并置的片，每片至少含有两叠加的层，即内层和与所述内层连接的外层；所述的片在所述薄页纸中的取向应使得所述的每片的所述外层形成所述薄页纸的暴露表面，所述片的每个所述的内层朝着所述薄页纸产品的内部布置；且其中大部分季铵化合物和聚硅氧烷包含在所述至少一个所述的外层中。

2. 如权利要求 1 的多层薄页纸产品，其中所述粘结剂材料为湿强度粘结剂和干强度粘结剂。

15 3. 如权利要求 1 的多层薄页纸产品，其中大部分粘结剂包含在至少一个所述的内层中。

4. 如权利要求 1 的多层薄页纸产品，其中大部分季铵化合物和聚硅氧烷包含在两个外层中。

20 5. 如权利要求 1 的多层薄页纸产品，其中大部分粘结剂包含在所述外层中。

6. 如权利要求 1-5 中任一项的多层薄页纸产品，其中所述的两个内层均含有平均长度至少约 2.0mm 的相对较长的造纸纤维，其中所述的两个外层均含有平均长度约在 0.2mm 和 1.5mm 之间相对较短的造纸纤维。

25 7. 如权利要求 1-5 中任一项的多层薄页纸产品，其中所述的内层含有软木纤维；所述的外层含有硬木纤维。

8. 如权利要求 7 的多层薄页纸产品，其中所述的软木纤维为北方软木硫酸盐纤维；所述的硬木纤维为桉树纤维。

30 9. 如权利要求 1-5 中任一项的薄页纸产品，其中所述的湿强度粘结剂是选自聚酰胺-表氯醇树脂、聚丙烯酰胺树脂以及它们的混合物；或选自阳离子双醛淀粉基树脂、双醛淀粉树脂及其混合物；并且其中所述的干强度粘结剂选自羧甲基纤维素树脂、淀粉基树脂、聚丙烯酰胺树脂、聚乙烯醇树脂及



其混合物。

10. 如权利要求 9 的薄页纸产品，其中所述的聚酰胺-表氯醇树脂是聚酰胺-表氯醇树脂的永久湿强度粘结剂。

5 11. 如权利要求 9 的薄页纸产品，其中所述的双醛淀粉基树脂是阳离子双醛淀粉基树脂的暂时湿强度粘结剂。

12. 如权利要求 9 的薄页纸产品，其中所述的干强度粘结剂为羧甲基纤维素树脂。

13. 如权利要求 1-5 中任一项的薄页纸产品，其中季铵化合物具有下述结构：



其中 m 为 1 - 3 ；

每个 R_1 为 $C_1 - C_8$ 烷基、羟烷基、烃基或取代的烃基、烷氧化基团、苄基或其混合物；

15 每个 R_2 为 $C_9 - C_{41}$ 烷基、羟烷基、烃基或取代的烃基、烷氧化基团、苄基或其混合物；和

X^- 为任何与柔软剂相容的阴离子；

14. 如权利要求 13 的薄页纸产品，其中每个 R_1 为 $C_1 - C_3$ 烷基，每个 R_2 为 $C_{16} - C_{18}$ 烷基。

15. 如权利要求 13 的薄页纸产品，其中 X^- 为氯离子或甲基硫酸根。

20 16. 如权利要求 13 的薄页纸产品，其中季铵化合物为二(氢化)牛脂二甲基氯化铵或二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵。

25 17. 如权利要求 1-5 中任一项的薄页纸产品，其中所述的聚硅氧烷为具有氢键官能团的聚二甲基硅氧烷，所述的氢键官能团选自氨基、羧基、羟基、醚、聚醚、醛、酮、酰胺、酯和硫羟基，所述的氢键官能团以 20 % 或更小的摩尔百分取代度存在，所述的聚硅氧烷的粘度为 25 - 20,000,000 厘沲。

18. 如权利要求 17 的薄页纸产品，其中所述的氢键官能团是氨基官能团。

19. 如权利要求 17 的薄页纸产品，其中所述的氢键官能团以 10 % 或更小的摩尔百分取代度存在。

30 20. 如权利要求 17 的薄页纸产品，其中所述的氢键官能团以 1.0 % - 5 % 的摩尔百分取代度存在。

含有季铵化合物、聚硅氧烷化合物和粘结剂材料的薄页纸产品

5

本发明涉及薄页纸产品。更准确地说，本发明涉及含有双组分化学柔软剂成分和粘合剂材料(永久或暂时湿强度粘结剂和/或干强度粘结剂)的薄页纸产品。经处理的薄页纸幅能用来制造柔软的、吸水性的和抗掉毛的纸产品，
10 如面巾纸产品或卫生纸产品。

在现代社会中，纸幅或纸页，有时被称为薄页纸或薄页纸幅或纸页，找到了广泛的用途。这样的产品如面巾纸和卫生纸是商业的主要产品。长期以来，人们一直认为这些产品的四个重要物理特性是它们的强度、它们的柔软度、它们的吸收能力(包括它们对水系的吸收能力)以及它们的抗掉毛性(包括
15 湿态时的抗掉毛性)。在不严重影响其它特性下，对这些特性每一个的改善已作出了研究开发工作，并对同时改善两个或三个特性也作了研究开发工作。

强度是产物以及其构成纸幅在使用条件下，特别是湿态时保持物理完整性以及抗撕裂、破裂和撕破的能力。

柔软度是当他/她持一特定的产品，将它在他的/她的皮肤上擦，或在地
20 的/他的手中揉皱时，该消费者感觉到的触觉。该触觉是由若干物理性能共同提供的。通常，本领域熟练技术人员认为，与柔软度有关的这些重要物理性能是由它制得产品的纸幅的挺度、表面平滑度和润滑性。反过来，挺度本身通常被认为直接依赖于纸幅的干抗张强度和制造纸幅的纤维的挺度。

吸收能力是产物以及其构成纸幅吸收液体量、特别是吸收水溶液或分散
25 液能力的量度。被消费者感觉到的总吸收能力通常被认为是定量的薄页纸在饱和时吸收的液体总量以及该薄页纸吸收液体的速率的组合。

抗掉毛性是纤维产物以及其构成的纸幅在使用条件下、包括在湿态时结合在一起的能力。换句话说，抗掉毛性越高，纸幅掉毛的倾向就越低。

使用湿强度树脂以增强纸幅的强度是众所周知的，例如，Westfelt 在
30 纤维素化工 (Cellulose Chemistry and Technology), 第13卷, 813 - 825页(1979)中描述了许多这样的材料，并讨论了它们的化学性质。Freimark 等人在1973

年8月28日颁发的US 3755220中提到,某些称作脱胶剂(debonding agent)的化学添加剂将妨碍造纸过程中成纸期间天然纤维-纤维的结合。这种结合的降低将导致较软或几乎没有刚性的纸页。Freimark还继续提到了与脱胶剂一起使用湿强树脂以弥补脱胶剂不希望的作用。这些脱胶剂确实降低了干抗张强度,而且还降低了湿抗张强度。

Shaw在1974年6月28日颁发的US 3,821,068中也曾教导,化学脱胶剂能用来降低薄页纸幅的挺度,并因此增加它们的柔软性。

在各种参考文献中,如1971年1月12日授权给Hervey等人的US 3,554,862中已披露了化学脱胶剂。这些材料包括季铵盐类,如椰油烷基三甲基氯化铵、油基三甲基氯化铵、二(氢化)动物脂二甲基氯化铵和硬脂基三甲基氯化铵。

Emanuelsson等人(1979年3月13日颁发的US4,144,122)和Hellsten等人(1984年10月9日颁发的US4,476,323)教导,使用复合的季铵化合物,如二(烷氧基(2-羟基)亚丙基)季铵氯化物以柔软纸幅。这些作者还试图通过使用非离子表面活性剂如脂肪醇的环氧乙烷和环氧丙烷加合物来克服由脱胶剂引起的任何吸收能力的下降。

伊利诺斯州芝加哥的Armak公司在他们的公报76-17(1977)中披露了将二甲基二(氢化)动物脂氯化铵和聚乙二醇的脂肪酸酯一起使用以赋予薄页纸页柔软性和吸收能力。

一个有关改善纸幅的研究的举例性结果描述于1967年1月31日授权于Sanford和Sisson的US 3,301,746中。尽管该专利描述的方法制得了高质量纸幅,并且尽管由这些纸幅形成的产品在商业上的成功,但旨在找到改善的产品的工作还在继续进行。

例如,Becker等人在1979年1月19日颁发的US4,158,594中描述了他们坚决主张的形成高强的、柔软的纤维纸页的方法。更准确地说,他们教导,在加工期间,通过用粘接材料(如丙烯酸类胶乳橡胶乳液、水溶性树脂或弹性粘接材料)将该纸幅的一面粘接至具有精细构图排列的起皱表面(粘接材料被粘接至纸幅的一面和精细构图排列的起皱表面上),并由起皱表面起皱该纸幅以形成一纸页,能增加薄页纸幅(它们可以已通过添加化学脱胶剂而被柔软)的强度。

本发明双组份化学柔软组合物包括季铵化合物和聚硅氧烷化合物。出人

意料的是，现发现，与单独使用任一组分所获得的柔软益处相比较，该双组份化学柔软组合物改进了经处理的薄页纸的柔软度。另外，经处理的薄页纸的掉毛/柔软度关系也得到极大的改善。

不幸的是，使用含季铵化合物和聚硅氧烷化合物的化学柔软组合物将降低处理过纸幅的强度和抗掉毛性。申请人发现，通过使用合适的粘结剂材料如湿强度树脂和干强度树脂以及造纸行业中已知的助留树脂，能同时改善强度和抗掉毛性。

通常，本发明可用于薄页纸，但特别是可用于如 US 3994771(1976年11月30日授权于Morgan等人)和US4300981(1981年11月17日授权于Carstens)中所述的多片、成多层的薄页纸产品，该两篇专利在此引入作为参考。

本发明的薄页纸产品含有有效量的粘结剂物质(永久或暂时的湿强度粘结剂和/或干强度粘结剂)，以便控制掉毛和/或补偿抗张强度的损失。掉毛和抗张强度损失即使有也是由使用双组分化学柔软组分而产生的。

本发明的目的是提供柔软的、吸收性的和抗掉毛的薄页纸产品。

本发明的另一目的是提供制造柔软的、吸收性的和抗掉毛的薄页纸产品的方法。

正如通过阅读下面的内容将容易明白的那样，利用本发明实现了这些和其它的目的。

本发明提供柔软的、吸收性的、抗掉毛的薄页纸产品，该产品包括：

- (a) 造纸纤维；
- (b) 约 0.01 % - 约 3.0 % 的季铵化合物，
- (c) 约 0.01 % - 约 3.0 % 的聚硅氧烷化合物；和
- (d) 约 0.01 % - 约 3.0 % 的粘结剂物质，其为湿强度粘结剂和/或干强度粘结剂。

适用于本发明的季铵化合物的例子包括熟知的二烷基二甲基铵盐，如二脂二甲基氯化铵(DTDMAC)、二脂二甲基甲基硫酸铵(DTDMAMS)、二(氢化)脂二甲基甲基硫酸铵(DHTDMAMS)、二(氢化)脂二甲基氯化铵(DHTDMAC)。

用于本发明的聚硅氧烷的例子包括氨基官能的聚二甲基硅氧烷，其中聚合物上小于 10 % (摩尔)的侧链含有氨基官能团。因为聚硅氧烷的分子量难以确定，所以聚硅氧烷的粘度在此作为分子量的客观判断标准。因此，例如，

对于粘度为 125 厘沱(centistokes)的聚硅氧烷, 2 % (摩尔)的取代度是非常有效的。并且对于 5,000,000 厘沱或更高的粘度, 有或没有取代均有效。除用氨基官能团取代外, 还可以用羧基、羟基、醚、聚醚、醛、酮、酰胺、酯和硫羟基进行有效的取代。在这些有效的取代基中, 更优选包括氨基、羧基和羟基的组。最优选氨基官能团。

可以商业得到的聚硅氧烷包括 Dow 8075 和 Dow 200(从 Dow Corning 公司得到)和 silwet 720 和 Ucarsil EPS(可以联合碳化物公司得到)。

术语粘结剂意指各种湿强度和干强度添加剂以及本领域已知的助留剂。这些材料产生了产品所需的功能强度, 改善了本发明薄页纸幅的抗掉毛性, 同时还抵消了由化学柔软组合物引起的抗张强度的降低。合适的粘结剂材料的例子包括: 永久性湿强度粘结剂[即, 由 Hercules Incorporated (Wilmington, DE)销售的 Kymene™ 557H], 暂时性湿强度树脂: 阳离子双醛淀粉基树脂(如 Japan Carlet 生产的 Caldas 或 National Starch 生产的 Cobond 1000)和干强度粘结剂[即, 由 Hercules Incorporated(Wilmington, DE)销售的羧甲基纤维素和由国家淀粉和化学品公司(Bridgewater, NJ)销售的 Redibond 5320]。

本发明的薄页纸产品优选含约 0.01 % - 3.0 % 的粘结剂物质(永久和/或暂时)和/或约 0.01 % - 3.0 % 干强度粘结剂。

不被理论所束缚, 据信, 季铵柔软化合物是起着使薄页纸中纤维-纤维氢键脱开的有效的脱胶剂。脱开的氢键与聚硅氧烷柔软剂以及用湿强度和干强度粘结剂引入的化学键的结合, 降低了薄页纸的总键密度, 而没有损害强度和抗掉毛性。键密度的减少将产生总体更柔软的纸页以及改善的表面柔软度。这些物理性质改变的重要量度是 FFE - 指数(Carstens)以及松厚韧性(bulk flexibility)、摩擦的滑动-粘着系数和生理表面平滑度(如 Ampulski 等人在 1991 国际造纸物理会议会刊(International Paper Physics Conference Proceedings), 第 1 册, 第 19 - 30 中所述)。

简而言之, 本发明的薄页纸产品的制造方法包括如下步骤: 由除聚硅氧烷化合物外的上述组分形成成单层或成多层造纸配料; 将造纸配料沉积至多孔表面如长网上; 并且从沉积的配料中除去水。聚硅氧烷化合物优选加入到干燥的薄页纸幅的至少一个表面。将制得的成单层或成多层薄页纸幅与一页或多页其它的薄页纸幅相结合, 形成多片薄页纸。

在此，所有的百分数，比率，比例除非另有说明均以重量计。

尽管本说明书以特别指出，并明确要求本发明的范围的权利要求来结束，但通过下面的说明，结合相关附图，将更好地理解本发明。

图 1 为根据本发明的双片、每片为两层的薄页纸的示意截面图。

5 图 2 为根据本发明的三片、每片为单层的薄页纸的示意截面图。

图 3 为本发明的单片、每片为三层的薄页纸的示意截面图。

图 4 为用于生产本发明柔软薄页纸的造纸机的示意图。

下面将更详细地描述本发明。

10 尽管说明书以特别指出的并清楚地要求本发明主题保护范围的权利要求来结束，但通过阅读下述详细说明以及附加的实施例，将能更好地理解本发明。

在此所用的术语“抗掉毛性”是纤维产品以及其构成纸幅在使用条件下(包括在湿态时)结合在一起的能力。换句话说，抗掉毛性越高，纸幅掉毛的倾向就越低。

15 双组分化学柔软组合物

本发明含有作为主要成分的化学柔软组合物，其包括季铵化合物和聚硅氧烷化合物。季铵化合物对聚硅氧烷化合物的比率约为 3.0 比 0.01 至 0.01 比 3.0；优选其重量比约为 1.0 比 0.3 至 0.3 比 1.0；更优选约为 1.0 比 0.7 至 0.7 比 1.0。每一类的化合物都将在下面进行详细描述。

20 A. 季铵化合物

在此所用的术语“粘结剂”指的是造纸行业中已知的各种湿强度和干度强度树脂以及助留树脂。

在此所用的术语“水溶性的”指的是在 25 °C 至少能有 3 % 溶于水的材料。

25 在此所用的术语“薄页纸幅、纸幅、纸页和纸产品”均指通过如下步骤制得的纸页。这些步骤为：形成含水造纸配料；将该配料沉积在带孔表面如长网上；以及通过重力或真空帮助的脱水(在有或没有压榨下)和蒸发从配料中除去水份。

30 在此所用的“含水造纸配料”是造纸纤维和下文中所述的化学品的含水悬浮液。

在此所用的术语“成多层的薄页纸幅、成多层的纸幅、成多层的纸页和

成多层的纸产品”均指由优选包括不同种类纤维组成的两层或多层含水造纸配料制得的纸页；这些纤维通常是薄页纸制造过程中使用的相对较长的软木纤维和相对较短的硬木纤维。通过将单独的稀释纤维悬浮液沉积至一张或多张无端带孔网上而形成所述的这些层。如果一开始在分开的网上形成各层的话，随后将各层结合(湿态时)以形成成层的复合纸幅。

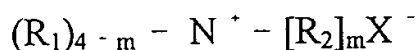
在此所用的术语“多片薄页纸产品”指的是由至少两片组成的薄页纸。每一独立的片本身可由成单层或成多层的薄页纸幅构成。通过如胶合或压花将两页或多页薄页纸幅结合在一起而形成多片结构。

可以预料，所有种类的木浆通常将包含于本发明的造纸纤维中。然而，其它的纤维素纤维浆，如棉短绒、蔗渣、人造纤维(rayon)等也能使用，而且都没被放弃。本发明中所用的木浆包括化学浆，例如牛皮纸浆、硫酸盐浆和亚硫酸盐浆，以及机械浆，例如包括磨木浆、热磨机械浆(thermomechanical pulp)和化学热磨机械浆(Chemi Thermomechanical pulp)(CTMP)。由落叶树和针叶树得到的纸浆也可使用。

合成纤维如人造纤维、聚乙烯和聚丙烯纤维也可与上述天然纤维素纤维一起使用。可使用的聚乙烯纤维的实例是 Pulpex[从 Hercules, Inc.(Wilmington, Del.)得到]。

可以采用硬木浆和软木浆以及两种浆的掺混物。在此使用的术语硬木浆指的是从落叶树(被子植物)的木质物质得到的纤维浆；软木浆是从针叶树(裸子植物)的木质物质得到的纤维浆。硬木浆如桉树浆特别适用于下文所述的成多层的薄页纸幅的外层，而北方软木硫酸盐浆优选用于内层或内片。由回收废纸得到的低成本纤维也可用于本发明，这些纤维可包含任何种类或所有上述种类的纤维以及其它非纤维材料，如用来促进原始造纸的填料和粘合剂。

本发明含有约 0.01 % - 3.00 % 重量、优选约 0.01 % - 1.00 % 重量的、作为主要成分的下述结构式的季铵化合物，



式中 m 为 1 - 3；

每一个 R₁ 为 C₁ - C₈ 烷基、羟烷基、烃基或取代的烃基、烷氧化基团、苄基或其混合物；

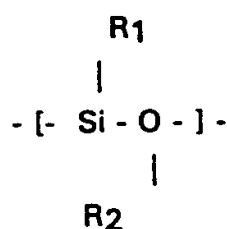
每一个 R₂ 为 C₉ - C₄₁ 烷基、羟烷基、烃基或取代的烃基、烷氧化基团、苄基或其混合物；且 X⁻ 是任何与柔软剂相容的阴离子。

正如在 Swern 编辑的 Bailey's Industrial Oil and Fat Products 一书，第三版，John Wiley and Sons(纽约 1964)中所讨论的那样，动物脂是具有可变成份的天然存在的材料。由 Swern 编辑的上述参考文献的表 6. 13 指出，通常 78 % 或更多的动物脂的脂肪酸含 16 - 18 个碳原子。通常，存在于动物脂中的一半脂肪酸是不饱和的，主要以油酸的形式存在。合成的以及天然的“动物脂”均落入本发明的范围。优选每个 R₂ 是 C₁₆ - C₁₈ 烷基，最优选的是每个 R₂ 是 C₁₈ 直链烷基。| 优选每个 R₁ 为甲基，并且 X⁻ 为氯离子或甲基硫酸酯。任选地，R₂ 取代基衍生自植物油。

适用于本发明的季铵化合物的例子包括熟知的二烷基二甲基铵盐，如二脂基二甲基氯化铵、二脂基二甲基甲基硫酸铵、二(氢化)脂基二甲基氯化铵；
10 优选二(氢化)脂基二甲基甲基硫酸铵。该特定材料可从俄亥俄州都柏林的 Witco 公司以商品名“Varisoft™ 137”购得。

B、聚硅氧烷化合物

通常，用于本发明合适的聚硅氧烷包括具有下列结构的硅氧烷单体单元
15 的物质：



其中每个单独硅氧烷单体单元上的 R₁ 和 R₂ 可以独立地是氢或任何烷基、芳基、链烯基、烷芳基、芳烷基、环烷基、卤代烃或其它基团。这些基团中的任一个都可被取代或未被取代。任何特定单体单元中的 R₁ 和 R₂ 基团可不同于下一个邻接单体单元的相应官能团。此外，这些聚硅氧烷可以是直链、支链或环状结构。另外，R₁ 和 R₂ 基也可以独立地是其它的含硅官能团如硅氧烷、聚合硅氧烷、硅烷和聚硅烷，但不限于这些。R₁ 和 R₂ 基团也可
25 包括各种有机官能团，例如醇、羧酸、醛、酮和胺、酰胺官能团。

烷基的示例为甲基、乙基、丙基、丁基、戊基、己基、辛基、癸基、十八烷基等。链烯基的例子为乙烯基、烯丙基等。芳基的例子有苯基、二苯基、萘基等。烷芳基的例子有甲苯基(toyl)、二甲苯基、乙基苯基等。芳烷基的实例为苜基、α-苜基-乙基、β-苜乙基、α-苜丁基等。环烷基实例有环
30 丁基、环戊基、环己基等。卤代烃基的实例有氯甲基、溴乙基、四氟乙基、氟乙基、三氟乙基、三氟甲苯基、六氟二甲苯基等。

聚硅氧烷的粘度可以如通常在很大范围内变化，只要聚硅氧烷是可流动的或能使其流动以用于薄页纸。优选聚硅氧烷的特性粘度为约 100 - 1000 厘泊。公开聚硅氧烷的文献包括 US 2826551(1958 年 3 月 11 日授予 Geen)、US 3964500(1976 年 6 月 22 日授与 Drakoff)、US 4364837(1982 年 12 月 21 日授予 Pader)、US 5059282(1991 年 10 月 22 日授予 Ampulski 等)和英国专利 849433(1960 年 9 月 28 日公开, Woolston), 所有这些专利引入作为参考。另一文献为 Petrarch 系统公司 1984 年发行的硅氧烷化合物(Silicon Compounds)一书第 181 - 217 页, 该文献包括大量聚硅氧烷及其描述。

聚硅氧烷可以通过湿纸幅或干纸幅涂布到薄页纸。纸幅至少一面应与聚硅氧烷接触。聚硅氧烷优选以纯形式的或用合适表面活性剂乳化剂乳化形式的水溶剂涂布到干纸幅上。乳化的硅氧烷是优选用于简易涂布, 因为纯硅氧烷水溶液有快速分离成水相和硅氧烷相的趋势, 从而影响硅氧烷在纸幅上均匀分布。聚硅氧烷优选在纸幅起皱之后涂布到干纸幅上。

将聚硅氧烷化合物涂布到干薄页纸幅上优选的方法描述在 US5246546(1993 年 9 月 21 日授予 Ampulski)和 US5215626(1993 年 6 月 1 日授予 Ampulski 等人), 这两篇专利引入作为参考。在 US5246546 描述的优选的工艺中, 聚硅氧烷化合物优选喷涂到压光辊上。

尽管大多数情况下, 作为部分造纸工艺, 在聚硅氧烷处理前, 干燥的纸幅已经起皱, 也可预计到在纸幅干燥和或起皱前, 将聚硅氧烷涂布到纸幅上。优选使用尽量少的水将聚硅氧烷涂布到干纸幅上, 因为水润湿干纸页据信降低了纸页强度, 而这种强度只能干燥后才部分恢复。也可以应用含合适溶剂如己烷的聚硅氧烷溶液。可以料到, 聚硅氧烷溶解于溶剂或与其混溶。

优选, 将赋予柔软度触感的有效量的聚硅氧烷涂布到薄页纸两面。当聚硅氧烷应用到薄页纸一面时, 至少部分渗透入薄页纸内部。当聚硅氧烷以溶液施用, 这一点尤其如此。当聚硅氧烷涂布于湿纸幅上时, 用于促进聚硅氧烷渗透于另一面的一种方法是在涂布之后对薄页纸进行真空脱水。将聚硅氧烷化合物涂布到湿纸幅上的优选方法描述在 US 5164046(1992 年 11 月 17 日授予 Ampulski 等人)中, 引入作为参考。

湿强度粘结剂材料

本发明含有约从约 0.01 % - 约 3.0 %、优选约 0.01 % - 约 1.0 % 重量的作为主要成分的湿强度(永久和/或暂时)粘结剂材料。

A. 永久湿强度粘结剂材料

永久湿强度粘结剂材料选自下述的化学品：聚酰胺-表氯醇，聚丙烯酰胺，苯乙烯-丁二烯胶乳；不溶聚乙烯醇；脲-甲醛；聚乙烯亚胺；脱乙酰壳多糖聚合物及其混合物。优选的永久湿强度粘结剂材料选自：聚酰胺-表氯醇树脂、聚丙烯酰胺树脂及其混合物。该永久湿强度粘结剂材料用来控制掉毛并且还用来补偿抗张强度的损失。即使有，强度损失是由化学柔软组分引起的。

业已发现，聚酰胺-表氯醇树脂是特别有用的阳离子湿强度树脂。合适的这类树脂描述在 US 3700623(1972年10月24日发表)和 US 3772076(1973年11月13日发表)中，在此引入作为参考。这两篇专利均是授于 Keim 的。有用的聚酰胺-表氯醇树脂的商业来源是 Hercules, Inc.(Wilmington, Delaware) 以商标 Kymene™557H 销售的产品。

另外还发现，聚丙烯酰胺树脂也可用作湿强度树脂。这些树脂描述于 US 3556933(1971年1月19日授于 Williams 等人)和 US 3556932(1971年1月19日授于 Coscia 等人)，在此将这两篇专利引入作为参考。聚丙烯酰胺树脂的商业来源之一是美国氟氨公司，(Stanford, Connecticut)以商标 Parex™631 NC 销售的产品。

发现可用于本发明的另一种水溶性阳离子树脂是脲甲醛树脂和蜜胺甲醛树脂。这些多官能树脂的较为常用的官能团是含氮基团如氨基和连接氮原子的羟甲基。还发现，聚乙烯亚胺类树脂也可用于本发明。

B. 暂时湿强度粘结剂材料

上面所提到的湿强度添加剂通常得到具有永久的湿强度的纸张产品，即，当纸放入含水介质中时随着时间推移，纸保留大部分的起始湿强度。但是，在某些类型的纸张产品中永久湿强度可以是非必需的及不需要的性质。纸张产品，如卫生纸等，当短期使用后进入腐殖系统后通常被处理掉。如果纸张制品永久保留其抗水解强度性质，则会导致这些系统的堵塞。最近一段时间以来，生产者已向纸张产品中加入了暂时湿强度添加剂，这些纸张产品的湿强度对于预期应用是充分的，但是它们一旦在水中浸泡则减小。湿强度的减小有助于纸张制品通过腐殖系统的流动。

合适的暂时湿强度树脂的例子包括由国家淀粉及化学品公司(纽约市，纽约州)销售的改性的淀粉暂时湿强度剂，如 National Starch 78 - 0080。这类

湿强度剂可以通过将二甲氧基乙基 - N - 甲基 - 氯乙酰胺与阳离子淀粉聚合物反应而制备。改性的淀粉暂时湿强度剂也在 1987 年 6 月 23 日授权于 Solarek 等人的美国专利号 4,675,394 中作了描述, 引入本文作为参考。优选的暂时湿强度树脂包括公开在 1991 年 1 月 1 日授权于 Bjorkquist 的美国专利号 5 4,981,557 的那些, 引入本文作为参考。

就上面所列举的永久和暂时湿强度树脂的种类和具体例子而言, 应该理解的是, 这些树脂只是示范性的, 并非用来限制本发明的范围。

相容的湿强度树脂的混合物也可用在本发明的实施中。

干强度粘结剂材料

10 本发明含有约从 0.01 % - 3.0 %、优选约 0.01 % - 1.0 % 重量的作为任
选成分的干强度粘结剂材料, 它们选自下述材料: 聚丙烯酰胺[如由 American
Cyanamid(Wayne, N.J.)生产的 Cypro 514 和 Accostrength 711 的组合]; 购自国
家淀粉和化学品公司(Bridgewater, New Jersey)的淀粉(如 Redibond 5320 和
2005); 聚乙烯醇[如由 Air Products Inc (Allentown, PA)生产的 Airvol 540]; 瓜
15 耳胶或刺槐豆胶; 和/或羧甲基纤维素[如得自 Hercules, Inc. (Wilmington, DE)
的 CMC]。优选的干强度粘结剂材料选自: 羧甲基纤维素树脂、未改性的淀
粉基树脂及其混合物。该干强度粘结剂材料用来控制掉毛并且还用来补偿抗张
强度的损失。强度损失即使有是由化学柔软组分引起的。

通常, 实施本发明的合适的淀粉的特点是水溶性和亲水性。虽然不想由
20 此来限定合适淀粉材料的范围, 但举例性的淀粉材料包括玉米淀粉和土豆淀
粉; 特别优选的是工业上称为 amioca 淀粉的含蜡玉米淀粉。与普通玉米淀粉
不同的是, Amioca 淀粉整个都是支链淀粉, 而普通的玉米淀粉含支链淀粉
和直链淀粉。amioca 淀粉的各种独特的特性还描述于“Amioca - The Starch
from Waxy Corn”一文[H. H. Schopmeyer, Food Industries, 1945 年 12, 第 106
25 - 108 页(卷页 1476 - 1478)]中。虽然优选粒状淀粉, 但淀粉可以是粒状或
分散状的。优选将淀粉充分煮透, 以使颗粒淀粉。更优选的是, 如通过煮沸
使淀粉颗粒溶胀至刚好要变成淀粉颗粒的分散体之前的这种状态。这种高度
溶胀的淀粉颗粒被称之为“完全煮透”。分散液的条件通常随淀粉颗粒的大
小、颗粒的结晶度以及直链淀粉的含量而变化。例如可通过在约 190 ° F(约
30 88 ° C)将 4 倍浓度的淀粉颗粒的水悬浮液加热约 30 - 40 分钟而制得完全煮
透的 amioca 淀粉。可使用的其它举例性的淀粉材料包括改性的阳离子淀粉如

改性成具有含氮基团如氨基和连接至氮的羟甲基的那些改性阳离子淀粉，可从国家淀粉和化学品公司(Bridgewater, New Jersey)得到。这些改性淀粉材料主要是用作纸浆配料的添加剂，以增强湿强度和/或干强度。考虑到这些改性淀粉材料较之未改性淀粉昂贵，因此，常优选未改性的淀粉。

5 应用方法包括，与先前所述的其它化学添加剂的应用相同的方法，如优选通过湿部添加、喷涂；以及不太优选的印刷。该粘结剂材料可以单独涂布至薄页纸幅，或与化学柔软组分同时添加，或在其添加之前或之后添加。至少将有效量的粘结剂物质(永久或暂时湿强度粘结剂和/或干强度粘结剂)，优选如 Kymene^R557H 的永久湿强度树脂和如 CMC 的干强度树脂的混合物添加
10 至纸页中，以便在干燥时，相对于未用粘结剂处理但其它相同的纸页而言，提供该纸页掉毛的控制和增加强度。以干纤维重量计，保留在干纸页中的粘结剂材料量优选在约 0.01 % 和约 3.0 % 之间，更优选在约 0.1 % 和约 1.0 % 之间。

本发明方法的第二个步骤是将使用上述化学柔软组分和粘结剂材料作为
15 添加剂的、成单层或成多层的造纸配料沉积至带孔表面上。第三个步骤是从这些沉积的配料中除去水。能用来完成这两个处理步骤的工艺和设备对于造纸行业中的熟练技术人来说是显而易见的。以干纤维计，本发明优选的成多层的薄页纸的实施方案中含有约 0.01 % - 3.0 %、更优选约 0.1 % - 1.0 % 重量的在此所述的化学柔软组分和粘结剂材料。将得到的成单层或成多层的
20 薄页纸幅与一页或多页其它的纸幅相结合，形成多片薄页纸。

通常，本发明可用于薄页纸，它们包括，但并不局限于，常规毛毯压榨的薄页纸，高松厚性图案致密的薄页纸以及高松厚、未压实的薄页纸。由此制得的薄页纸产品可以是成单层或成多层的结构。由成层的纸幅形成的薄页纸结构描述于 US 3,994,771(Morgan Jr.等人，1976 年 11 月 30 日颁发)，US
25 4300981(1981 年 11 月 17 日授与 Carstens)、US 4166001(Duning 等人，1979 年 8 月 28 日颁发)和欧洲专利公开号 0613979A1(Edwards 等人，1994 年 9 月 7 日公开)，在此引入作为参考。通常，湿法成网的复合、柔软、松厚和吸收性的纸结构是由两层或多层优选含不同种类纤维的配料制得的。这些层优选是在一个或多个无端带孔网上，将单独的稀纤维悬浮液液流进行沉积而形成的；
30 所说的纤维通常是用于成多层的薄页纸造纸中的相对长的软木纤维和相对短的硬木纤维。如果首先将各层在独立的网上成形，那么随后将各层结合

(湿态时)以形成层状复合纸幅。然后通过对纸幅使用液压,使层状纸幅与网状干燥压印织物的表面相一致,然后作为低密度纸造纸工艺一部分,在所说织物上热预干燥。就纤维种类而言,该纸幅可以是分层的,或各层纤维含量基本上是相同的。该成多层的薄页纸优选具有 10g/m^2 - 约 65g/m^2 的定量,密度约 0.60g/cm^3 或更小。优选定量低于约 35g/m^2 或更低;密度约 0.30g/cm^3 或更低。最佳为密度在 0.04g/cm^3 和约 0.20g/cm^3 之间。

在本发明优选的实施方案中,可根据 US 4300981(1981年11月17日授于 Carstens)中所述的成多层的纸幅来形成薄页纸结构,该专利在此引入作为参考。根据 Carstens 的专利,这样的纸具有主观上可以感觉到的高柔软度,这是由于该纸是成多层的;具有至少含约 60%、优选约 85% 或更多短硬木纤维的顶表面层;顶表面层具有 HTR(人体组织响应)密度约 1.0 或更小、更优选约 0.7 或更小、最佳约 0.1 或更小;顶表面具有 FFE(自由纤维端)指数约 60 或更高,优选约 90 或更高。这种纸的制造方法包括如下步骤:将确定其顶表面的短硬木纤维之间的键断开至足以提供充分的纤维的自由端部分,从而达到薄页纸顶表面所需要的 FFE 指数。由其上已粘附着顶表面(短纤维层)的起皱表面,对薄页纸的起皱而实现了所述的键的断开,并且起皱应在至少约 80% 浓度(干度)、优选至少约 95% 浓度时进行。这种薄页纸可以通过使用常规的毛毯或带孔的承载织物而制得。这种薄页纸可具有(但不是必须是)相对高的松厚密度。

在本发明的薄页纸产品中包含的各片优选至少含两个叠加的层,即内层和与内层相连的外层。外层优选主要含有约 60% 重量或更多的、相对较短的造纸纤维的纤维成分,其平均纤维长度约在 0.2mm 和 1.5mm 之间。这些短的造纸纤维通常是硬木纤维,优选桉树属纤维。另外,如果希望的话,可将低成本的短纤维,如亚硫酸盐纤维、热磨机械浆、化学热磨机械(CTMP)纤维、回用纤维以及它们的混合物用于外层中,或掺在内层中。内层优选主要含有约 60% 重量或更多的、相对较长的造纸纤维的纤维成分,其平均纤维长度至少约 2.0mm。这些长的造纸纤维通常是软木纤维,优选北方针叶木硫酸盐纤维。

在本发明的优选的实施方案中,通过将至少两张成多层的薄页纸幅并置在一起而形成面巾纸产品。例如,可通过将第一张成两层的薄页纸幅和第二张成两层的薄页纸幅并置而形成两片、每片成两层的薄页纸产品。在该例中,

每一片是包含内层和外层的两层薄页纸。外层优选含有短硬木纤维，而内层优选含有长的软木纤维。将这两片进行结合使得每片含短硬木纤维的外层面向外，而含长软木纤维的内层向内。换句话说，每片的外层形成薄页纸的暴露的表面，而所说的每片的内层朝着面巾纸的内部排列。

5 图 1 是根据本发明的双片、每片成两层薄页纸的截面示意图。参考图 1，该每片成两层的双片纸幅 10 由两个片 15 并置构成。每片 15 由内层 19 和外层 18 构成。外层 18 主要含有短的造纸纤维 16；而内层 19 主要含有长的造纸纤维 17。

10 在本发明的另一个优选实施方案中，通过将三张成单层的薄页纸幅并置而形成薄页纸产品。在本例中，每一片是由软木或硬木纤维制得的成单层的薄页纸。外片优选含有短硬木纤维，而内片优选含有长软木纤维。以短硬木纤维面向外的方式将三片结合。图 2 是根据本发明的每片成单层的、三片面巾纸的截面示意图。参考图 2，成单层的、三片纸幅 20 由并置的三片构成。两个外片 11 主要含有短造纸纤维 16；而内片 12 主要含有长造纸纤维 17。
15 在本实施方案的变化中(未示出)，两外片的每一片可由两个叠加层构成。

在本发明其它的优选实施方案中，将三层薄页纸幅合并成一单片，形成薄页纸产品。在本实施例中，单片薄页纸产品包括三层由软木和/或硬木纤维制备的薄页纸。外层优选包括短硬木纤维，而内层优选包括长软木纤维。将三层成形使短硬木纤维朝外。图 3 是本发名单片、三层薄页纸的示意截面图。
20 参考图 3，该单片、三层纸幅 30 由 3 层并置而成。两外层 18 主要包括短造纸纤维 16、而内层 19 主要包括长造纸纤维 17。

根据上面的讨论，不应该推断，本发明局限于包括三片(每片成单层)或双片(每片成两层)或单片(每片为三层)等的薄页纸产品。所有成层或均一的，包括季铵化合物、聚硅氧烷化合物和粘合剂材料的薄页纸产品明确包括在本发明的范围内。
25

优选大部分的季铵化合物和聚硅氧烷化合物包含在本发明薄页纸的至少一外层(或三片、每片成单层产品的两外层)中。更优选的是，大部分的季铵化合物和聚硅氧烷化合物包含在两个外层(或三片、每片成单层产品的两外片)中。业已发现，当将化学柔软组分添加至薄页纸产品的外层或外片时，它将是更加有效的。在外层中，季铵化合物和聚硅氧烷化合物的混合物起着增加本发明多片或成多层薄页纸产品的柔软度作用。参考图 1、2 和 3，用黑
30

图 14 示意地表示季铵化合物，并且用填有 S 的圆圈 22 表示聚硅氧烷。在图 1、2 和 3 中可以看出，大部分的季铵化合物 14 和聚硅氧烷化合物 22 分别包括在外层 18 和外片 11 中。

然而，另外还发现，同时包括季铵化合物和聚硅氧烷化合物将降低成多层的薄页纸产品的抗掉毛性。因此，粘结剂材料用来控制掉毛，并增加抗张张度。优选粘结剂材料包含在本发明薄页纸产品的内层(或三片产品的内片)和至少一个外层(或三片单层的产品的的外片)中。更优选的是，大部分粘结剂材料包含在薄页纸产品的内层(或三片产品的内片)中。参考图 1、2 和 3，由白圈 13 示意地表示永久和/或暂时湿强度粘结剂材料，由填有十字交叉的菱形 21 示意地表示干强度粘结剂材料。从图 1、2 和 3 中可以看出，大部分的粘结剂材料 13 和 21 分别包含在内层 19 和内片 12 中。

将含季铵化合物和聚硅氧烷化合物的化学柔软组分与粘结剂材料相结合，得到的薄页纸产品具有优异的柔软度和抗掉毛性。选择性地将大部分化学柔软组分添加至薄页纸的外层(或外片)将增加其效率。粘结剂材料通常分散在整个薄页纸中以控制掉毛。然而，与化学柔软组分一样，粘结剂材料可选择性地添加至最需要的地方。

常规压榨的成多层的薄页纸和这种纸的制造方法在本领域中是已知的。这样的纸通常是通过将造纸配料沉积在带孔成形网上而制得的。该成形网在本领域中经常被称之为长网。一旦该配料沉积在成形网上，它就被称为纸幅。通过将纸幅传递至脱水毛毯、压榨该纸幅并在高温干燥将纸幅脱水。根据刚描述的本发明的方法，制造纸幅的特定工艺和典型设备对本领域技术熟练人员是熟知的。在一典型的方法中，在加压流浆箱中提供低浓度纸浆配料。流浆箱有一个开口，用于输送一薄层纸浆配料沉积在长网上，以形成湿纸幅。然后借助真空脱水和压榨操作进一步脱水(其中该纸幅经受相对的机械部件例如圆柱辊产生的压力)，通常将该纸幅脱水至约 7% - 约 25% (以总纸幅重为准)的纤维浓度。

然后，将脱水的纸幅在传送过程中进一步压榨，并通过本领域已知的蒸汽加热烘缸装置如杨克式烘缸(Yankee dryer)进行干燥。可通过机械装置如相对的圆柱辊筒对纸幅加压，而在杨克式烘缸上产生压力。当纸幅对着杨克式烘缸压榨时，还可以给它施加真空。可以使用多重杨克式烘缸辊筒，因此在辊筒之间的辅助压榨为非强制性的。所形成的成多层的薄页结构在下文被称

之为常规的、压榨的、成多层薄页纸结构。这样的纸页被认为是压实的，这是由于整个纸幅在纤维尚湿时经受了相当大的机械压榨力，并且随后在处于压缩状态时进行干燥。

5 图案致密的薄页纸的特点在于，对于相对低纤维密度具有相对高松厚区以及对于相对高纤维密度具有致密区的排列。另外，高松厚区也被称为枕区 (pillow regions)。致密区也被称为关节区 (knuckle regions)。致密区可以是在高松厚区内不连续地彼此隔开的，或者可以是在高松厚区内或者是完全地或者是部分地连接的。图案致密的薄页纸幅的优选制造方法披露于 Sanford 和 Sisson 的 US 3,301,746 (1967 年 1 月 31 日颁发)， Peter G. Ayers 的 US
10 3,974,025 (1976 年 8 月 10 日颁发)， Paul D. Trokhan 的 US 4,191,609 (1980 年 3 月 4 日颁发)， Paul D. Trokhan 的 US 4,637,859 (1987 年 1 月 20 日颁发)， Wendt 等人的 US4942077 (1990 年 7 月 7 日颁发)， Hyland 等人的欧洲专利公开号 0617164A1 (1994 年 9 月 28 日公开)和 Hermans 等人的欧洲专利公开号 0616074A1 (1994 年 9 月 21 日)中；所有这些文献均在此引入作为参考。

15 通常，优选通过在带孔成形网如长网上沉积造纸配料，以形成湿纸幅；然后将该纸幅相对一排支架并排放置而制得图案致密的纸幅。将该纸幅相对一排支架进行压榨，由此，在纸幅中在该排支架和湿纸幅之间相应的接触点的位置，产生致密区。在该操作中没被压缩的纸幅的剩余部分被称为高松厚区。通过使用液压，如真空装置或通风干燥器，该高松厚区还能进一步地被
20 减密。以这样的方式对该纸幅进行脱水和选择地预干燥，以便基本上避免高松厚区的压缩。这可优选地通过液压，如利用真空装置或通风干燥器，或另一方面通过将纸幅相对于其中高松厚区不被压缩的一排支架进行机械压缩而完成。可以将脱水操作、选择的预干燥操作和致密区的成形操作结合或部分地结合，以减少所进行的总的加工处理步骤。在形成致密区、脱水和可有可
25 无的预干燥后，将该纸幅完全干燥，优选仍避免机械压榨。优选约 8% - 55% 的成多层的薄页纸表面包含致密压节 (knuckle)，它具有至少为高松厚区密度 125% 的相对密度。

这排支架优选是具有压节构图布置压印承载织物 (imprinting carrier fabric)，该织物起着支架的作用，它将有助于在使用压力下，形成致密区。
30 压节的图案构成了上述所指的支架。压印承载织物披露于 Sanford 和 Sisson 的 US 3,301,746 (1967 年 1 月 31 日颁发)， Salvucci, Jr 等人的 US 3,821,068

(1974年5月21日颁发), Ayers的US 3,974,025(1976年8月10日颁发), Friedberg等人的US 3,573,164(1971年3月30日颁发), Amneus的US 3,473,576(1969年10月21日颁发), Trokhan的US4,239,065(1980年12月16日颁发)和 Trokhan的US4,528,239(1985年7月9日颁发)中,所有这些在此引入作为参考。

5 优选将配料首先在带孔成形载体如长网上形成湿纸幅。将该纸幅脱水并传送至压印织物。另一方面,可以一开始就将该配料沉积在还起着压印织物作用的带孔支承载体上。一旦成形后,就将该湿纸幅脱水并优选加热预干燥至选定的纤维浓度,约40%和约80%之间。可用吸水箱或其它真空装置或
10 用通风干燥器进行脱水。压印织物的关节压印是在将纸幅完全干燥前压印在如上所述的纸幅中。完成该操作的一种方法是通过使用机械压力。例如,可通过对着干燥辊筒如杨克式烘缸的表面压下压料辊(niproll)来完成,压料辊支撑压印织物,其中该纸幅置于压料辊和干燥筒之间。另外优选,在通过使用真空装置如吸水箱或通风干燥器的液压将纸幅完全干燥前,将它相对压印织
15 物进行压制。可以在起始的脱水期间、在独立的后来的处理段或它们的组合,使用液压,以产生致密区的压痕。

未压实的无致密图案的成多层的薄页纸结构描述于Joseph L. Salvucci, Jr.和Peter N. Yiannos的US 3,812,000(1974年5月21日颁发), Henry E. Becker, Albert L. McConnell和Richard Schutte的US4,208,459(1980年6月17日颁发)
20 中,这两篇专利在此引入作为参考。通常,未压实的、无致密图案的成多层的薄页纸结构是通过如下方式制得:将造纸配料沉积在带孔成形网上如长网上以形成湿纸幅;将该纸幅沥水并在没有机械压榨下除去附加的水份直到该纸幅具有至少80%的纤维浓度;以及将该纸幅起皱。借助真空脱水和热干燥从纸幅中除去水。生成的结构是柔软的但相对未压实纤维的强度差的高松厚
25 纸页。粘结材料最好是在起皱前加至纸幅部分。

本发明的薄页纸可用于需要柔软、吸收性的薄页纸产品的任何场合。本发明薄页纸的特别有益的用途是卫生纸和面巾纸。

在本发明的方法中的第一步骤是形成含水造纸配料。该配料包含造纸纤维(下文中有时被称为木浆)和至少一种季铵化合物与粘结剂材料(永久或暂时
30 湿强度粘结剂、和或任选的干强度粘结剂)以及一种润湿剂的混合物,所有这些将在下文中描述。本发明方法的第二步是在薄页纸起皱后,将聚硅氧烷和

表面活性剂的溶液喷涂到干薄页纸的至少一个表面。

图 4 是生产柔软起皱薄页纸的本发明造纸工艺优选实施方案的示意图。以下参考图 4，对这些优选的实施方案进行描述。

图 4 是生产本发明纸页优选的造纸机 80 的侧视图。参照图 4，造纸机 5 80 包括一分层的网前箱 81(该网前箱 81 具有一个上腔室 82、中腔室 82.5 和底腔室 83)、一个浆板(slice roof)84 和长网 85。长网绕着中心辊 (breast roll) 86、导流板 (deflector) 90、真空吸水箱 91、伏辊 (couch roll) 92 和数个转向辊 (turning roll) 94 组成一个环路。在操作中，一种造纸配料由上腔室 82，第二种造纸配料由中腔室 82.5，第三种配料由底腔室 83 中泵出，并以上下的位置关系流出浆板 84，流到长网 85 上在那里形成纸胚 88(包括 88a、88b 和 88c)。在长网上进行脱水，并借助导流板 90 和真空吸水箱 91。当长网沿箭头方向运行返回时，在其开始再次经过中心辊 86 前，由喷水器 95 对其进行清洗。在纸幅转移区域 93，纸胚 88 由于真空转移吸水箱 97 的作用被转移至多孔载体织物 96 上。载体织物 96 将纸幅转移从转移区 93 经真空脱水箱 15 98，通过通风吹透预干燥器 (blow - through predryer) 100，并经过两个转向辊 101，然后借助压辊 (pressure roll) 102 的作用转移至杨克烘缸 108 上。当载体织物 96 经过另外的转向辊 101、喷淋器 103 和真空脱水箱 105 完成一圈时，对其进行清洗和脱水。经预干的纸幅借助由喷涂器 109 涂布的粘合剂粘合到杨克烘缸 108 的圆柱形表面。在蒸汽加热的杨克烘缸 108 上并借助热空气完成干燥。热空气由图中未示出的方法加热并在干燥罩 110 中循环。然后纸幅由刮刀 111 从杨克烘缸上干起皱，起皱后纸幅称为纸页 70 (paper sheet)。纸页 70 包括烘缸一侧的层 71、中间层 73 和远离烘缸一侧的层 75。纸页 70 经过压光辊 112 和 113 之间和卷轴 15 的圆周部分，然后在轴 118 的芯子 117 上绕成卷 116。

25 将聚硅氧烷涂布到纸页 70 上。在图 4 的实施方案中，根据聚硅氧烷是涂布在薄页纸的两侧或一侧，将含有乳化的聚硅氧烷化合物的含水混合物由喷涂器 124 和 125 喷涂到纸页 70 上。尽管图 4 表明聚硅氧烷化合物喷涂到压光辊上，但也可以在压光辊 112 和 113 之后将聚硅氧烷化合物加入到干燥的纸页 70 上。

30 仍参考图 4，纸页 70 的烘缸侧层 71 是由网前箱 81 的底腔室 83 泵出的配料形成的，并且这种配料直接涂布在长网 85 上，在长网上，其变成了纸胚

88 的 88c 层。纸页 70 的中间层 73 是由从网前箱 81 的中腔室 82.5 流出的配料形成的，这种配料在 88c 层上面形成 88b 层。纸页 70 远离烘缸的一侧的层 75 是由从网前箱 81 的顶腔室 82 流出的配料形成的，这种配料在纸胚 88 的 88b 层之上形成 88a 层。虽然图 4 表示具有网前箱 81 的造纸机 80 可适于制备三层的纸幅，但也可调整网前箱 81 以制备没有成层、两层或其它成多层纸幅。

此外，关于在图 4 的造纸机 80 上制备包括本发明的纸页 70，长网 85 必须具有较细的筛孔，这些筛孔相对于短纤维配料的纤维的平均长度具有较小的半径以便得到较好的成形。多孔载体织物 96 应当具有较细的筛孔，这些筛孔相对于长纤维配料的纤维的平均长度具有较小的孔径以基本上避免纸胚的织物一侧进入织物 96 的纤维丝间的空间。关于制备纸页 70 的工艺条件，纸幅优选在起皱之前干燥至约 80%，更优选 95% 的纤维浓度。

分子量的测定

A. 介绍

15 聚合材料的主要区别特征是它们的分子大小。能使聚合物用于不同的用途的性能几乎完全由它们的大分子性质得到的。为了充分地说明这些材料的特性，有一些确定和测定它们分子量和分子量分布的方法是必需的。使用术语相对分子质量比分子量更正确，但是在聚合物技术中后者更常用。实际上测定分子量分布并不总是可行的。然而，使用色谱技术，这将变得更为可行。更确切地，通过分子量平均值来表示分子大小。

B. 平均分子量

如果我们考虑简单的分子量分布，它表示具有相对分子质量(M_i)的分子重量百分率(W_i)，那么确定若干有用的平均值是可能的。以特定大小(M_i)的分子数量(N_i)为基准取平均值得到数均分子量

$$25 \quad M_n = \frac{\sum N_i M_i}{\sum N_i}$$

这种定义的重要结果是，以克为单位的数均分子量包含分子的阿伏伽德罗数。分子量的这种定义与单分散分子种类即具有相同分子量的分子的定义是一致的。该定义的更重大的意义在于，如果给定质量的多分散性聚合物的分子数能用某方法测定的话，那么就能容易地计算出 M_n 。这是依数性测量

的基础。

以给定质量(M_i)的分子的重量百分率(W_i)为基础取平均值得到重均分子量的定义

$$M_w = \frac{\sum W_i N_i}{\sum W_i} = \frac{\sum N_i M_i^2}{\sum N_i M_i}$$

M_w 是比 M_n 更有用的表达聚合物分子量的手段，这是由于它更准确地反映聚合物性能如熔融粘度和机械性能，并因此用于本发明。

分析和测试方法

10 保留在薄页纸幅上的化学品量的分析能通过应用技术中任何可接受的方法来进行。例如，薄页纸留着的季铵化合物如二油基二甲基氯化铵、二牛脂二甲基氯化铵的量可通过用有机溶剂如二氯甲烷对季铵化合物进行溶剂萃取，随后用 Dimidium Bromide Disulphine Blue 混合指示剂进行阴离子/阳离子滴定而测定。该混合指示剂可从 Gallard - Schlesinger Industries of Carle
15 Place, NY 以产品 19189 得到。聚硅氧烷化合物的含量的测量可通过用有机溶剂对油化合物进行萃取，然后用原子吸收光谱法测定萃取物中油化合物含量来测得。类似地，薄页纸留着的多羟基化合物的量可以通过用溶剂对多羟基化合物的溶剂萃取而测定。在一些情况下，另外一些步骤是必需的以从感兴趣的多羟基化合物中除去干扰化合物。例如，Weibull 溶剂萃取法使用一
20 种盐水溶液来掩蔽聚乙二醇中的非离子表面活性剂[Longman, G.F., 洗涤剂 and 洗涤剂产品的分析(The Analysis of Detergents and Detergent Products)Wiley, Interscience, New York, 1975 第 312 页]。然后用光谱或色谱技术来分析多羟基化合物。例如，一般可以用硫氰钴铵法(Ammonium Cobalthiocyanate method)来光谱分析具有至少 6 个环氧乙烷单元的化合物(Longman; G.F., 洗涤剂和洗涤剂产品分析, Wiley Interscience, New York, 1975 第 346 页)。也可以使用
25 气相色谱技术来分离和分析多羟基类化合物。石墨化的聚(2, 6-二苯基-对-亚苯基氧化物)气相色谱柱已用于分离具有 3-6 个环氧乙烷单元的聚乙二醇(Autech 色谱目录, 第 300 号, 第 158 页)。

非离子表面活性剂的量如烷基苷，可以用色谱技术测定。Bruns 报导了一种具有光散射检测器的高效液相色谱法用以分析烷基苷[Bruns, A., Waldhoff, H., Winkle, W., 色谱(Chromatographia), 第 27 卷 1989, 第 340 页]。

超临界液相色谱(SFC)技术也可用于烷基苷和有关物质的分析(Lafosse, M., Rollin, P., Elfakir, C., MorinAllory, L., Martens, M., Drenx, M., Journal of Chromatography, 第 505 卷, 1990 第 191 页)。阴离子表面活性剂如线性烷基磺酸盐可以由水萃取, 然后滴定萃取物中的阴离子表面活性剂而测定。在某些情况下, 在两相滴定分析前, 需要掩蔽线性烷基磺酸盐中的干扰物质(Cross, J., 阴离子表面活性剂 - 化学分析, Dekker, New York 1977, 第 18、222 页)。淀粉的量可通过淀粉酶将淀粉水解成葡萄糖, 然后比色分析测定葡萄糖含量而测得。对于这种淀粉分析, 应当进行不含淀粉的纸的背景分析以减去由背景物质干扰产生的贡献。这些方法是示例性的, 并不排除其它可用于测定薄页纸所含特定组分含量的方法。

A、专家小组柔软度

理想的是, 在柔软度测试前, 将待测的纸样根据 Tappi 方法 T 402 OM - 88 进行调节。在此, 样品在 10 - 35 % 的相对湿度和在 22 - 40 °C 内预调节 24 小时。经预调节后, 该样品在 48 - 52 % 相对湿度和在 22 - 24 °C 内进行调节 24 小时。

理想的是, 柔软度专家小组测试在恒定的温度和湿度下进行。若这不可行的话, 所有样品包括对比样品应该在相同环境暴露条件下进行。

柔软度测试是以成对比较的分式进行, 这与“Manual on Sensory Testing Methods”(ASTM 专家技术出版物 434, 由 ASTM 于 1968 年出版, 引入作为参考)中所描述的方法类似。柔软度是采用称为成对差别试验(Paired Difference Test)的主观测试来评价的。该方法采用测试物质的一个外在标准。对于触感感觉的柔软度, 放置两个样品而使试验者不能看到样品, 并且要求试验者根据其触感的柔软度从中选择一个。测试结果以所谓“小组评分单位”(PSU)表示。关于柔软度测试以得到以 PSU 表示的柔软度数据, 要进行许多柔软度专家组测试。在每次测试中, 要求 10 位熟练的柔软度鉴定人比较评价 3 组成对样品的相对柔软度。每位鉴定人每次鉴定一对样品: 每对中一个样品标为 X, 另一个样品为 Y。简而言之, 对每个 X 样品相对成对的 Y 样品进行等级评定如下:

- 1、若判断 X 可能比 Y 稍微柔软, 则为 + 1, 若 Y 可能比 X 稍微柔软, 则为 - 1;
- 2、若判断 X 一定比 Y 要稍微柔软则为 + 2, 若 Y 肯定比 X 要稍微柔

软些, 则为 - 2;

3、若 X 比 Y 要柔软一些, 则为 + 3, 若 Y 比 X 要柔软一些, 则为 - 3;

4、若 X 比 Y 要柔软许多, 则为 + 4, 若 Y 比 X 要柔软许多, 则为 - 4。

5 将等级平均, 所得的值为 PSU 单位。所得数据认为是一专家小组的结果。若对多对样品进行评定, 则将所有对样品对按成对统计分析的等级排序。然后, 将等级按要求向上或向下移动一个值从而得到一个零 PSU 值, 选择该值的样品为一个零基校准。其它样品相对零基标准根据它们相对等级得到一个正或负值。所进行和平均的专家小组测试次数应使得 0.2PSU 代表主观感觉的柔软度的显著差异。

10 B. 亲水性(吸水能力)

通常, 薄页纸的亲水性是指薄页纸用水湿润的倾向。薄页纸的亲水性多少能通过测定干的薄页纸被水完全湿润所需时间而进行定量。该时间周期被称为“湿润时间”。为了提供一致和可重复的湿润时间的测试, 可以使用下述步骤测定湿润时间: 首先, 提供约 4 - 3/8 英寸 × 4 - 3/4 英寸(约 11.1cm × 12cm)的薄页纸结构的经调理的纸页样品(用于纸样测试的环境条件为 22 - 24 °C 和 48 - 52 % R.H, 如在 TAPPI 法 T402 说明的); 其次, 将该纸页折成 4 个并置的 1/4 片, 然后用手弄皱成直径约 0.75 英寸(约 1.9cm)至约 1 英寸(约 2.5cm)的球(手或带上干净的塑料手套或用去脂洗涤剂如 Dawn 进行大量清洗); 第三将球状纸页置于 22 - 24 °C 的装于 3 升 Pyrex 玻璃烧杯的 3 升蒸馏水表面; 应当注意的是此技术的所有的纸的测试均应在 22 - 24 °C 和 48 - 52 % 相对湿度的控制条件下进行。样品球应在离水面不到 1cm 的位置仔细地置于水面。在球接触水面时, 同时打开定时器; 第四步, 当第一个球完全润湿后放入第二个球。这可容易地通过纸完全润湿时从干白色到暗灰色的颜色变化而注意到。当第五个球完全润湿, 关掉定时器, 并读取用时。

25 对于每个样应当进行至少 5 组(每组 5 个球, 共 25 个球)的测试。最终结果应当是计算的平均值和 5 组数据的平均偏差。测量单位是秒。进行 5 组(每组 5 个球, 共 25 个球)后, 必须换水。如果烧杯内壁注意到膜或残留物, 就应当对烧杯进行充分的清洗。

30 测量水吸收率的另一技术是通过垫沉降测量法(pad sink measurement)。将所要测量和对比的薄页纸在 22 - 24 °C 和 48 - 52 % 相对湿度下(Tappi 法 T402OM - 88)下至少调节 24 小时后, 将一叠 5 - 20 张的薄页纸切割成 2.5

- 3.0 英寸的尺寸。可以用模压切割压力机(dye cutting press)、常规的切纸机或激光切割技术进行切割。由于样品的不可重复性,并具有潜在的纸张污染,所以手工剪刀切割并不优选。

5 纸样堆切割之后,仔细地将其放在网眼样品架上。该架的功能是将样品放在水的表面并且产生最小的扰动。该架为圆环形,直径约 4.2 英寸。它有 5 条相互平行的并且在网周边与焊接点相接的直的均匀间隔的金属丝。金属丝之间的间距为约 0.7 英寸。该金属丝网眼筛在将纸放于其表面时应当干净并且干燥。容量 3 升的烧杯装有 3 升稳定在 22 - 24 °C 的蒸馏水。确保水面无波动和表面运动后,将装有纸的筛仔细放在水面顶部上。在样品浮在表面上后,使筛样品架连续下降以使样品架筛手柄钩柱烧杯的边。在这种方式下,筛网不干扰纸样的水的吸收。在纸样接触到水面时,启动定时器。当纸叠完全浸湿后,停止定时器。可容易地通过肉眼观察这一现象,一旦完全浸湿后,纸从干白色向暗灰色过渡。一旦完全浸湿,立即停止定时器并记录总的的时间。这个总的的时间是纸垫完全浸湿所需的时间。

15 对至少 2 个另外的薄页纸垫重复这一步骤。在不换水的情况下,可以对不多于 5 叠纸进行测量,否则应倒掉水,然后用 22 - 24 °C 的干净水清洗烧杯,并装满烧杯。而且,若对新的样品进行测试,应当总是将水换成干净的起始状态。对于给定样品的最终时间值应当是 3 - 5 叠样品测定的平均值和标准误差。测量单位是秒。

20 当然,本发明薄页纸具体例的亲水特性可以在制造后立即测定。然而,在薄页纸制得后的头两周内:即纸制造后老化两周,薄页纸的疏水性将大大增加。于是,优选在两周结束时测量湿润时间。因此,在室温老化两周测得的湿润时间被称为“两周湿润时间”。也需要纸样的任选老化条件以模拟长期贮存条件和/或纸样品处于可能的苛刻温度和湿度。例如所研究的纸样处于 49
25 - 82 °C 一小时至一年能模拟纸样在商业中可能经受的潜在的苛刻暴露条件。另外,纸样的压热处理能模拟纸在商业中可能经受的苛刻的老化条件。应当重申经过任何严格温度试验后,样品必须在 22 - 24 °C 和 48 - 52 % 的相对湿度下再调节。所有的测试应当在控制的温度和湿度条件下进行。

C. 密度

30 在此使用的术语薄页纸的密度是由纸的定量除以厚度计算出的平均密度,并进行适当的单位转换,转化为 g/cc。在此使用薄页纸的厚度是当经受

95g/英寸²(15.5g/cm²)压缩负荷时纸的厚度。厚度用 Thwing - Albert 89 - II 厚度测量仪(Thwing - Albert 公司, Philadelphia, PA)测量。纸的定量一般是在 8 张厚的 4 × 4 英寸的纸垫上进行。该纸垫按照 Tappi 法 T402OM - 88 进行预调理, 然后测量重量, 单位为克, 精确到百分之一克。进行适当单位转换所得的定量单位为磅/3000 平方英尺。

D. 掉毛

干掉毛

使用 Sutherland Rub 测试仪、一片黑色的毛毯(由羊毛制成, 厚 2.4mm, 密度为 0.2g/cc, 可以零售织物商店如 Hancock Fabric 购得)、四磅的重物和亨特色度仪(Hunter Color meter)可测量干掉毛。Sutherland 测试仪是电机驱动的仪器, 它能使已载重的样品在静止固定的试样上来回运动。将黑色毛毯片附在四磅的重物上。将纸页安放在薄纸板上(Crescent # 300, 得自 Cordage of Cincinnati, OH.)。然后, 测试仪将加重的毛毯在静止的薄页纸试样上来回摩擦或移动 5 次。摩擦过程中的负荷为 33.1 克/平方厘米。在摩擦前后测量黑色毛毯的亨特色度 L 值。这两个亨特读数之差构成了干掉毛的量度。当然也可使用其它用于测量干掉毛的现有技术中已知的方法。

湿掉毛

测量薄页纸试样湿掉毛性的合适的方法描述于 US 4950545(1990 年 8 月 21 日授于 Walter 等人)中, 在此引入作为参考。该方法主要包括, 将薄页纸试样通过两个钢辊, 钢辊之一部分浸在水浴中。从薄页纸试样上掉的毛被转移至水浴湿润的钢辊上。连续转动的钢辊使掉毛沉积于水浴中。回收掉毛然后计算。参见 Walter 等人的专利第 5 栏第 45 行至第 6 栏第 27 行。当然也可使用现有技术中其它用于测量湿掉毛的已知方法。

选择性成分

其它常用于造纸中的化学品能加至在此所述的化学柔软组分或造纸配料中, 只要它们不显著地并相反地影响纤维材料的柔软性、吸收能力和本发明季铵和聚硅氧烷柔软化合物的柔软增强作用。

润湿剂

本发明可以包括以干纤维重量计 0.005 % - 3.0 %, 优选 0.03 % - 1.0 % (重量)的作为任选组分的润湿剂。

多羟基化合物

化学柔软组分含有约 0.01 % - 3.00 % 重量、优选约 0.01 % - 1.00 % 重量的作为任选成分的水溶性多羟基化合物。

用于本发明的多羟基化合物的例子包括，甘油、重均分子量约从 150 - 800 的聚甘油和重均分子量约从 200 - 4000、优选约从 200 - 1000、最佳约从 200 - 600 的聚乙二醇和聚丙二醇。特别优选的是重均分子量为约 200 - 600 的聚乙二醇。也可使用上述多羟基化合物的混合物。例如，甘油和重均分子量约从 200 - 1000、更佳约从 200 - 600 的聚乙二醇的混合物可用于本发明。优选，甘油对聚乙二醇的重量比从约 10: 1 至 1: 10。

特别优选的多羟基化合物为重均分子量约 400 的聚乙二醇，该材料可从 Connecticut, Danbury 的联合碳化物公司以商品名“PEG - 400”购得。
非离子表面活性剂(烷氧基化的物质)

可以用作本发明的润湿剂的合适的非离子表面活性剂包括脂肪醇、脂肪酸、脂肪胺等与环氧乙烷及任选地与环氧丙烷的加合产物。

下面描述的任何一种特定类型的烷氧基化的物质可以用作非离子表面活性剂。合适的化合物是有下列通式的基本上水溶性的表面活性剂：



其中，固态和液态组合物的 R^2 选自：伯、仲及支链烷基和/或酰基烷基；伯、仲及支链的链烯基；以及伯、仲及支链的烷基及烯基取代的酚类烷基；所述的烷基具有约 8 - 20、优选约 10 - 18 个碳原子的烷基链长度。更优选的是，用于液态组合物的烷基链长度约 16 - 18 个碳原子，而用于固态组合物的烷基链长度约 10 - 14 个碳原子。对于此处的乙氧基化的非离子表面活性剂的通式来说，Y 通常是 - O -、- C(O)O -、- C(O)N(R) - 或 - C(O)N(R)R -，其中 R^2 和 R(如果存在)具有前面所给的意义，和/或 R 可以是氢，以及 z 至少约 8、优选至少约 10 - 11。当存在较少的乙氧基化的基团时，软化剂组合物的性能及稳定性通常降低。

此处的非离子表面活性剂的特征在于约 7 - 20、优选约 8 - 15 的 HLB(亲水亲油平衡值)。当然，通过定义 R^2 和乙氧基化基团的数目，通常可测定表面活性剂的 HLB。然而，应该注意的是，本文所用的非离子型的乙氧基化的表面活性剂，用于浓缩液态组合物，含有相对长链的 R^2 基团，并且是相当高度乙氧基化的。尽管短乙氧基化的基团的较短的烷基链的表面活性剂具有所希的 HLB，但是这它们在本文并非是有用的。

下面列举了非离子表面活性剂的例子。本发明的非离子表面活性剂并非限于这些实例。在这些实例中，整数定义了分子中乙氧基(EO)基团的数目。

线性烷氧基化的醇

a. 线性伯醇烷氧基化物

5 具有 HLB 值在本文所描述的范围内的正十六醇和十八醇的癸、十一、十二、十四、十五乙氧基化物是本发明意义上的有用的润湿剂。作为组合物的粘度/分散性改性剂用于本发明的乙氧基化的伯醇的例子有正 - C₁₈EO(10) 及正 - C₁₀EO(11)。在“油酸”链长范围内的混合的天然或合成的醇的乙氧基化物也可用于本发明中。这类物质的具体例子包括油醇 - EO(11)、油醇 - 10 EO(18)及油醇 - EO(25)。

b. 线性的仲醇烷氧基化物

HLB 值位于本文所描述的范围内的 3 - 十六醇、2 - 十八醇、4 - 二十醇和 5 - 二十醇的十、十一、十二、十四、十五、十八及十九乙氧基化物均可用作本发明的润湿剂。可以用作本发明的润湿剂的乙氧基化的仲醇的例子是：2 - C₁₆EO(11)、2C₂₀EO(11)及 2 - C₁₆EO(14)。

线性的烷基苯氧基化的醇

对于醇烷氧基化物来说，烷氧基化的酚，尤其是 HLB 位于本发明所描述的范围内的的一元的烷基酚的六 - 十八的乙氧基化物可用作本发明的组合物的粘度/分散性改性剂。对 - 十三烷基苯酚和间 - 十五烷基苯酚等的六 - 十八的乙氧基物化可用于本发明中。用作本发明的混合物的润湿剂的乙氧基化的烷基酚的例子是：对 - 十三烷基苯酚 EO(11)和对 - 十五烷基苯酚 EO(18)。

本发明所用的且被本领域公知的非离子结构式中的亚苯基是含有 2 - 4 个碳原子的亚烷基的等价物。对于本发明的目的，含有亚苯基的非离子表面活性剂被认为含有等效的碳原子数。碳原子数为：“将烷基中的碳原子数加上每个亚苯基约 3.3 个碳原子的和计算而得。”

烯属的烷氧基化物

相应于前面所披露的那些链烯醇类(包括伯和仲醇两类)以及链烯基苯酚类可以被乙氧基化使它们的 HLB 在本文所描述的范围，用作本发明的润湿剂。

30 支链的烷氧基化物

从公知的“OXO”方法得到的支链的伯及仲醇可以被乙氧基化，并可

用作本发明的润湿剂。

上面的乙氧基化的非离子表面活性剂可以单独或组合地用于本发明的组合物中，“非离子表面活性剂”一词包括混合的非离子表面活性剂。

表面活性剂的量，如果使用，优选是基于薄页纸干纤维重量的约 0.01 % - 2.0 % (重量比)。表面活性剂优选具有 8 个或 8 个以上碳原子的烷基链。阴离子表面活性剂的例子是线性的烷基磺酸盐和烷基苯磺酸盐。典型的非离子表面活性剂是包括烷基醚酯类的烷基醚类，如从 Croda 公司(纽约)买到的 Crodesta SL - 40；1977 年 3 月 8 日授权于 W.K.Langdon 等人的美国专利号 4,011,389 中描述的烷基醚；以及烷基多乙氧基化的酯，如从 Glyco 化学品公司(格林威治，康涅狄格州)买到的 Pegosperse 200 ML 以及从 Rhone Poulenc 公司(Cranbury，新泽西州)买到的 IGEPAL RC - 520。

上述选择性化学添加剂只是举例性的，并不意味着限制本发明的范围。

下述实施例将阐述如何实施本发明，但并不意味着限制本发明。

实施例 1

本实施例的目的在于说明使用常规干燥和成层的造纸工艺来制备用两种化学柔软组分、永久的湿强度树脂和干强度树脂处理过的、柔软的、吸收性的和抗掉毛的多片面巾纸的方法。一种化学柔软体系(下文称为第一化学柔软剂)包括二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵(DHTDMAMS)和聚乙二醇 400(PEG - 400)；另一体系(下文称第二化学柔软剂)包括氨基官能的、聚二甲基硅氧烷和用来抵消硅氧烷疏水性的合适润湿剂。

在本发明的实施过程中使用工厂规模的 S - wrap 双网成形造纸机。首先，第一种化学柔软剂组分是固态的 DHTDMAMS 和多羟基化合物的均匀预混物，其在约 88 °C (190 °F) 融化。然后将熔融混合物分散在调节水罐(66 °C)中以形成亚微泡囊的分散体。用光学显微技术测定泡囊分散体的颗粒大小。该颗粒大小从约 0.1 - 1.0 μm。制备第二种化学柔软剂，先将氨基 - 聚二甲基硅氧烷(即 CM 2266，GE Silicones of Waterford, NY 销售)水乳液与水混合，接着以硅氧烷与润湿剂的重量比为 2:1 的比例将其与润湿剂(即 Acconon, karlshamns USA, Inc. of Columbus, OH)渗混。

接着，在常规的碎浆机(repulper)中制备 3 % 重量的北方软木硫酸盐纤维的水悬浮液。轻轻地精磨该 NSK 浆液并以总纸页干纤维重量 0.25 % 的比率将 12.5 % 的永久性湿强度树脂[即，Hercules Incorporated(Wilmington, DE)销

售的 Kymene™557LX]液添加至 NSK 浆管中。通过在线混合器(inline mixer)增强了永久湿强度树脂在 NSK 纤维上的吸附作用。在混合浆泵(fan pump)前,以总纸页干纤维重量 0.083 % 的比率将 2 % 的干强度树脂溶液[即,得自 Hercules Incorporated(Wilmington, DE)的 CMC]添加至 NSK 浆中。在混合浆

5 泵处将该 NSK 浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

第三步是,用常规的碎浆机制备 3 % 重量的桉树纤维的水悬浮液。在在线混合器之前,以总纸页干纤维重量 0.15 % 的比率将 2 % 的第一种化学柔软剂组合物溶液添加至桉树浆管中,然后添加干纤维重量 0.05 % 比率的 1 % 的 CMC 溶液。在混合浆泵处将桉树浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

10 将各自处理的料流(料流 1 = 100 % NSK/料流 2 = 100 % 桉树浆)分别通过网前箱并沉积至一长网上,从而形成含等量 NSK 和桉树浆的两层纸胚。通过长网脱水。该成形网为 Lindsay,系列 2164(由 Lindsay wire Inc., Florence, Miss.销售)或类似设计。在递纸位置,纤维浓度约 8 % 时,将该湿纸胚从长网递至常规毛毯上。通过压榨和真空帮助的脱水进一步脱水,直至纤维浓度为约 35 % 为止。然后,将该纸幅附着于杨克式烘缸的表面使桉树纤维层与杨克烘缸接触。在用刮刀刀片对纸幅进行干起皱前,该纤维的浓度增至约 96

15 %。该刮刀刀片具有约 16 度的斜角,并相对于杨克式烘缸放置,以提供约 85 度的冲击角;该杨克式烘缸以约 1100mpm(米/分)(约 3607 英尺/分)的速度进行操作。干纸幅通过橡胶位于钢之上的压光区。将 18 % 的第二种化学柔软剂组合物均匀地喷涂到压光系统位置较低的钢辊上,其从钢辊上以总纸页

20 干纤维 0.15 % 的比率转移到纸幅的桉树层并且水分最少。干纸幅以 880mpm (2860 英尺/分)速度形成纸卷。

将纸幅制成每片成两层的、双片面巾纸,如图 1 所示。该多片面巾纸的定量为约 18/3M 平方英尺,含有约 0.25 % 的永久湿强度树脂,约 0.083 % 的干强度树脂,约 0.15 % 的第一化学柔软组合物和 0.15 % 第二化学柔软组合物。重要的是,得到的多片薄页纸是柔软的、吸收性的,具有良好的抗掉毛性并适于用作面巾纸。

25

实施例 2

本实施例的目的在于说明使用常规的干燥技术和成层的造纸技术制备

30 用两种化学柔软组分、永久的湿强度树脂和干强度树脂处理的、柔软的、吸收性的和抗掉毛的多片面巾纸的方法。一种化学柔软体系(下文称为第一化学



柔软剂)包括二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵(DHTDMAMS)和聚乙二醇400(PEG - 400);另一体系(下文称第二化学柔软剂)包括氨基官能的、聚二甲基硅氧烷和用来抵消硅氧烷疏水性的合适润湿剂。

在本发明的实施过程中使用试验规模的长网造纸机。第一种化学柔软组分是固态的 DHTDMAMS 和 PEG - 400 的均匀预混物,其在约 88 °C(190 ° F)熔化。然后将该熔融混合物分散在调节水罐(66 °C)中,以形成亚微泡囊的分散体。使用光学显微技术测定该泡囊分散体的颗粒大小。该颗粒大小约从 0.1 - 1.0 μm 。制备第二种化学柔软组分:首先将氨基-聚二甲基硅氧烷(即 CM2266,由 GE Silicones of Waterford, NY 销售)水乳液与水混合,然后以硅氧烷与润湿剂为 2 : 1 的比例将其与润湿剂(即 Neodol 25 - 12, Shell 化学公司, Houston, TX 销售)掺混。

接着,在常规的碎浆机中制备 3 % 重量的 NSK 水悬浮液。轻柔地精磨该 NSK 浆液并以总纸页干纤维重量 0.2 % 的比率将 1 % 的永久性湿强度树脂[即, Hercules Incorporated(Wilmington, DE)销售的 KymeneTM557H]液添加至 NSK 浆管中。通过在线混合器增强了永久湿强度树脂在 NSK 纤维上的吸附作用。在混合浆泵前,以总纸页干纤维重量 0.05 % 的比率将 0.25 % 的干强度树脂[即,得自 Hercules Incorporated(Wilmington, DE)的 CMC]液添加至 NSK 浆中。在混合浆泵处将该 NSK 浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

第三步是,用常规的碎浆机制备 3 % 重量的桉树纤维的水悬浮液。以总纸页干纤维重量 0.05 % 的比率将 1 % 的永久湿强度树脂(即 KymeneTM557H)添加至桉树浆管中,然后,以总纸页干纤维重量 0.025 % 的比率添加 0.25 % 的 CMC 溶液。在混合浆泵之前,以总纸页干纤维重量 0.15 % 的比率将 2 % 的第一种化学柔软混合物溶液添加至桉树浆管中。在混合浆泵处将桉树浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

将各自处理的料流(料流 1 = 100 % NSK/料流 2 = 100 % 桉树浆)分别通过网前箱并沉积至一长网上,从而形成含等量 NSK 和桉树浆的两层纸胚。通过长网以及通过导流板和真空吸水箱的帮助而脱水。该长网为分别具有每英寸轴向 105 根和横向 107 根单丝的 5 - 梭口、缎纹组织构型。在递纸位置纤维浓度约 8 % 时,将该湿纸胚从长网递至常规的毛毯上。通过压榨和真空帮助的脱水完成进一步脱水,直至纤维浓度为约 35 % 为止。然后将该纸幅附着至杨克式烘缸的表面使桉树纤维层与杨克烘缸接触。在用刮刀刀片对纸



幅进行干起皱前，将该纤维的浓度增至约 96 %。该刮刀刀片具有约 25 度的斜角，并相对于杨克式烘缸装置，以提供约 81 度的冲击角；该杨克式烘缸以约 800fpm(英尺/分)(约 244m/min)的速度进行操作。将干纸幅通过橡胶位于钢辊之上的压光区。将 15 %的第二种化学柔软剂组合物液均匀地喷涂到压光系统位置较低的钢辊上，其从钢辊上以总纸页干纤维 0.15 %的比率转移到纸幅桉树层并且水分量最少。干纸幅以 650fpm(约 198m/min)的速度形成纸卷。

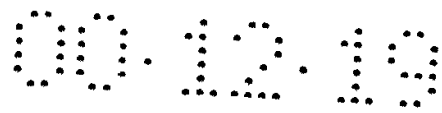
将纸幅制成每片成两层的、双片面巾纸，如图 1 所示。该多片面巾纸的定量为 18 #/3 M 平方英尺，含有约 0.25 %的永久湿强度树脂，约 0.075 %的干强度树脂、约 0.15 %的第一种化学柔软混合物和 0.15 %第二种化学柔软混合物。重要的是，得到的多片薄页纸是柔软的、吸收性的，具有良好的抗掉毛性并适于用作面巾纸。

实施例 3

本实施例的目的在于说明使用通风干燥技术和成层的造纸技术制备用两种化学柔软组分、永久的湿强度树脂和干强度树脂处理的、柔软的、吸收性的和抗掉毛的多片面巾纸的方法。一种化学柔软体系(下文称第一种化学柔软剂)包括二(氢化)牛脂二甲基氯化铵(DHTDMAC)和聚乙二醇 400(PEG - 400)；另一种化学柔软体系由氨基官能聚二甲基硅氧烷和用来抵消硅氧烷疏水性的润湿剂组成。

在本发明的实施过程中使用试验规模的长网造纸机。第一种化学柔软组分为固态的 DHTDMAC 和 PEG - 400 的均匀预混物，其在约 88 °C(190 °F)融化。然后将该熔融混合物在调节水罐(66 °C)中分散，以形成亚微泡囊的分散体。使用光学显微技术测定该泡囊分散体的颗粒大小。该颗粒大小约从 0.1 - 1.0 μ m。制备第二种化学柔软剂：先将氨基 - 聚二甲基硅氧烷(即 CM2266，由 GE Silicones of waterford，NY 销售)水乳液与水混合，然后以硅氧烷与润湿剂为 2 : 1 的比例将其混入润湿剂中(即 Neodol 25 - 12，由 Shell 化学公司，Houston, TX 销售)。

接着，在常规的碎浆机中制备 3 %重量的 NSK 水悬浮液。轻柔地精磨该 NSK 浆液并以总纸页干纤维重量 0.75 %的比率将 2 %的永久性湿强度树脂[即，Hercules Incorporated(Wilmington, DE)销售的 Kymene™557H]液添加至 NSK 浆管中。通过在线混合器增强了永久湿强度树脂在 NSK 纤维上的吸



附作用。在混合浆泵前，以总纸页干纤维重量 0.2 % 的比率将 1 % 的干强度树脂[即，得自 Hercules Incorporated(Wilmington, DE)的 CMC]液添加至 NSK 浆中。在混合浆泵处将该 NSK 浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

5 第三步是，用常规的碎浆机制备 3 % 重量的桉树纤维的水悬浮液。以总纸页干纤维重量 0.2 % 的比率将 2 % 的永久湿强度树脂(即，Kymene™ 557H)添加至桉树浆管中，然后，以总纸页干纤维重量 0.05 % 的比率添加 1 % 的 CMC 溶液。在混合浆泵之前，以总纸页干纤维重量 0.2 % 的比率将 2 % 的第一种化学柔软剂混合物溶液添加至桉树浆管中。在混合浆泵处将桉树浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

10 将各自处理的料流(料流 1 = 100 % NSK/料流 2 = 100 % 桉树浆)分别通过网前箱并沉积至一长网上，从而形成含等量 NSK 和桉树浆的两层纸胚。通过长网并借助导流板和真空吸水箱脱水。该长网为分别具有每英寸机器方向 105 根和横向 107 根单丝的 5 - 梭口、缎纹组织构型。在递纸位置纤维浓度约 15 % 时，将该湿纸胚从长网递至根据 US4528239(1985 年 7 月 9 日授予 Trokhan)制得的光致聚合物带上。通过真空帮助的脱水完成进一步脱水，直至纤维浓度为约 28 % 为止。通过通风(air blow through)将构图的纸幅预干燥至纤维浓度 65 % (重量)。然后用含 0.25 % 的聚乙烯醇(PVA)水溶液的喷雾起皱粘结剂将该纸幅附着至杨克式烘缸的表面。在用刮刀片对纸幅进行干起皱前，将该纤维的浓度增至约 96 %。该刮刀刀片具有约 25 度的斜角，并相
20 对于杨克式烘缸装置，以提供约 81 度的冲击角；该杨克式烘缸以约 800fpm(英尺/分)(约 244m/min)的速度进行操作。将干纸幅通过橡胶位于钢之上的压光辊隙。将 15 % 的第二种化学柔软剂混合物溶液均匀地喷涂到压光系统位置较低的钢辊上，其从钢辊上以总纸页干纤维 0.15 % 的比率转移至桉树层并且水分量最小。干纸幅以 680fpm(约 208m/min)的速度形成纸卷。

25 将纸幅制成每片成两层的、双片面巾纸，如图 1 所示。该多片面巾纸的定量为 20 #/3 M 平方英尺，含有约 0.95 % 的永久湿强度树脂，约 0.125 % 的干强度树脂、和约 0.25 % 的化学柔软剂混合物。重要的是，得到的多片薄页纸是柔软的、吸收性的，具有良好的抗掉毛性并适于用作面巾纸。

实施例 4

30 本实施例的目的在于说明使用常规干燥造纸技术制备用两种化学柔软组分、永久的湿强度树脂和干强度树脂处理的、柔软的、吸收性的和抗掉毛



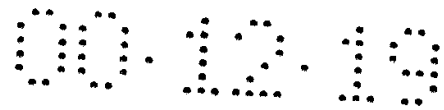
的多片面巾纸的方法。一种化学柔软体系(下文称为第一化学柔软剂)包括二(氢化)牛脂二甲基甲基硫酸铵(DHTDMAMS)和聚乙二醇 400(PEG - 400); 另一体系(下文称第二化学柔软剂)包括氨基官能的、聚二甲基硅氧烷和用来抵消硅氧烷疏水性的合适润湿剂。

5 在本发明的实施过程中使用试验规模的长网造纸机。第一种化学柔软组分为固态的 DHTDMAMS 和 PEG - 400 的均匀预混物, 其在约 88 °C(190 °)熔化。然后将该熔融混合物在调节水罐(66 °C)中分散, 以形成亚微泡囊的分散体。使用光学显微技术测定该泡囊分散体的颗粒大小。该颗粒大小约从 0.1 - 1.0 μ m。制备第二种化学柔软剂: 先将氨基-聚二甲基硅氧烷(即
10 CM2266, 由 GE Silicones of waterford, NY 销售)水乳液与水混合, 然后以硅氧烷与润湿剂为 2 : 1 的比例将其混入润湿剂中(即 Neodol25 - 12, 由 Shell 化学公司, Houston, TX 销售)。

 首先, 在常规的碎浆机中制备 3 % 重量的 NSK 水悬浮液。轻柔地精磨该 NSK 浆液并以总纸页干纤维重量 0.25 % 的比率将 1 % 的永久性湿强度树脂
15 脂[即, Hercules Incorporated(Wilmington, DE)销售的 Kymene™ 557H]液添加至 NSK 浆管中。通过在线混合器增强了永久湿强度树脂在 NSK 纤维上的附着作用。在混合浆泵前, 以总纸页干纤维重量 0.05 % 的比率将 0.25 % 的干强度树脂[即, 得自 Hercules Incorporated(Wilmington, DE)的 CMC]液添加至 NSK 浆中。在混合浆泵处将该 NSK 浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

20 将处理的 NSK 料流沉积至一长网上, 从而形成一单层纸胚。通过长网以及通过导流板和真空吸水箱的帮助而脱水。该长网为分别具有每英寸机器方向 105 根和横向 107 根单丝的 5 - 梭口、缎纹组织构型。在递纸位置纤维浓度约 8 % 时, 将该湿纸胚从长网递至常规的毛毯上。通过压榨和真空帮助的脱水完成进一步脱水, 直至纤维浓度为约 35 % 为止。然后将该纸幅附着
25 至杨克式烘缸的表面。在用刮刀刀片对纸幅进行干起皱前, 将该纤维的浓度增至约 96 %。该刮刀刀片具有约 25 度的斜角, 并相对于杨克式烘缸装置, 以提供约 81 度的冲击角; 该杨克式烘缸以约 800fpm(英尺/分)(约 244m/min)的速度进行操作。干纸幅以 650fpm(约 200m/min)的速度形成纸卷。

 第二步是, 用常规的碎浆机制备 3 % 重量的桉树纤维的水悬浮液。以总
30 纸页干纤维重量 0.05 % 的比率将 1 % 的永久性湿强度树脂(即, Kymene™ 557H)添加至桉树浆管中, 然后, 以总纸页干纤维重量 0.025 % 的比率添加



0.25 % 的 CMC 溶液。在混合浆泵之前，以总纸页干纤维重量 0.15 % 的比率将 2 % 的第一种化学柔软混合物溶液添加至桉树浆管中。在混合浆泵处将桉树浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

5 将处理的桉树浆料流至一长网上，从而形成含等量 NSK 和桉树浆的两层纸胚。通过长网以及通过导流板和真空吸水箱的帮助而脱水。该长网为分别具有每英寸机器方向 105 根和横向 107 根单丝的 5 - 梭口、缎纹组织构型。在递纸位置纤维浓度约 8 % 时，将该湿纸胚从长网递至常规的毛毯上。通过压榨和真空帮助的脱水完成进一步脱水，直至纤维浓度为约 35 % 为止。然后将该纸幅附着至杨克式烘缸的表面。在用刮刀刀片对纸幅进行干起皱前，
10 将该纤维的浓度增至约 96 %。该刮刀刀片具有约 25 度的斜角，并相对于杨克式烘缸装置，以提供约 81 度的冲击角；该杨克式烘缸以约 800fpm(英尺/分)(约 244m/min)的速度进行操作。将干纸幅通过橡胶位于钢之上的压光辊隙。将 15 % 的第二种化学柔软剂组合物液均匀地喷涂到压光系统位置较低的钢辊上，以总纸页干纤维 0.15 % 的比率转移至桉树层并且水分量最小。
15 纸幅以 650fpm(约 200m/min)的速度形成纸卷。

将纸幅制成 3 片的面巾纸，如图 2 所示。柔软的桉树片在外层，强 NSK 片在内层。该多片面巾纸的定量为 26 #/3M 平方英尺，含有约 0.12 % 的永久湿强度树脂，约 0.033 % 的干强度树脂、约 0.10 % 的第一化学柔软混合物和 0.10 % 第二化学柔软混合物。重要的是，得到的多片薄页纸是柔软的、吸
20 收性的，具有良好的抗掉毛性并适用作面巾纸。

实施例 5

本实施例的目的在于说明使用通风干燥技术和成层的造纸技术制备用两种化学柔软组分、暂时的湿强度树脂和干强度树脂处理的、柔软的、吸收性的和抗掉毛的单片卫生纸的方法。一种化学柔软体系(下文称第一种化学柔
25 软剂)包括二(氢化)牛脂二甲基氯化铵(DHTDMAC)和聚乙二醇 400(PEG - 400); 另一种化学柔软体系由氨基官能聚二甲基硅氧烷和用来抵消硅氧烷疏水性的润湿剂组成。

在本发明的实施过程中使用试验规模的长网造纸机。第一种化学柔软组分为固态的 DHTDMAC 和 PEG - 400 的均匀预混物，其在约 88 °C(190 °
30 F)融化。然后将该熔融混合物在调节水罐(66 °C)中分散，以形成亚微泡囊的分散体。使用光学显微技术测定该泡囊分散体的颗粒大小。该颗粒大小约从



0.1 - 1.0 μ m。制备第二种化学柔软剂：先将氨基-聚二甲基硅氧烷(即 CM2266，由 GE Silicones of waterford，NY 销售)水乳液与水混合，然后以硅氧烷与润湿剂为 2 : 1 的比例将其混入润湿剂中(即 Neodol 25 - 12，由 Shell 化学公司，Houston, TX 销售)。

5 接着，在常规的碎浆机中制备 3 % 重量的 NSK 水悬浮液。轻柔地精磨该 NSK 浆液并以总纸页干纤维重量 0.4 的比率将 2 % 的暂时湿强度树脂(即 National Starch 78 - 0080，国家淀粉化学品公司，纽约，NY)液添加至 NSK 浆管中。通过在线混合器增强了暂时湿度树脂在 NSK 纤维上的附着作用。在混合浆泵处将该 NSK 浆液稀释至约 0.2 % 的浓度。

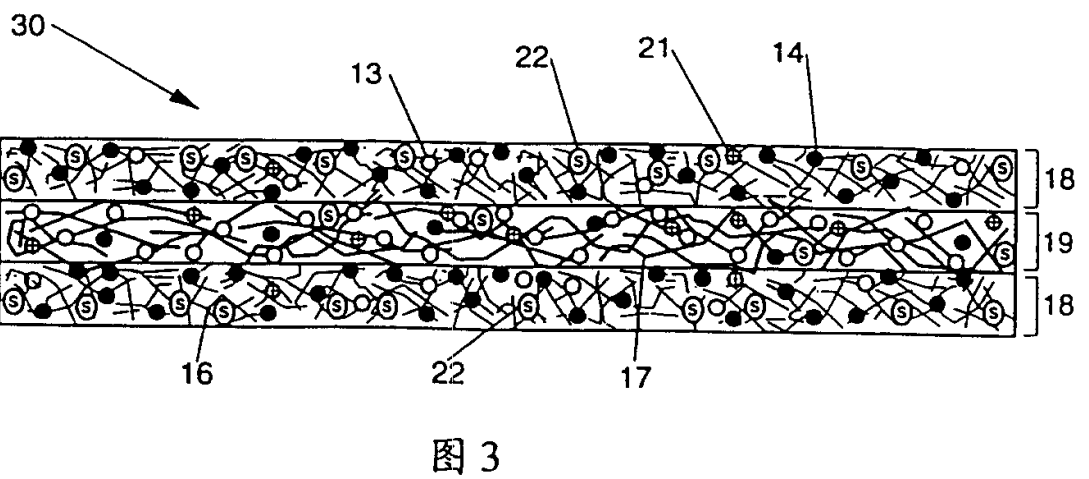
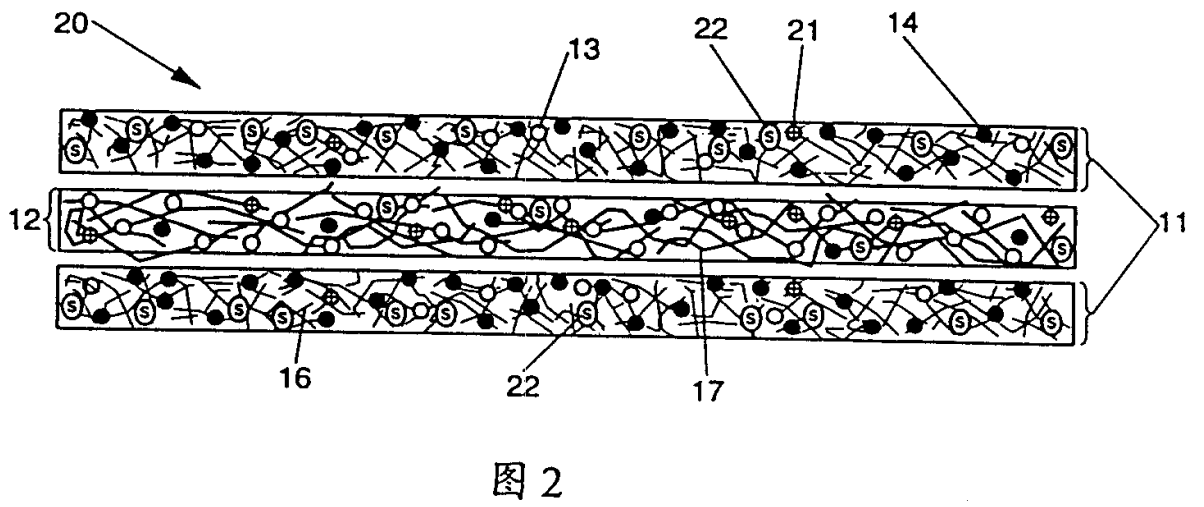
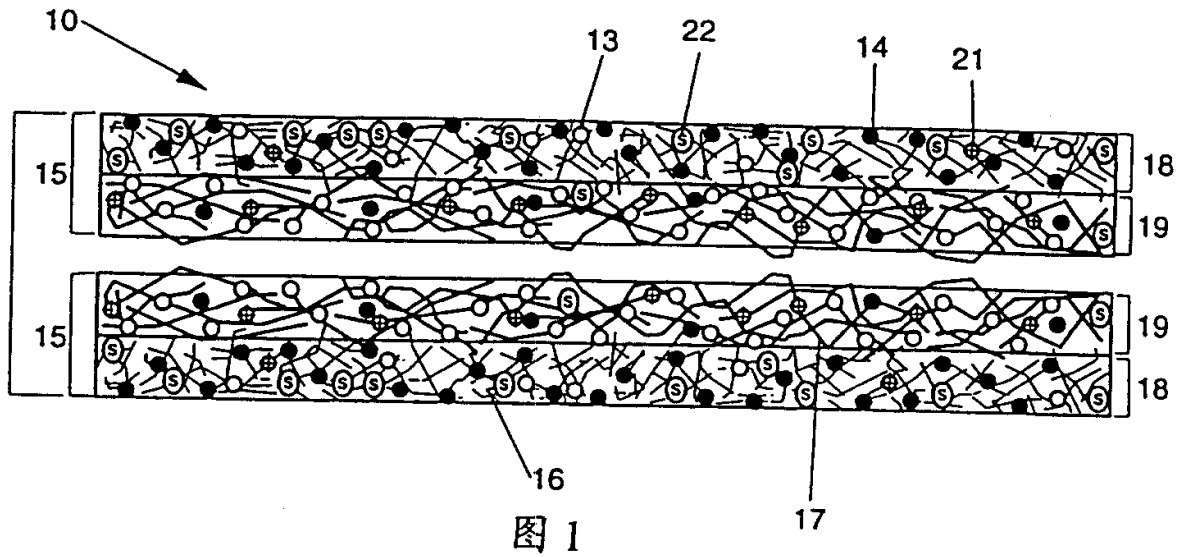
10 第三步是，用常规的碎浆机制备 3 % 重量的桉树纤维的水悬浮液。在在线混合器前，以总纸页干纤维重量 0.3 % 的比率将 2 % 的第一种化学柔软混合物液添加至桉树浆管中，然后，以总纸页干纤维重量 0.25 % 的比率添加 1 % 的 CMC 溶液。将桉树浆分成两相同的料流，并在混合浆泵处稀释至约 0.2 % 的浓度。

15 将各自处理的料流(料流 1 = 100 % NSK/料流 2 和 3 = 100 % 桉树浆)分别通过网前箱并沉积至一长网上，从而形成含 30 % NSK 和 70 % 桉树浆的三层纸胚。成形的纸幅如图 3 所示，桉树在外层，NSK 在内层。通过长网以及通过导流板和真空吸水箱的帮助而脱水。该长网为 5 - 梭口、84M 构型。在递纸位置纤维浓度约 15 % 时，将该湿纸胚从长网递至 44 × 33 5A 干燥/压印织物上。通过真空帮助的脱水完成进一步脱水，直至纤维浓度为约 28 % 为止。通风将构图的纸幅预干燥至 65 % (重量)浓度。然后用含 0.25 % 的聚乙烯醇(PVA)水溶液的喷雾起皱粘合剂将该纸幅附着至杨克式烘缸的表面。在用刮刀刀片对纸幅进行干起皱前，将该纤维的浓度增至约 96 %。该刮刀刀片具有约 25 度的斜角，并相对于杨克式烘缸放置，以提供约 81 度的冲击角；该杨克式烘缸以约 800fpm(英尺/分)(约 244m/min)的速度进行操作。将干纸幅通过橡胶位于钢辊之上的压光辊隙。将 15 % 的第二种化学柔软剂组合物液均匀地喷涂到压光系统位置较低的钢辊上，其从钢辊上以总纸页干纤维 25 0.15 % 的比率转移至桉树层并且水分量最小。干幅纸以 680fpm(208m/min)的速度形成纸卷。

30 将纸幅制成三层、单片的卫生纸。该单片卫生纸的定量为 18 ^g/3M 平方英尺，含有约 0.4 % 的暂时湿强度树脂，约 0.25 % 的干强度树脂、约 0.30 %

的第一种化学柔软混合物和 0.15 % 的第二种化学柔软混合物。重要的是，得到的单片薄页纸是柔软的、吸收性的，具有良好的抗掉毛性并适于用作卫生纸。

说明书附图



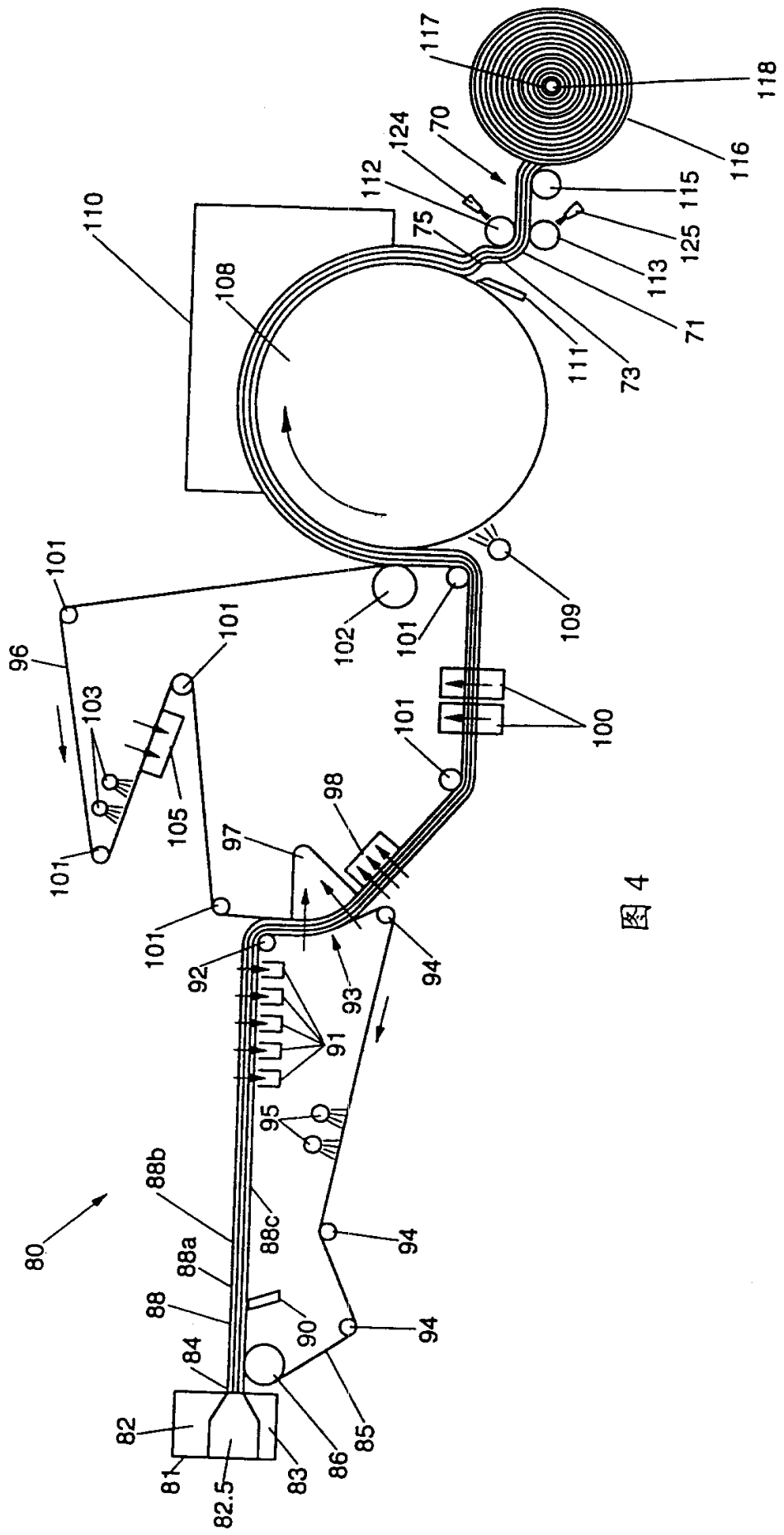


图 4