

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200580013019.9

[51] Int. Cl.

*D01F 2/00 (2006.01)*

*D01F 6/00 (2006.01)*

*D01F 6/14 (2006.01)*

[45] 授权公告日 2009年10月7日

[11] 授权公告号 CN 100547128C

[22] 申请日 2005.4.29

[21] 申请号 200580013019.9

[30] 优先权

[32] 2004.4.29 [33] US [31] 10/834,540

[86] 国际申请 PCT/US2005/015329 2005.4.29

[87] 国际公布 WO2005/108658 英 2005.11.17

[85] 进入国家阶段日期 2006.10.25

[73] 专利权人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 D·W·卡贝尔 D·W·勒布克

L·N·麦基 G·C·戈登

M·R·理查德 F·J·凯克

[56] 参考文献

CN1007438A 1987.1.21

审查员 高德洪

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公  
司

代理人 陈平

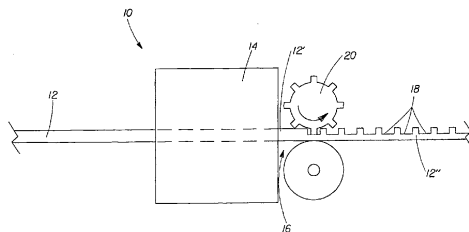
权利要求书1页 说明书24页 附图2页

[54] 发明名称

聚合结构及其制造方法

[57] 摘要

提供了聚合结构、用于制造该聚合结构的方法、包含该聚合结构的纤维结构和掺有该聚合结构的纤维产品。



1. 一种纤维结构，其包含包含聚乙烯醇和羟基聚合物淀粉的纤维。
2. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维结构包含彼此缔合的两种或多种纤维。
3. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维结构包括两个或多个显示具有彼此不同的普通强度性质的值的区域。
4. 如权利要求3所述的纤维结构，其中所述普通强度性质选自：密度、基重、厚度、基底厚度、高度、不透明性、绉频，以及它们的混合。
5. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维结构包括含有缔合纤维的第一区域和包含非缔合纤维的第二区域。
6. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维结构包括两个或多个区域，所述区域显示具有彼此不同的普通强度性质的值。
7. 如权利要求6所述的纤维结构，其中所述普通强度性质选自：密度、基重、厚度、基底厚度、高度、不透明性、绉频，以及它们的混合。
8. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维结构显示峰值载荷时至少约5%的拉伸。
9. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维结构显示破坏载荷时至少约10%的拉伸。
10. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维还包括含有交联剂的交联体系，其中的非一聚乙烯醇加工的羟基聚合物淀粉通过所述交联剂交联，使得所述纤维总体上不显示熔点。
11. 如权利要求1所述的纤维结构，其中所述纤维显示小于约50 $\mu\text{m}$ 的纤维直径。
12. 一种纤维产品，所述纤维产品包含一种或多种如权利要求1所述的纤维结构。

## 聚合结构及其制造方法

### 发明领域

本发明涉及包含 PVOH 加工的羟基聚合物组合物的聚合结构，所述组合物包括至少包含聚乙烯醇 (PVOH) 羟基聚合物的羟基聚合物，本发明还涉及包含这种聚合结构的纤维结构，以及用于制造上述物质的方法。

### 发明背景

最近几年，纤维结构的配制人员已经尝试离开基于木材的纤维素纤维，而转向聚合物纤维。含聚合物纤维的纤维结构是本领域已知的。参见例如 EP 1 217 106 A1。

然而，尝试制造含聚合物纤维的纤维结构的此类现有技术未能获得它们的基于木材的含纤维素纤维的纤维结构同类的强度性质。

因此，需要聚合结构和/或包含纤维形式的聚合结构的纤维结构，所述聚合结构和纤维结构显示具有基本上类似于或优于基于木材的含纤维素纤维的纤维结构的强度性质。

### 发明概述

本发明通过提供一种聚合结构和/或一种包含纤维形式的聚合结构的纤维结构满足了上述需要。与基于木材的含纤维素纤维的纤维结构相比，所述聚合结构和纤维结构显示具有基本上类似的或更好的强度性质。

在本发明的一个方面，提供了一种包含 PVOH 加工的羟基聚合物组合物的聚合结构，所述组合物包含至少包括聚乙烯醇 (PVOH) 羟基聚合物的羟基聚合物，其中所述聚合结构显示具有的峰值载荷时拉伸为至少约 5% 和/或至少约 8% 和/或至少约 10%，和/或显示具有的破坏载荷时拉伸为至少约 10% 和/或至少约 13% 和/或至少约 20%。

在本发明的另一个方面，提供了一种包含依照本发明的纤维形式的聚合结构的纤维结构，其中纤维结构显示具有的峰值载荷时拉伸为至少约

5% 和/或至少约 8% 和/或至少约 10%，和/或显示具有的破坏载荷时拉伸为至少约 10% 和/或至少约 13% 和/或至少约 20%。

在本发明的另一个方面，提供了一种包含一种或多种依照本发明纤维结构的纤维产品。

在本发明的另一个方面，提供了一种用于制造聚合结构的方法，所述方法包括以下步骤：

- a. 提供一种 PVOH 聚合物熔融组合物，所述组合物包含至少包括 PVOH 羟基聚合物的羟基聚合物；和
- b. 聚合物加工该 PVOH 聚合物熔融组合物以形成聚合结构；

其中所述聚合结构显示具有的峰值载荷时拉伸为至少约 5% 和/或至少约 8% 和/或至少约 10%，和/或显示具有的破坏载荷时拉伸为至少约 10% 和/或至少约 13% 和/或至少约 20%。

在本发明的另一个方面，提供了一种依照本发明方法生产的纤维形式的聚合结构。

在本发明的另一个方面，提供了一种用于制造纤维结构的方法，所述方法包括以下步骤：

- a. 提供了一种 PVOH 聚合物熔融组合物，所述组合物包括至少包含 PVOH 羟基聚合物的羟基聚合物；
- b. 聚合物加工该 PVOH 聚合物熔融组合物以形成纤维形式的聚合结构；和
- c. 将纤维形式的聚合结构结合到纤维结构中；

其中所述纤维结构显示具有的峰值载荷时拉伸为至少约 5% 和/或至少约 8% 和/或至少约 10%，和/或显示具有的破坏载荷时拉伸为至少约 10% 和/或至少约 13% 和/或至少约 20%。

在本发明的另一个方面，提供了一种包含两种或多种纤维的纤维结构，其中至少一种纤维包含纤维形式的聚合结构，其中所述纤维结构包括含有缔合纤维的第一区域和包含非缔合纤维的第二区域。

在本发明的另一个方面，提供了一种包含一种或多种纤维结构的纤维产品，所述纤维结构包括含有缔合纤维的第一区域和包含非缔合纤维的第二区域。

在本发明的另一个方面，提供了一种用于制造纤维结构的方法，所述方法包括以下步骤：

- a. 提供包含两种或多种纤维的纤维结构，其中至少一种纤维包含纤维形式的聚合结构；和
- b. 使两种或多种纤维互相缔合起来，使得形成包括含有缔合纤维的第一区域和包含非缔合纤维的第二区域的纤维结构。

因此，本发明提供了一种聚合结构、一种包含此类纤维形式的聚合结构的纤维结构、一种包含一种或多种此类纤维结构的纤维产品、用于制造此类聚合结构的方法、用于制造包含纤维形式的聚合结构的此类纤维结构的方法，以及由这种方法生产的纤维形式的聚合结构。

#### 附图简述

图 1 是用于制造依照本发明聚合结构的方法的示意图。

图 2 是适用于本文所述棉绒/起球测试方法的照相机安装示意图。

#### 发明详述

##### 定义

本文所用的“聚合结构”是指通过聚合物加工本发明的 PVOH 聚合物熔融组合物所生产的任何物质结构。此类聚合结构的非限制性实施例包括纤维、薄膜和泡沫。此类聚合结构，特别是在纤维状时，可任选地同其它物质结构，如纤维素纤维和热塑性水不溶性聚合物纤维一起使用以形成纤维结构。本发明的聚合结构总体上优选没有熔点，或换句话说讲所述聚合结构是非热塑性聚合结构。也期望本发明的聚合结构为基本上均匀的。

本文所用的“失效拉伸”由下式定义：

$$\frac{\text{聚合结构}_{FL} \text{ 的长度} - \text{聚合结构}_I \text{ 的长度}}{\text{聚合结构}_I \text{ 的长度}} \times 100\%$$

其中：

“聚合结构<sub>FL</sub> 的长度”是在破坏载荷时聚合结构的长度；

“聚合结构<sub>I</sub> 的长度”是在拉伸之前聚合结构的初始长度。

本文所用的“峰值拉伸”由下式定义：

聚合结构<sub>PL</sub> 的长度 - 聚合结构<sub>I</sub> 的长度 X 100%

聚合结构<sub>I</sub> 的长度

其中:

“聚合结构<sub>PL</sub> 的长度”是在峰值载荷时聚合结构的长度;

“聚合结构<sub>I</sub> 的长度”是在拉伸之前聚合结构的初始长度。

“聚合结构的强度”是通过测定聚合结构的“总干拉伸强度”(既在 MD 又在 CD) 或“TDT”来确定的。TDT 或拉伸通过提供 2.5cm X 12.7cm (一 (1) 英寸乘以五 (5) 英寸) 窄条的聚合结构, 和/或提供包含需要测试的这种聚合结构的纤维产品来测定。将每个窄条放在市售自 Instron Corp., Canton, Massachusetts 的电子张力检验器 Model 1122 上。张力检验器的夹头速度为约 5.1cm/分钟(每分钟 2.0 英寸), 并且标距为约 2.54cm (1.0 英寸)。张力检验器计算出“峰值载荷”时的拉伸和“破坏载荷”时的拉伸。基本地, 张力检验器通过上述公式计算拉伸。本文所用的“峰值载荷时拉伸”是对于 MD 和 CD “峰值载荷时拉伸”的平均值。本文所用的“破坏载荷时拉伸”是对于 MD 和 CD “破坏载荷时拉伸”的平均值。

“纵向”(或 MD) 是平行于使聚合结构流穿过制造设备的方向。

“横向”(或 CD) 是垂直于纵向, 并且平行于所述聚合结构的总平面的方向。

本文所用的“纤维”是指具有主轴的细长的、薄的并且高度柔韧的物体, 同垂直于主轴的纤维的两个互相正交的轴相比, 该主轴很长。优选地, 主轴长度与垂直于主轴的纤维横截面的当量直径的纵横比为大于 100/1, 更具体地讲大于 500/1, 并且还更具体地讲大于 1000/1, 并且甚至更具体地讲, 大于 5000/1。

本发明的纤维可以为连续的或基本连续的。如果纤维延伸到纤维结构和/或由其制造的纤维产品的 MD 长度的 100%, 那么该纤维就是连续的。在一个实施方案中, 如果纤维延伸到纤维结构和/或由其制造的纤维产品的 MD 长度的大于约 30% 和/或大于约 50% 和/或大于约 70%, 那么该纤维就是基本连续的。

如由本文所述的“纤维直径测试方法”所测定，纤维可具有的纤维直径为小于约 50 微米，和/或小于约 20 微米，和/或小于约 10 微米，和/或小于约 8 微米，和/或小于约 6 微米。

本发明的聚合结构，尤其是本发明的纤维，可通过将羟基聚合物交联在一起来生产。在一个实施方案中，作为交联结果形成的聚合结构，尤其是纤维形式的聚合结构，总体上显示没有熔点。换句话讲，它在熔融前降解。用于实现交联的合适交联体系的非限制性实施例包含交联剂并且任选地包含交联促进剂，其中所述羟基聚合物通过交联剂交联。

包含羟基聚合物的纤维可包括熔融纺纤维、干纺纤维和/或纺粘纤维、人造短纤维、中空纤维、异形纤维，如多叶形纤维和多组分纤维，尤其是双组分纤维。多组分纤维，尤其是双组分纤维，可以为并列型、皮芯型、分割饼型、丝带型、海岛型构型，或它们的任何组合。外皮可以连续地或不连续地环绕芯。外皮与芯的重量比率可以为约 5:95 至约 95:5。本发明的纤维可具有不同的几何形状，这些几何形状包括圆形、椭圆形、星形、矩形，以及其它多种偏心形。

在另一个实施方案中，包含羟基聚合物的纤维可包括多成分纤维，如多组分纤维，其包含本发明羟基聚合物以及热塑性水不溶性聚合物。本文所用的多组分纤维是指在空间相互关系中，具有多于一个单独部分的纤维。多组分纤维包括双组分纤维，其被定义为在空间相互关系中具有两个单独部分的纤维。多组分纤维的不同组分，可越过纤维的横截面排列在基本上明显不同的区域中，并且沿纤维长度连续延伸。

此类多组分纤维（具体地讲为双组分纤维）的非限制性实施例是这样一种双组分纤维，其中羟基聚合物作为纤维的芯，并且热塑性水不溶性聚合物作为环绕或基本上环绕纤维的芯的外皮。自其中衍生此类纤维的聚合物熔融组合物，优选包括羟基聚合物和热塑性水不溶性聚合物。

在另一个多组分（尤其是双组分）纤维实施方案中，外皮可包含羟基聚合物和含有交联剂的交联体系，并且芯可包含羟基聚合物和含有交联剂的交联体系。对于外皮和芯，羟基聚合物可为相同的或不同的，并且交联剂可为相同的或不同的。此外，羟基聚合物的含量可为相同的或不同的，并且交联剂的含量可为相同的或不同的。

本发明的一种或多种基本连续的或连续的纤维，可被结合到如纤维网这样的纤维结构。此类纤维结构最终可被结合到如单层或多层纤维产品这样的商业产品，如面巾纸、卫生纸、纸巾和/或擦拭物、女性护理产品、尿布、书写纸、芯，如薄纸芯，以及其它类型的纸制品。

本文所用的“层片”是指将单一的纤维结构与其它层片任选地设置成基本上邻近的面对面关系，形成多层纤维产品。也设想单一的纤维结构可有效地形成两“层片”或多“层片”，例如，通过折叠在其自身上。层片也可作为薄膜或其它聚合结构存在。

本文所用的“基重”是每单位面积样本的重量，以  $1\text{bs}/3000\text{ft}^2$  或  $1.63\text{g}/\text{m}^2$  报告。

通过制备一个或多个确定面积 ( $\text{m}^2$ ) 的样本，并且在最小分辨率为  $0.01\text{g}$  的顶加载天平上，称量依照本发明的纤维结构和/或薄膜样本的重量，来测定基重。用气流罩保护天平不受气流和其它干扰。当天平上的读数变得恒定时，记下重量。计算出平均重量和样本的平均面积 ( $\text{m}^2$ )。通过用样本的平均面积 ( $\text{m}^2$ ) 除平均重量 ( $\text{g}$ )，计算出基重 ( $\text{g}/\text{m}^2$ )。

本文所用“厚度”是指纤维结构、纤维产品或薄膜的宏观厚度。通过裁剪一块纤维结构、纤维产品或薄膜的样品，使其大小大于加载底脚装载面，来确定依照本发明的纤维结构、纤维产品或薄膜的厚度，其中加载底脚装载面具有的圆形表面积为约  $20.3\text{cm}^2$  ( $3.14\text{in}^2$ )。样品被禁闭在水平扁平表面和加载底脚装载面之间。加载底脚装载面对样品施加  $1.45\text{kPa}$  ( $15.5\text{g}/\text{cm}^2$  (约  $0.21\text{psi}$ )) 的围压。厚度就是扁平表面和加载底脚装载面之间的所得间隙。这种测量可在购自 Thwing-Albert Instrument Company, Philadelphia, PA 的 VIR Electronic Thickness Tester Model II 上完成。重复厚度测量并且记录至少五 (5) 次，以便可以计算平均厚度。以毫米为单位报告结果。在本发明的一个实施方案中，纤维结构显示具有的平均厚度小于它的松散厚度。

本文所用的“表观密度”或“密度”是指用其中引入适当转换的厚度除样本的基重。本文所用表观密度的单位为  $\text{g}/\text{cm}^3$ 。

本文所用的“重均分子量”是指用凝胶渗透色谱法，依照存在于 Colloids and Surfaces A. Physico Chemical & Engineering



Aspects, 第 162 卷, 2000 年, 第 107 至 121 页的规程, 测定的重均分子量。

本文所用的“塑性”是指至少聚合结构和/或纤维结构显示具有被成型、模塑和/或成形的能力。

所用的“纤维产品”包括, 但不限于, 用于大小便后清洁(卫生纸)、用于耳鼻喉排放物(面巾纸)和多功能吸收和清洁用途(吸收巾)的擦拭用具。

本文所用的“棉绒”和/或“起球”是指聚合结构, 尤其是纤维结构和/或纤维产品的离散块, 其典型地在使用期间变得离开最初的聚合结构和/或纤维结构和/或纤维产品。

传统的卫生纸和纸巾基本由短纤维素纤维组成。在擦拭过程中(既在润湿时又在干燥时), 这些短纤维可从结构脱离, 并且明显变为棉绒或起球。本发明使用基本连续的纤维与传统离散的短纤维素纤维比较。一般来说, 由于纤维的连续本性, 本发明的纤维结构相对于它们的纤维素同类更能抵抗起绒。此外, 本发明的纤维结构相对于它们的纤维素同类将更能抵抗起球, 前提条件是粘结和纤维强度以及拉伸, 足够防止擦拭过程中游离纤维的破损和与邻近纤维的缠结。

本文所用的“强度性质”和/或“普通强度性质的值”是指密度、基重、厚度、基底厚度、高度、不透明性、纬频, 以及它们的任何组合。本发明的纤维结构可包括两个或多个区域, 所述区域显示具有彼此不同的普通强度性质的值。换句话讲, 本发明的纤维结构可包括具有第一不透明值的一个区域, 并且具有异于第一不透明值的第二不透明值的第二区域。此类区域可以为连续的、基本连续的和/或不连续的。

本文所用的“干纺丝”和/或“溶液纺丝”是指聚合结构不被纺入粘结槽中, 和湿纺丝不同。

如本文所用“缔合的”对于纤维是指两个或多个离散的纤维, 在沿纤维长度的一个或多个位置彼此极接近, 但是小于它们的整体长度, 以至于一个纤维影响另一个纤维的活动。用于缔合纤维的方法的非限制性实施例包括粘结在一起(粘附地和/或化学地和/或静电地)和/或熔融在一起, 使得在缔合点形成一个纤维单元。

如本文所用“非缔合的”对于纤维是指纤维没有如本文所定义进行缔合。

### 本发明的方法

本发明的方法涉及由 PVOH 聚合物熔融组合物生产诸如纤维、薄膜或泡沫这样的聚合结构，和/或生产包含纤维形式的聚合结构的纤维结构，所述 PVOH 聚合物熔融组合物包含至少包括 PVOH 羟基聚合物的羟基聚合物。

如下文所述，在依照本发明方法的一个非限制性实施方案中，聚合物加工 PVOH 聚合物熔融组合物来形成纤维。然后可将纤维结合到纤维结构。

本领域的技术人员已知的任何合适的方法，可用于生产聚合物熔融组合物，和/或聚合物加工所述聚合物熔融组合物，和/或生产本发明的聚合结构。此类方法的非限制性实施例描述于公布的申请：EP 1 035 239、EP 1 132 427、EP 1 217 106、EP 1 217 107、WO 03/066942 和 US 5,342,225。

#### A. PVOH 聚合物熔融组合物

本文所用的“PVOH 聚合物熔融组合物”是指包含熔融加工的羟基聚合物的组合物，所述羟基聚合物至少包括熔融加工的 PVOH 羟基聚合物。本文所用的“熔融加工的羟基聚合物”是指包含按重量计大于 10% 和/或大于 20% 和/或大于 25% 羟基的任何聚合物，并且所述聚合物已经在有或没有外部增塑剂帮助，和/或有或没有 pH 调节剂存在的情况下被熔融加工。更一般地，熔融加工的羟基聚合物包括在高温、压力和/或外部增塑剂的影响下，可被软化的聚合物，其可被软化到如此程度以至于可使它们成为易流动状态（所有熔融加工操作/过程），并且在这种条件下可如所期望那样成型。

PVOH 聚合物熔融组合物可以为包含不同聚合物共混物的复合物，和/或无机和有机的填充剂，和/或纤维和/或起泡剂，其中至少一种聚合物为依照本发明的熔融加工的羟基聚合物。在一个实施方案中，PVOH 聚合物熔融组合物包含两种或多种依照本发明的不同的熔融加工的羟基聚合物。本文所用的“不同的熔融加工的羟基聚合物”不受限制地包括：相对于另

一种熔融加工的羟基聚合物，包含至少一种不同部分的熔融加工的羟基聚合物；和/或为不同化学种类的成分的熔融加工的羟基聚合物（例如，PVOH 相对于淀粉相对于脱乙酰壳多糖）。

PVOH 聚合物熔融组合物可以为已经形成的，或可能需要进行熔融加工步骤，来将原料羟基聚合物转变成熔融加工的羟基聚合物，从而生产 PVOH 聚合物熔融组合物。本领域已知的任何合适的熔融加工步骤，可以用来使原料羟基聚合物转变成熔融加工的羟基聚合物。

PVOH 聚合物熔融组合物可包含：a) 按所述 PVOH 聚合物熔融组合物的重量计约 30% 和/或 40% 和/或 45% 和/或 50% 至约 75% 和/或 80% 和/或 85% 和/或 90% 和/或 99.5% 的至少包括 PVOH 羟基聚合物的羟基聚合物；b) 按所述 PVOH 聚合物熔融组合物的重量计包含约 0.1% 至约 10% 交联剂的交联体系；和 c) 按所述 PVOH 聚合物熔融组合物的重量计约 0% 和/或 10% 和/或 15% 和/或 20% 至约 50% 和/或 55% 和/或 60% 和/或 70% 的外部增塑剂（例如，水）。

### B. 聚合物加工

本文所用的“聚合物加工”是指任何操作和/或过程，通过该操作和过程，由 PVOH 聚合物熔融组合物形成包含加工的羟基聚合物的聚合结构。聚合物加工操作的非限制性实施例包括挤出、模塑和/或纤维纺丝。挤出和模塑（或者注锭或者吹制），典型地生产薄膜、片和多种挤出型材。模塑可包括注模、吹模和/或压缩模塑。纤维纺丝可包括纺粘、熔喷、连续纤维生产和/或丝束纤维生产。

本文所用的“加工的羟基聚合物”是指已经历过熔融加工操作和随后的聚合物加工操作的任何羟基聚合物。

### C. 聚合结构

PVOH 聚合物熔融组合物可经受一次或多次聚合物加工操作，使得 PVOH 聚合物熔融组合物被加工成诸如纤维、薄膜或泡沫这样的聚合结构，所述聚合结构包含依照本发明的羟基聚合物和交联体系。

### 聚合结构的后处理

一旦将 PV0H 聚合物熔融组合物加工成聚合结构（例如纤维、薄膜、泡沫或多个纤维（其共同形成纤维结构）），可使该结构经受后处理固化和/或差别压实。

结构的固化可在压实某一区域的结构之前和/或之后进行。固化优选在压实某一区域的结构之前发生。

在一个实施方案中，通过聚合物加工操作生产的结构，在压实某一区域的结构之前，可在约 110°C 至约 200°C 和/或约 120°C 至约 195°C 和/或约 130°C 至约 185°C 的固化温度下，固化约 0.01 秒和/或 1 秒和/或 5 秒和/或 15 秒至约 60 分钟和/或约 20 秒至约 45 分钟和/或约 30 秒至约 30 分钟。可供选择的固化方法可包括诸如 UV、电子束、IR 的辐射方法和其它升温方法。

此外，在上述温度下固化之后或者不在上述温度下固化，结构还可在室温下固化几天。

在被压实之前，结构可包括含有羟基聚合物的非缔合的基本连续的或连续的纤维。此外，基本连续的或连续的纤维可包含交联的羟基聚合物。甚至，该结构还可包含按所述结构的重量计约 10% 和/或约 15% 和/或约 20% 至约 60% 和/或至约 50% 和/或至约 40% 的水分。

在差别压实之前，结构可以呈非缔合结构状，尤其是如果结构包含一种或多种纤维时。呈这种非差别压实形式的结构，在强度性质，尤其是伸张（拉伸）上，比它的基于木材的纤维质纤维结构同类较差。

因此，可通过差别压实操作，使本发明的结构经受差别压实。这种差别压实可在连续过程中在线进行，该连续过程包括形成结构然后差别压实该结构。可供选择地，差别压实可在非连续过程中离线进行。

本领域的普通技术人员已知的任何差别压实方法，可用于差别压实本发明的结构。

作为差别压实的结果，结构包括两个或多个区域，当与其它区域比较时，这些区域显示具有不同的密度。

在一个实施方案中，差别压实过程包括向需要差别压实的结构赋予塑性，使得可在结构中产生不同密度的区域的步骤。换句话讲，差别压实过程包括向需要差别压实的结构赋予塑性，使得可在结构中产生图案的步

骤。图案设计用于在结构中赋予区域不同的密度。让需要差别压实的结构暴露于潮湿的环境，如约 20% 至约 95%，和/或约 40% 至约 90%，和/或约 50% 至约 85%，和/或约 65% 至约 80% 的相对湿度下足够长的时间，如至少 1 秒和/或至少 3 秒和/或至少 5 秒，这可以赋予结构足够的塑性，使在结构中产生差别压实。

在一个实施方案中，差别压实过程包括让结构经过图案辊，使得辊上的图案传到结构上，从而使结构变得差别压实。

在另一个实施方案中，差别压实过程包括让与图案带/织物接触的结构与来自光滑辊的压力接触，从而将带/织物的图案传到结构，使结构变得差别压实。

依照本发明的结构的差别压实，是在结构形成之后进行的，不是与结构的形成同时进行。

本发明的结构可被差别压实超过一次。例如，结构可被差别压实，然后固化，然后依照本发明再次差别压实。

在另一个实施方案中，结构可包括两个或多个“层片”的结构，该结构然后可作为多层结构被差别压实。

结构可被差别压实，然后再次差别压实，然后固化。

可供选择地，本发明的结构可被固化，然后依照本发明差别压实。

依照本发明，相对于任何差别压实过程，结构的固化可在任何时间点进行。它可以在之前（优选之前立刻）、之后（优选之后立刻）、之前和之后（优选之前立刻和之后立刻）进行，或根本不进行。

差别压实过程可进行一次或多次。

超声焊接也可用于帮助结构的差别压实，尤其是与图案辊协作进行。超声焊接可由任何合适的超声波装置产生。例如，可以使用能够向结构赋予能量，使得结构依照图案辊上的图案变形的喇叭或超声波发生器。

在另一个实施方案中，差别压实的步骤包括：在湿度的存在下，使纤维结构与包括图案的结构赋予元件接触，并且向纤维结构和/或结构赋予元件施力，使得纤维结构获得结构赋予元件上图案的形状，以形成差别压实的聚合结构。

在另一个实施方案中，差别压实纤维结构的步骤包括：在湿度的存在下，将纤维结构夹入两个带中间，其中至少一个带是包括图案的结构化带，然后向至少一个带施力，使得纤维结构获得结构化带上图案的形状，以形成差别压实的聚合结构。

下文提供了依照本发明用于差别压实结构的差别压实过程的非限制性实施例。

#### 差别压实的实施例

包含大约 40% 水的 PVOH 聚合物熔融组合物，从双螺杆挤出机挤出。将交联剂和其它助剂引入 PVOH 聚合物熔融组合物，并且通过在线静态搅拌器混合。然后用泵将混有助剂的 PVOH 聚合物熔融组合物送至熔喷型喷丝头，在此纤维被挤出，并且减细成细旦纤维。所用的交联剂和助剂是尿素乙二醛加合物（“UGA”）、硫酸铵和丙烯酸胶乳。基于干羟基聚合物的 wt%，全部助剂典型地为 10% 或更少。减细的纤维用夹带的热空气干燥，并且沉积在收集带上。收集带典型地设置在距喷丝头末端 55.9cm 至 63.5cm（22”至 25”）处，并且在收集带上形成的结构 - 纤维结构是非缔合的纤维结构。

图 1 示意性地图示说明了差别压实操 10 的一个实施方案。在形成之后，让非缔合的纤维结构 12 经历环境控制的潮湿环境，如在潮湿箱 14 中。典型的相对湿度范围为 70% 至 78%。当纤维结构 12 被传送通过室 14 时，纤细的淀粉纤维被塑化，使差别压实能够成为可能。在离开室 14 后，塑化的纤维结构 12' 经过成图案的辊隙 16，来缔合纤维结构的区域，从而生产缔合的纤维结构 12”。缔合的纤维结构区域 18 相应于传送带（未示出）或辊自身 20 上所用的图案。所用的一个图案带为正方形纺织开网带，购自 Albany International Inc，并且被称为“Filtratech 10”型。辊隙压力的变化取决于所用的图案，但是典型地在 200pli 至 300pli 范围内。现在，存在于纤维结构中的纤维被缔合，并且纤维结构显示具有极好的加工性质。在交联体系和助剂发生反应的固化时期之后，缔合的纤维结构显示具有一次性纤维产品可接受的干性质和湿性质，并且可用作多种一次性用具，尤其是卫生纸或纸巾。

#### 羟基聚合物

依照本发明的羟基聚合物包括可结合本发明聚合结构中的任何含羟基聚合物，优选呈纤维状。

在一个实施方案中，本发明的羟基聚合物包括按重量计大于 10% 和/或大于 20% 和/或大于 25% 的羟基部分。

依照本发明的羟基聚合物的非限制性实施例包括多元醇，如聚乙烯醇、聚乙烯醇衍生物、淀粉、淀粉衍生物、脱乙酰壳多糖、脱乙酰壳多糖衍生物、纤维素衍生物如纤维素醚和纤维素酯衍生物、树胶、阿聚糖、半乳聚糖、蛋白质和多种其它多糖，以及它们的混合物。

羟基聚合物优选具有的重均分子量为约 10,000g/mol 至约 40,000,000g/mol。较高和较低分子量的羟基聚合物可与具有优选重均分子量的羟基聚合物联合使用。

熟知的天然淀粉的改性包括化学改性和/或酶改性。例如，天然淀粉可被酸细化、羟乙基化或羟丙基化或氧化。

本文的“多糖”是指天然多糖和多糖衍生物或改性多糖。合适的多糖包括，但不限于，树胶、阿聚糖、半乳聚糖，以及它们的混合物。

### 交联体系

除了交联剂之外，本发明的交联体系还可包含交联促进剂。

本文所用的“交联促进剂”是指能够活化交联剂，从而将交联剂从它的未活化状态转化为它的活化状态的任何物质。换句话讲，当交联剂处于它的未活化状态时，存在于 PVOH 聚合物熔融组合物中的羟基聚合物不经历过早的交联（“不能接受的”交联），如依照本文所述的“剪切粘度变化测试方法”所测定。

当依照本发明的交联剂处于它的活化状态时，存在于聚合结构中的羟基聚合物可能（并且优选确实）通过交联剂经历可接受的交联，如依照本文所述的“初始总湿张力测试方法”所测定。

交联促进剂可包括可在交联剂的转化/活化后继续存在的那种物质的衍生物。例如，用化学方法变为它的酸形式的交联促进剂盐，并且反之亦然。

交联体系可存在于 PVOH 聚合物熔融组合物中，和/或可在 PVOH 聚合物熔融组合物的聚合物加工之前加入 PVOH 聚合物熔融组合物中。

合适交联促进剂的非限制性实施例包括具有的 pKa 为在约 0 和约 6 之间, 和/或在约 1.5 和约 6 之间, 和/或在约 2 和约 6 之间的酸, 或它们的盐。交联促进剂可以为 Bronsted 酸和/或它们的盐, 优选它们的铵盐。

另外, 金属盐如镁盐和锌盐, 可单独用作交联促进剂, 或与 Bronsted 酸和/或它们的盐组合用作交联促进剂。

合适交联促进剂的非限制性实施例包括乙酸、苯甲酸、柠檬酸、甲酸、乙醇酸、乳酸、马来酸、邻苯二甲酸、磷酸、硫酸、琥珀酸, 以及它们的混合物和/或它们的盐, 优选它们的铵盐, 如乙醇酸铵、柠檬酸铵和硫酸铵。

合适交联剂的非限制性实施例包括多元羧酸、咪唑烷酮和其它化合物, 以及它们的混合物, 所述其它化合物得自乙二醛与尿素、硫脲、胍、亚甲基二酰胺和亚甲基二碳酸酯以及它们的衍生物的烷基取代的或未取代的环状加合物。

### 测试方法

本文所述的所有测试包括描述于定义部分的那些, 并且以下测试方法是在测试之前已经在条件为温度约  $23^{\circ}\text{C}\pm 2.2^{\circ}\text{C}$  ( $73^{\circ}\text{F}\pm 4^{\circ}\text{F}$ ) 和相对湿度为  $50\%\pm 10\%$  的房间内调节 24 小时的样本上进行的。此外, 所有测试都在这种条件的房间内进行。在拍摄图像之前, 应该使测试过的样本和毛布经受约  $23^{\circ}\text{C}\pm 2.2^{\circ}\text{C}$  ( $73^{\circ}\text{F}\pm 4^{\circ}\text{F}$ ) 和相对湿度为  $50\%\pm 10\%$  的条件 24 小时。

#### A. 棉绒/起球测试方法

##### i. 样本制备

在测试之前, 纤维产品样本,  $11.4\text{cm} \times 40.6\text{cm}$  ( $4.5" \times 16"$ ) 窄条的纤维产品, 依照 Tappi Method #T4020M-88 调节。

通过除去和丢弃所有可能已经在操作中磨损的样本块, 先准备每种纤维产品样本 (如果测试双面就有 6 个样本, 如果测试单面就有 3 个样本)。对于由多层片纤维结构形成的纤维产品, 这项测试可用于在多层纤维产品上进行棉绒测定, 或者, 如果可在不损坏纤维产品的情况下分开层片, 那么测定可在组成纤维产品的个别层片上进行。如果给定样本的各表



面不同，那么必需测试两个表面，并且将得到的得分取平均值，以便获得综合的棉绒得分。在某些情况下，纤维产品由多层片的纤维结构制成，使得面向外的表面是同样的，在这种情况下仅必需测试一个表面。

将每个样本折叠在自身上，获得 11.4cm CD x 10.2cm MD (4.5" CD x 4" MD) 的样本。对于双表面的测试，做成 3 个 (11.4cm CD x 10.2cm MD (4.5" CD x 4" MD)) 第一表面“朝外”的样本和 3 个 (11.4cm CD x 10.2cm MD (4.5" CD x 4" MD)) 第二表面“朝外”的样本。记下哪个样本是第一表面“朝外”，哪个是第二表面“朝外”。

从 Cordage Inc. (800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217) 获得一块 76.2cm x 101.6cm (30" x 40") 的 Crescent #300 纸板。使用裁纸刀，裁出六块尺寸为 6.4cm x 15.2cm (2.5" x 6") 的纸板。通过用力将纸板按在 Sutherland Rub 检测器的固定销轴上，在六块纸板的每个上都刺出两个洞。

居中并且小心地将每个纸板块放在先前折叠好的六个（双表面测试）或三个（单表面测试）样本之上。确保纸板的 15.2cm (6") 边与每个样本的纵向 (MD) 平行。

将样本暴露部分的一个边折叠到纸板的后背上。用得自 3M Inc. 的胶带 (1.9cm (3/4") 宽, Scotch Brand, St. Paul, Minn.)，将这个边固定在纸板上。小心地抓住另一个悬垂的薄纸边，并且将它紧贴地折叠到纸板的后背上。一边使样本在纸板上保持紧贴，一边用胶带将这个第二边固定到纸板的后背。对每个样本重复这个程序。

将每个样本翻过来，然后用胶带将样本的横向边固定到纸板上，用于干棉绒/起球测试。胶带的一半应该接触样本，而另一半粘到纸板上。对每个样本重复这个程序。如果在此样本制备期间的任何时间，样本破裂、撕破，或变得磨损，那么就丢弃它们，并且用样本窄条制作新样本。

对于湿棉绒/起球测试，用胶带将样本的前横向边固定到纸板和样本置于其上的桌顶上。在纸板上确定样本的位置，使得样本的后沿距纸板边缘大约 0.6cm (1/4")。用胶带将样本的前沿固定到纸板和桌顶上，使得纸板的相对（后边的）边缘被安置在桌子顶的边缘。

现在, 将有 3 个在纸板上第一表面“朝外”的样品和 (任选地) 3 个在纸板上第二表面“朝外”的样品。

### ii. 毛布制备

从 Cordage Inc. (800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217) 获得一块 76.2cm x 101.5cm (30" x 40") 的 Crescent #300 纸板。使用裁纸刀, 裁出六块尺寸为 5.72cm x 18.4cm (2.25" x 7.25") 的纸板。在纸板的白色侧面上, 平行于短尺寸并且从顶部主边和底部主边往下各 2.858cm (1.125"), 画出两条线。用直尺作为导向装置, 小心地用剃刀片刻划线的长度。刻出的深度大约穿过该纸板片厚度的一半。这种刻划使毛布/纸板组合能够紧紧地贴合在 Sutherland Rub 检测器砝码的周围。在纸板的这个刻划侧, 画一个平行于纸板的长尺寸的箭头。

将六块黑毛布 (F-55 或等价物, 购自 New England Gasket, 550 Broad Street, Bristol, Conn. 06010) 裁至尺寸 5.72cm x 21.6cm x 0.158cm (2.25" x 8.5" x 0.0625")。将毛布放在纸板的未刻划的绿色侧面之上, 使得毛布和纸板的长边相互平行并且对齐。也使约 1.3cm (0.5") 的黑毛布能够悬于纸板的顶部主边和底部主边之上。用 Scotch 牌胶带将两个悬垂的毛布边紧贴地折叠到纸板的背部上, 可供选择地, 可在将毛布/纸板组合连接到砝码时, 将毛布紧贴到纸板上, 如下文所述。制备总共六个这些毛布/纸板组合。

对于湿棉绒/起球测试, 毛布/纸板组合包括 22.9cm (9") 的 Scotch 牌胶带 (1.9cm (0.75") 宽) 窄条, 该胶带窄条在毛布的将接触样本的那侧, 沿毛布的每个边放置 (平行于毛布的长边)。在两个胶带窄条之间未用胶带固定的毛布, 具有的宽度在 18mm 至 21mm 之间。在距毛布的后面后边缘 0、4 和 8 厘米处, 将三个标记标在一个胶带窄条上。

所有样本必须使用同一批毛布制作。

### iii. 毛布/纸板/砝码部件

将毛布/纸板组合与砝码结合。砝码可包括夹紧装置, 以将毛布/纸板组合连接到砝码。砝码和任何夹紧装置总重 2.6kg (五 (5) 磅)。砝码购自 Danilee Company, San Antonio, TX。砝码具有的有效接触面积为 25.81cm<sup>2</sup> (4in<sup>2</sup>), 并且提供的接触压力为约 8.6kPa (1.25psi)。

#### iv. 进行干棉绒/起球测试

由依照本发明的纤维产品产生的干棉绒和/或干起球的量，用 Sutherland Rub Tester（购自 Danilee Company, San Antonio, TX）测定。这个检测器使用马达，在纤维产品上摩擦毛布/纸板/砧码部件 5 次（来回地），同时纤维产品被限定在固定位置。在摩擦测试之前和之后测定毛布的灰度值。然后用这两个灰度值之间的差额来计算干棉绒的得分和/或干起球的得分。

在使用之前，必须先校准 Sutherland Rub 检测器。首先，按“复位”按钮开启 Sutherland Rub 检测器。调整检测器，使它以两个速度中的较低者运转 5 个行程。一个行程是砧码的单一并且完整的前进和后退运动。在每次测试的开始和结束时，磨块的末端应该处于最靠近操作者的位置。

如上述在纸板上制备校准样本。另外，如上述在纸板上制备校准毛布。这两个校准制品都将用于校准仪器，并且将不用于真实样本的数据采集。

通过将纸板上的洞塞到固定销轴上，将校准样本/纸板组合放在检测器的基座板上。固定销轴防止样本在测试期间移动。将校准毛布/纸板组合夹在上述的砧码部件上，使纸板侧接触砧码块。确保校准毛布/纸板组合靠着砧码保持平坦。将这个砧码钩到 Sutherland Rub 检测器的检测器悬臂上，轻轻地将它放在校准样本/纸板组合之上。校准毛布必须在校准样本上保持水平，并且必须与校准样本的表面 100% 接触。通过按“开始”按钮激活 Sutherland Rub 检测器。

数行程的数目，并且观察，并且在心里记下校准毛布覆盖的砧码相对于校准样本的开始位置和停止位置。如果行程的总数是五，并且如果测试结束时，校准毛布覆盖的砧码的位置同测试开始时的位置一样，那么检测器就校准好了，并且准备使用。如果行程的总数不是五，或如果校准毛布覆盖的砧码的开始位置和结束位置不同，那么仪器可能需要维修和/或重新校准。在样本的实际测试期间，监控并且观察行程数目以及毛布覆盖的砧码的开始点和结束点。

#### v. 进行湿棉绒/起球测试

通过在一次经过的时候，在样本上拉润湿的毛布/纸板/砧码部件，来测定湿棉绒/起球。

为了润湿毛布，用吸移管将 0.6mL 去离子水滴到毛布上，使水尽可能均匀分布在连接到毛布的胶带上所表示的 4cm 和 8cm 标记之间。等待 10 秒钟，然后将毛布/纸板/砧码部件放在样本的中心上。1 秒钟后，由前沿水平地拉毛布/纸板/砧码部件，直到毛布/纸板/砧码部件完全离开桌子为止。以这样的方式拉砧码，除了水平拉力，避免将任何额外的力置于毛布/纸板/砧码部件上。拉毛布/纸板/砧码部件的过程花费约 0.5 至 1.5 秒。拉的过程应该作为基本连续的或连续的运动发生。

从毛布/纸板/砧码部件小心地移除毛布/纸板组合，并且使它在获取图像之前变干。然后如下述，在毛布和/或样本上完成图象分析操作和计算。

#### vi. 图像拍摄

使用带有 Nikon Nikkor 24-85mm f2.8-f4 D 1F AF 透镜（调到 85mm 最大焦距）的 Nikon 数字照相机 (DIX)，和安装在适当计算机上的 Nikon 拍摄软件，拍摄毛布（未测试的）、样本（未测试的）和毛布（测试过的）的图像。如示意性地图示说明于图 2，照相机 22 连接到 Kodak 照相机架/具有四个白炽灯 24（Polaroid MP-4 Land Camera 型号 44-22，每个都是 120 伏 150 瓦）的照明装置（未示出），对准距安装好的照相机透镜之下 31cm（12.2 英寸）处的毛布 26。单独的白炽灯 24 相隔 27.94cm（11 英寸）安置。每对白炽灯 24 相隔 88.9cm（35 英寸）安置。白炽灯 24 安置在毛布 26 之上 56.83cm（22 3/8 英寸）处。用适当的电缆将照相机连接到计算机。照相机应该以 PC 模式开启。在照相机透镜上将按钮转到近摄，并且将开关滑到透镜基座上的橙色标记处。调节焦距至它的最高水平 85mm。关掉自动调焦部件。Nikon 拍摄软件需要处于运行状态，以拍摄图像。Nikon 拍摄软件的设置如下：曝光 1 - 手动曝光模式，1/30 秒快门速度，f/6.3 光圈和 0EV 曝光补偿；曝光 2 - 中央重点测光模式，ISO 125 感光度和白炽白平衡；存储设置 - 原始（12 比特）数据格式，没有压缩，彩色图像型和大（3008 x 1960）图像大小；机械的 - 单一拍摄模式，单点对焦 AF 区域模式，手

动调焦模式。将校准毛布/纸板组合放在照相机之下，使得毛布居中在照相机的透镜之下。手动将照相机调焦到毛布上。获得一个图像。曝光差异需要在 +2.5 至 +2.75 范围内。将图像保存为 TIFF 文件 (RGB) 8-比特。用这个图像在图像分析软件 (Optimas 6.5) 中进行棉绒和起球计算。样本/纸板组合 (未测试的) 和毛布/纸板组合 (测试过的) 的另外图像，需要以相同的方式拍摄。同样，拍摄一个已知长度标准 (例如，直尺) 的图像 (对于这个图像，曝光差异无关紧要)。

#### vii. 图象分析

使用市售自 Media Cybernetics, L.P. 的 Optimas 6.5 “图像分析”软件，来分析拍摄的图像。必须严格遵守如本文所列的成像设定参数，以便得到有意义比较的棉绒得分和起球得分结果。

首先，在 Optimas 中调出已知长度标准 (例如，直尺) 的图像，并且用来校准长度单位 (在这个案例中为毫米)。

对于干测试，测试过的毛布图像具有的感兴趣区域 (ROI 面积) 为大约  $4510\text{mm}^2$  (82mm 乘以 55mm)。测定并且报告准确的 ROI 面积 (变量名: ROI 面积)。

对于湿棉绒/起球测试，测试过的毛布图像具有 2 个感兴趣区域 (ROI 面积):

1) “润湿的”区域 (在胶带上 4cm 至 8cm 标记之间)，和 2) “拉扯的”区域 (在胶带上 0 至 4cm 标记之间)。每个 ROI 面积大约为  $608\text{mm}^2$  (38mm x 16mm)。测定并且记录准确的 ROI 面积 (变量名: ROI 面积)。

打开未测试的黑毛布图像，然后测定平均灰度值 (未测试毛布使用同测试过的毛布一样的 ROI)，并且记录 (变量名: 未测试毛布的灰度平均值)。

对于感兴趣的样本，测试过的样本亮度为饱和白色 (灰度值 = 255)，并且是恒定的。如果认为是不同的，就用同对未测试毛布所用方式类似的方式来测定测试过的样本，并且记录 (变量名: 未测试样本的灰度平均值)。

亮度阈值计算为未测试毛布的灰度平均值与未测试样本的灰度平均值的数值平均数。

打开测试过的毛布图像，产生 ROI 并且适当放置，使得 ROI 围绕待分析的测试过的毛布图像的区域。记录 ROI 的平均亮度（变量名：ROI 灰度平均值）。

起球测定如下：Optimas 在图像中像素亮度值穿过阈值的地方产生分界线（例如，如果阈值“灰度值”为 155，在两边分别存在较高值和较低值像素的地方产生边界线）。用于测定起球的标准是，它必须具有大于阈值的平均亮度，并且具有的周边长度对于干起球大于 2mm，而对于湿起球大于 0.5mm。存在于 ROI 的起球面积被加和（变量名：总起球面积）。

#### viii. 计算

由图象分析获得的数据用于以下计算：

起球面积 % = 总起球面积 / ROI 面积

平均起球大小（面积加权平均值，mm<sup>2</sup>） =  $\Sigma$ （起球面积）<sup>2</sup> / 总起球面积

棉绒得分 = 未起球毛布的灰度平均值 - 未测试毛布的灰度平均值

式中：未起球毛布的灰度平均值 = [(ROI 灰度平均值 \* ROI 面积) - (起球毛布的灰度平均值 \* 起球面积)] / 总未起球面积

全部区域棉绒和起球得分 = ROI 灰度平均值 - 未测试毛布的灰度平均值

通过在第一侧面表面和第二侧面表面上取棉绒得分的平均值，获得可适用于那个特殊纤维网或产品的棉绒得分。换句话讲，为了计算棉绒得分，使用下式：

干棉绒得分 =  $\frac{\text{干棉绒得分, 第一侧面} + \text{干棉绒得分, 第二侧面}}{2}$

2

干起球面积 % =  $\frac{\text{干起球面积 \% , 第一侧面} + \text{干起球面积 \% , 第二侧面}}{2}$

2

$$\text{湿棉绒得分} = \frac{[(\text{润湿区域棉绒得分} + \text{拉扯区域棉绒得分}) \text{第一侧面} + (\text{润湿区域棉绒得分} + \text{拉扯区域棉绒得分}) \text{第二侧面}]}{2}$$

$$\text{湿起球面积 \%} = \frac{[(\text{润湿区域起球面积 \%} + \text{拉扯区域起球面积 \%}) \text{第一侧面} + (\text{润湿区域起球面积 \%} + \text{拉扯区域起球面积 \%}) \text{第二侧面}]}{2}$$

### B. 测定聚合物熔融组合物的剪切粘度的测试方法

本发明聚合物熔融组合物的剪切粘度，使用由 Goettfert USA, Rock Hill SC, USA 制造的毛细管流变仪 Goettfert Rheograph 6000 测定。使用具有的直径 D 为 1.0mm，并且长度 L 为 30mm（即， $L/D = 30$ ）的毛细管模进行测量。将模具连接到流变仪的 20mm 圆筒的下端，其保持模具测试温度为 75°C。在预热到模具测试温度后，将 60g 聚合物熔融组合物的样本，装入流变仪的圆筒部分中。除去样本任何夹带的空气。以一组选取的速率 1,000 至 10,000  $\text{秒}^{-1}$ ，推着样本从圆筒穿过毛细管模。用流变仪的软件，由样本在从圆筒穿过毛细管模时经历的压力下降和样本穿过毛细管模的流速，可计算出表观剪切粘度。 $\log$ （表观剪切粘度）可以对  $\log$ （剪切速率）绘图，并且该图可依照下式用幂定律拟合：

$\eta = K\dot{\gamma}^{n-1}$ ，其中 K 是物质的粘度常数，n 是物质的稀释指数，并且  $\dot{\gamma}$  是剪切速率。报告的本文组合物的表观剪切粘度，是用幂定律关系内推至剪切速率 3,000 $\text{sec}^{-1}$  计算出的。

### C. 剪切粘度变化测试方法

通过填充三个单独的 60cc 注射器，来测定待测试的包含交联体系的本发明单一聚合物熔融组合物的三个样本的粘度；

依照“测定聚合物熔融组合物的剪切粘度的测试方法”，立即测定一个样本的剪切粘度（初始剪切粘度）（从将样本放入流变仪中得到第一个读数开始，花费约 10 分钟）。

如果在剪切速率为 3,000 $\text{sec}^{-1}$  的条件下测量时，第一个样品的初始剪切粘度不在 5 至 8Pascal·秒的范围内，那么必须要调节该单一聚合物

熔融组合物，使得在剪切速率为  $3,000 \text{ sec}^{-1}$  的条件下测量时，此单一聚合物熔融组合物的初始剪切粘度在 5 至  $8 \text{ Pascal} \cdot \text{秒}$  的范围内，然后重复此“剪切粘度变化测试方法”。

一旦在剪切速率为  $3,000 \text{ sec}^{-1}$  的条件下测量时，聚合物熔融组合物的初始剪切粘度在 5 至  $8 \text{ Pa} \cdot \text{s} \cdot \text{秒}$  的范围内，那么在将其它两个样品在对流炉中于  $80^\circ\text{C}$  分别储存 70 和 130 分钟后，用同样的测试方法进行测定。

对于 70 和 130 分钟样本，在  $3000 \text{ sec}^{-1}$  时的剪切粘度被初始剪切粘度除，得到对于 70 和 130 分钟样本的规一化剪切粘度变化。如果规一化剪切粘度变化在 70 分钟后是 1.3 倍或更大，和/或在 130 分钟后是 2 倍或更大，那么聚合物熔融组合物内的交联体系是不能接受的，因此不在本发明的保护范围内。然而，如果规一化剪切粘度变化在 70 分钟后为小于 1.3 倍，和/或（优选和）在 130 分钟后是小于 2 倍，那么交联体系就不是不能接受的，因此对于包含该交联体系的聚合物熔融组合物来说，它在本发明的保护范围内。优选地，如由“初始总湿张力测试方法”所测定，对于衍生自包含交联体系的聚合物熔融组合物的聚合结构，所述交联体系是可接受的。

优选地，规一化剪切粘度变化在 70 分钟后将为小于 1.2 倍，和/或在 130 分钟后将为小于 1.7 倍；更优选地，在 70 分钟后小于 1.1 倍，和/或在 130 分钟后小于 1.4 倍。

#### D. 初始总湿张力测试方法

使用电子张力检验器 (Thwing-Albert EJA Materials Tester, Thwing-Albert Instrument Co., 10960 Dutton Rd., Philadelphia, Pa., 19154)，使用  $2.54 \text{ cm}$  (1 英寸) 宽和长度大于  $7.6 \text{ cm}$  (3 英寸) 长的聚合结构窄条，以每分钟约  $10.16 \text{ cm}$  (4.0 英寸) 的夹头速度和约  $2.54 \text{ cm}$  (1.0 英寸) 的标距操作。窄条的两端放在机器的上部夹具中，窄条的中心环绕一个不锈钢钉 (直径  $0.5 \text{ cm}$ ) 放置。在核实窄条均匀环绕钢钉弯曲之后，在开始夹头运动之前，将窄条浸泡在约  $20^\circ\text{C}$  的蒸馏水中，浸泡时间为 5 秒。测试的最初结果为负荷 (克力) 相对夹头位移 (从出发点的厘米数) 形式的一组数据。



在两个方向上，这里称为 MD（纵向，即，同连续卷绕的卷筒和形成织物的方向一样的方向）和 CD（横向，即，与 MD 成 90°），测试样本。使用上面的设备测定 MD 和 CD 湿拉伸强度，并且用以下方式计算：

$$\text{初始总湿张力} = \text{ITWT} (\text{gr}/\text{英寸}) = \text{峰值载荷}_{\text{MD}} (\text{gr}) / 2 (\text{英寸}_{\text{宽度}}) + \text{峰值载荷}_{\text{CD}} (\text{gr}) / 2 (\text{英寸}_{\text{宽度}})$$

然后将“初始总湿张力”值对于所述窄条（由其测试）的基重进行规一化。所用的规一化基重是 36g/m<sup>2</sup>，并且计算如下：

$$\text{规一化的 } \{\text{ITWT}\} = \{\text{ITWT}\} * 36 (\text{g}/\text{m}^2) / \text{窄条的基重} (\text{g}/\text{m}^2)$$

如果聚合结构，尤其是包括含本发明交联体系的聚合结构的纤维结构和/或纤维产品的初始总湿张力，为至少 3g/2.54cm (3g/in) 和/或至少 4g/2.54cm (4g/in) 和/或至少 5g/2.54cm (5g/in)，那么该交联体系是可接受的，并且同它相应的聚合结构和/或纤维结构和/或纤维产品一道，都在本发明的保护范围内。

#### B. 纤维直径测试方法

将包含适当基重（大约 5 至 20 克/平方米）纤维的聚合结构，裁成矩形，大约 20mm 乘以 35mm。然后用 SEM 溅射涂布机（EMS Inc, PA, USA）用金涂敷样本，以至于使纤维相对较不透明。典型的涂层厚度在 50nm 和 250nm 之间。然后将样本安放在两个标准显微镜载片之间，并且用小夹子压在一起。在 Olympus BHS 显微镜上，使显微镜的光线准直透镜移动到尽可能远离物镜处，用 10X 物镜使样本成像。用 Nikon D1 数字照相机拍摄图像。用玻璃显微镜测微器来校准图像的空间距离。图像的近似分辨率为 1μm/像素。在相应于纤维和背景的信号柱状图中，图像将典型地显示明显的双峰分布。使用照相机调节器或不同的基重，来获得可接受的双峰分布。典型地，对每个样本取 10 个图像，并且平均化图像分析的结果。

以同 B. Pourdeyhimi, R. 和 R. Dent 在“Measuring fiber diameter distribution in nonwovens” (Textile Res. J. 69(4) 233-236, 1999) 中描述的方式类似的方式分析图像。使用 MATLAB (Version. 6.3) 和 MATLAB Image Processing Tool Box (Version 3.)，由计算机分析数字图像。首先将图像转化为灰阶。然后使用最小化阈值化的黑白像

素的组合方差的阈值，将图像用二进位变为黑白像素。一旦图像已经被二进位化，将图像绘制到位于图像中每个纤维的中心。也用计算机计算出二进位化图像的距离转换。所绘制图像的标量乘积和距离图提供图像，该图像的像素强度或者为零或者为在那个位置的纤维的半径。如果在两个交叠纤维之间的交叉点的一个半径内的像素代表的距离小于交叉点的半径，那么就不计算该像素。然后用剩下的像素来确定图像中所包含的纤维直径的长度加权柱状图。

在发明详述中引用的所有文献的相关部分均引入本文以供参考；任何文献的引用不可解释为对其作为本发明的现有技术的认可。

尽管已用具体实施方案来说明和描述了本发明，但对于本领域的技术人员显而易见的是，在不背离本发明的精神和保护范围的情况下可作出许多其它的变化和修改。因此，有意识地在附加的权利要求书中包括在本发明范围内的所有这些变化和修改。

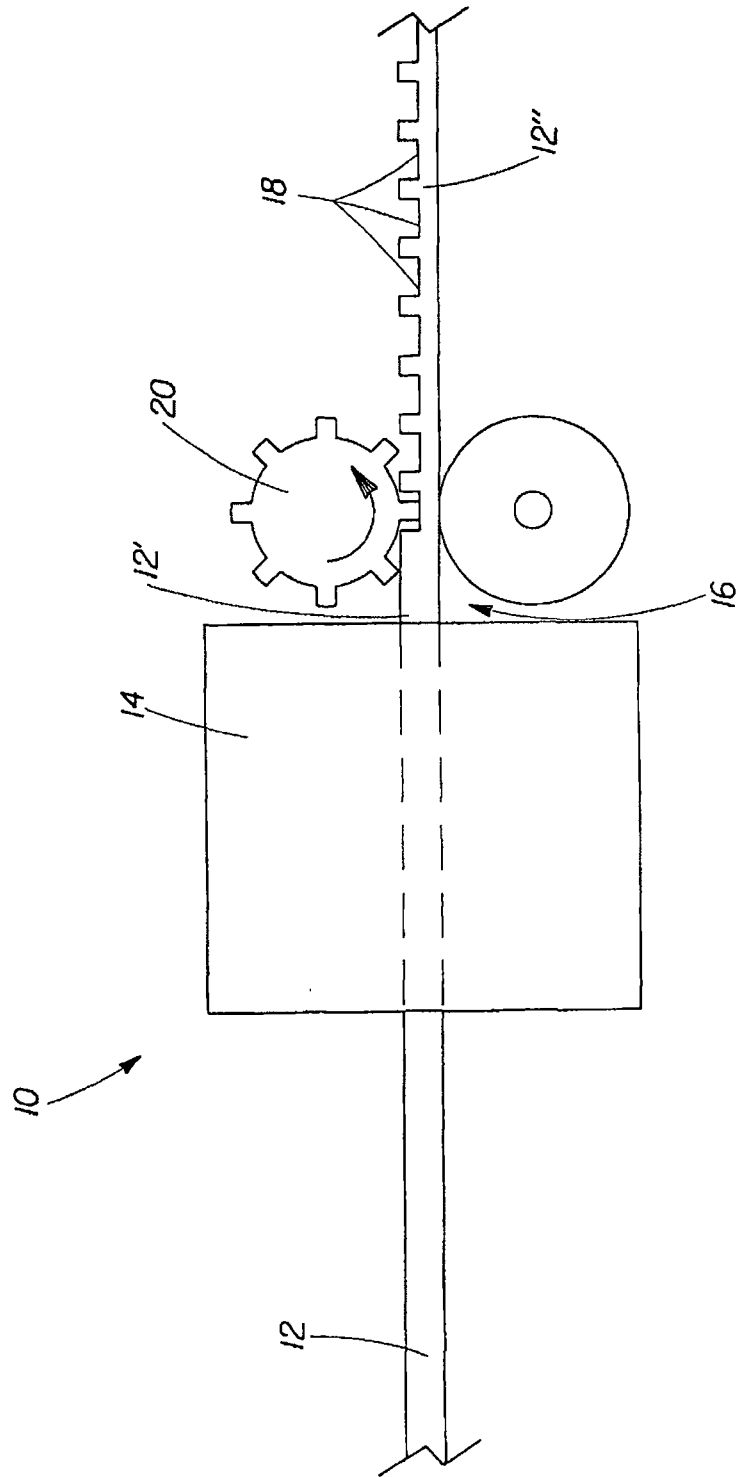


图1

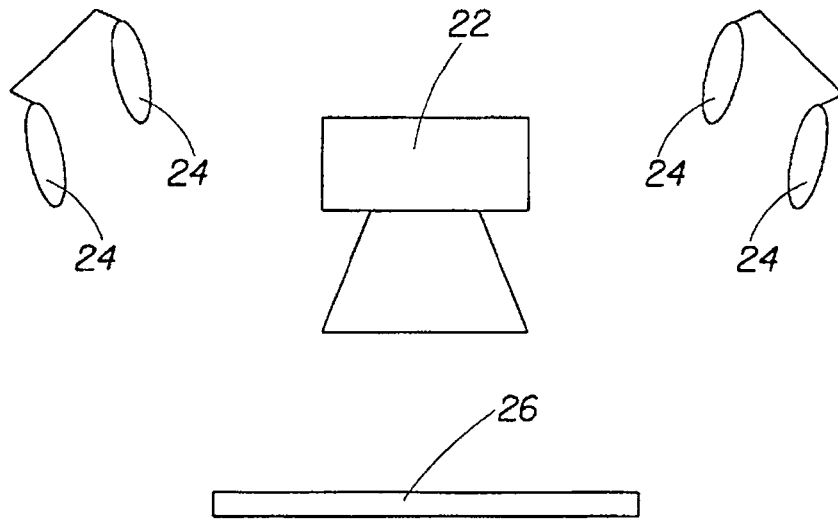


图2