

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

B32B 3/12

B32B 5/02

C08J 3/24 C08J 5/04

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 91102721.1

[45]授权公告日 1999 年 5 月 19 日

[11]授权公告号 CN 1043416C

[22]申请日 91.4.2 [24]颁证日 99.2.13 [21]申请号 91102721.1 [30]优先权 [32]90.4.2 [33]US[31]503,393 [73]专利权人 普罗格特-甘布尔公司 地址 美国,俄亥俄州 [72]发明人 D·C·罗 F·H·拉尔曼 C·J·堡格 审查员 44 01	[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 代理人 马崇德 权利要求书 4 页 说明书 46 页 附图页数 5 页
---	--

[54]发明名称 制造多孔、有吸收性、聚合的粗视结构物的方法

[57]摘要

多孔并含有大于 10.0 立方毫米的有限干燥容积的粒间交联团粒的吸收性聚合粗视结构物,粒间交联团粒由许多实质上水不能溶的,吸收性的水凝胶形成的聚合材料的先质粒子,和一种与先质粒子的聚合材料反应以形成先质粒子间交联键的粒间交联剂构成。由于先质粒子的颗粒性,使结构物在相邻的先质粒子之间有孔隙,这些孔隙由互相连通的通道相连接,使得粗视结构物是能渗透液体的。

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1. 一种制造多孔、有吸收性、聚合的粗视结构物的方法，所述结构物以包含具有由相互连接着的通道互相连接起来的孔隙的粒间交联的团粒以使该结构物是液体可渗透的为特征；所述方法包括以下步骤：

(a)提供大量的实质上水不能溶的、吸收性的、形成水凝胶的、聚合物材料的先质粒子；

(b)将粒间交联剂添加到所说的先质粒子上，所说的粒间交联剂是能够与所说先质粒子的聚合物材料反应的；

(c)使所说的先质粒子物理上结合起来以形成一种具有由相互连通的通道相互连接的孔隙的团粒；

(d)在保持所说先质粒子物理结合的情况下，使所说粒间交联剂与所说团粒的先质粒子的聚合物材料反应，以形成所说先质粒子之间的交联键而形成一种粒间交联团粒的粗视结构物。

2. 按权利要求 1 的方法，其特征是还包括粗视结构物的表面交联步骤。

3. 按权利要求 1 的方法，其特征是在步骤(d)之前还包括使团粒形成合适的形状、大小和/或密度的成形步骤。

4. 按权利要求 1 的方法，其特征是其中步骤(d)包括加热。

5. 按权利要求 1 的方法，其特征是该方法中还包括将加强纤维添加到先质粒子中的步骤。

6. 按权利要求 1 的方法，其特征是所说的粒间交联剂包含能聚合形成所说的先质粒子间的聚合交联键的单体。

7. 按权利要求 6 的方法，其特征是其中步骤(d)包括对所说单体进行辐照而激发聚合反应的步骤。

8. 按权利要求 1 的方法，其特征是所说的先质粒子具有小于 500 微米的质量平均粒子尺寸。

9. 按权利要求 1 的方法，其特征是所说的先质粒子具有小于 300 微米的质量平均粒子尺寸。

10. 按权利要求 1 的方法，其特征是所说的先质粒子包含纤维。

11. 一种制造包含粒间交联团粒的多孔、吸收性、聚合的粗视结构物的方法，所述团粒具有相互连通通道连接的孔隙以使该结构物是可渗液体的；所述方法的特征在于该方法包括以下步骤：

(a) 提供大量的实质上不溶水的、吸收性的、形成水凝胶的、聚合物材料的、干的先质粒子，所说的先质粒子的聚合物材料选自经水解的淀粉-丙烯腈接枝共聚物；部分中和的淀粉-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；皂化的乙酸乙烯酯-丙烯酸酯共聚物；水解的丙烯腈或丙烯酰胺共聚物；上述任一种共聚物的有轻微网络交联的产物；部分中和的聚丙烯酸；或部分中和的聚丙烯酸的有轻微网络交联的产物；

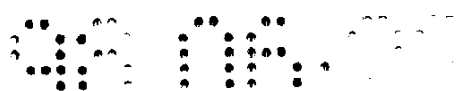
(b) 将粒间交联剂添加到所说的先质粒子上，所说的粒间交联剂选自多元醇化合物，聚缩水甘油醚化合物，聚氮丙啶化合物，多胺化合物和聚异氰酸酯化合物；

(c) 使所说的先质粒子物理上结合以形成一种具有由互相连通的通道连接起来的孔隙的团粒；

(d) 使团粒形成所要求的形状、尺寸和/或密度；

(e) 在保持先质粒子物理上结合的情况下，对所说粒间交联剂和所说团粒加热，以使所说粒间交联剂与所说团粒的先质粒子的所说聚合物材料反应，形成所说先质粒子之间的交联键而形成粒间交联团粒的粗视结构物。

12. 按权利要求 11 的方法，其特征是还包括在使所说粒间交联



剂和先质粒子的聚合物材料反应之前，将纤维添加到所说先质粒子中的步骤。

13. 按权利要求 11 的方法，其特征是还包括使结构物表面交联的步骤。

14. 按权利要求 11 的方法，其特征是所说的先质粒子包含纤维。

15. 按权利要求 11 的方法，其特征是所说的粒间交联剂是和水、有机溶剂或它们的混合物混合起来的。

16. 按权利要求 15 的方法，其特征是步骤(d)包括模塑团粒。

17. 按权利要求 15 的方法，其特征是步骤(d)包括使团粒成形。

18. 按权利要求 17 的方法，其特征是步骤(d)包括挤出所说团粒，并接着滚压团粒以形成薄片。

19. 按权利要求 11 的方法，其特征是所说的粒间交联剂是从三羟甲基丙烷、乙二醇、1, 2-丙二醇、1, 3-丙二醇或甘油组成的物组中选择的，而所说聚合物材料基本上由部分中和的聚丙烯酸的有轻微网络交联的产物组成。

20. 按权利要求 19 的方法，其特征是步骤(e)在 170-220℃ 温度范围内进行 3 小时和 30 分钟之间的时间。

21. 按权利要求 20 的方法，其特征是所说的粒间交联剂是和水、有机溶剂或它们的混合物混合起来的。

22. 按权利要求 21 的方法，其特征是步骤(d)包括挤出团粒，而后对团粒进行滚压使成片的步骤。

23. 按权利要求 22 的方法，其特征是步骤(b)包括将所说粒间交联剂喷雾到所说先质粒子上。

24. 按权利要求 22 的方法，其特征是先质粒子的质量平均颗粒尺寸小于 300 微米。

25. 按权利要求 24 的方法，其特征是按重量计的至少 95 % 的先



质粒子有 150-300 微米之间的尺寸。

26. 按权利要求 22 的方法，其特征是所说先质粒子的质量平均颗粒尺寸小于 180 微米；而至少按重量计的 95 % 的先质粒子有 90 微米到 180 微米之间的粒子尺寸。

27. 按权利要求 19、24、25 或 26 的方法，其特征是还包括与步骤(e)同时进行的使所说结构物的先质粒子表面交联的步骤。

28. 按权利要求 14、19、21 或 24 的方法，其特征是还包括在使所说先质粒子的聚合物材料和所说粒间交联剂反应之前将加强纤维添加到所说先质粒子中的步骤。

说明书

制造多孔、有吸收性、聚合的粗视结构物的方法

本发明涉及吸收性的聚合构成物，该结构物与液体，诸如水或身体渗出液接触时就膨胀并吸收这些液体。更具体地说，本发明涉及诸如成片状、薄膜、或条状的粗视结构的聚合物。这样的聚合粗视结构物是多孔的，以便能为液体所渗透。这些多孔、吸收性的聚合的粗视结构物可以独立的使用，也可制成诸如尿布，小便失禁的成年人的褥垫，卫生巾等类似的吸收物。本发明也涉及制造这种多孔的、吸收性的、聚合的粗视结构物的方法。

颗粒状的、吸收性的聚合结构物能够吸收大量的液体，如水和身体渗出液等。而且在适中的压力下还能保留住这样的吸收液。利用聚合结构物的这种吸收性来制做如尿布之类的吸收物时特别有用。例如，在1972年6月13日由哈珀等提出的美国3,699,103号专利和由哈曼等提出的在1972年6月20日公布的美国3,670,731号专利，都公开了在吸收物中颗粒状、吸收性的、聚合结构物（也称为水凝胶，超级吸收剂，或吸水胶质材料）的应用。

但是，传统的颗粒状，吸收性，聚合结构物有这样的缺点，即它在加工和/或使用期间不能将这些颗粒固定或自由地移动。在加工过程中，颗粒的移动可能造成生产过程中装卸上的损耗，尤其是在使用该种颗粒结构物成为非均匀的颗粒掺合物时。然而，更严重的问题出现在当这些颗粒状材料膨胀期间或膨胀后的变动时。这样的变动性使得由于颗粒间的毛细管或液体传输通道缺乏稳定性而对通过材料流动的液体造成高的阻力。这种现象就是通常称为“凝胶结块”的一种形

式。

为了克服在使用情况下与颗粒的移动有关的性能上的缺点，一种尝试是在吸收物中将颗粒状的吸收性的聚合结构物做成多层的薄层（层状的吸收体）。由于各薄层之间的颗粒是封装的，在吸收件内总的颗粒移动性降低了。但是，当接触液体时，薄层内部的颗粒相互间自由移动，而导致任何先有的粒子间毛细状通液道的破坏。

另一个为了固定颗粒状，吸收性聚合结构物的赏试方案是加入大量的液态多羟基化合物作为粘合剂以把颗粒结合在一起或成一基片。这种技术的一个实施例由哈曼在1983年10月18日公开在美国专利4,410,571中。而这种方法正好在膨胀之前和膨胀中，在某种程度上限制了颗粒的移动，使这些颗粒实际上变成互相分离而呈现在对这种聚合结构物过量的液体上，再次造成颗粒之间任何原有的毛细管状通液道的破坏。

克服这个问题的另一种尝试是通过使一种线性的聚合物溶液挤压成形。然后使聚合物交联以形成一种超吸收性薄膜。这种技术的实例由亚兰等于1989年8月29日公开在美国的4,861,539号专利中。虽然这些超吸收性薄膜可能吸收大量的液体，但由于它们缺少内部毛细管通道而限制了液体传输性能并易于产生凝胶结块。

因此，本发明试图通过提供一种多孔的，吸收性的，聚合的粗视结构物来解决上述的问题。

本发明的一个目的是提供吸收性的聚合物粗视结构物 (an absorbent polymeric macrostructure)，这种结构物是多孔的。

本发明的另一个目的在于提供吸收性的聚合物的粗视结构物，它即便处在过量的液体浸透之下也保持原样而传输液体。

本发明的又一个目的是提供吸收性的聚合的粗视结构物，其粒子和孔隙，即使处在过量液体浸泡之下也保持它们相互间的几何形状与空间关系。

本发明的再一个目的是提供吸收性的聚合粗视结构物，它在膨胀时对液体的浸透性增强。

本发明还有另一个目的是提供制造这样的吸收性聚合结构物的方法。

本发明再有的另一个目的是提供一种具体地体现本发明吸收性聚合粗视结构物的改进的吸收性产品，吸收性构件，和吸收性物品（例如尿布或卫生巾）。

本发明提供了一种吸收性的聚合粗视结构物，这种结构物是多孔的。该多孔的，吸收性的，聚合粗视结构物包括一在粒子间交联的凝聚体，该凝聚体有约大于 10.0 mm^3 的有限的干燥容积。粒间的交联凝聚体包含大量的，实质上不溶于水的，吸收性的，形成水凝胶的，聚合材料的先质粒子(precursor particle, 前体颗粒)和一种与先质粒子的聚合材料反应以在不同的先质粒子间形成交联键的粒间交联剂。由于先质粒子的颗粒状性质，粗视结构物在相邻的先质粒子之间具有孔隙。这些孔隙由相互连接的通道互相连接着，使得该粗视结构物是可受液体渗透的（即有毛细管状的传输通道）。

由于先质粒子间所形成的粒间交联键形成了粒间交联凝聚体，使粗视结构物具有优良的结构上整体性，从而提高了液体的捕获和分布的比率，同时减小了凝胶状的结块。已经发现，当粗视结构物与液体接触时，即使在中等程度的有限压力下，粗视结构物通常成各向同性的膨胀，将这种液体吸收入先质粒子中，并将这种液体吸收到孔隙中。

粗视结构物的各向同性的膨胀使先质粒子及其孔隙即使在膨胀后也保持它们之间的几何和空间关系。因而，该粗视结构物相互间是“液态稳定的”。在这里，先质粒子不会互相裂解，由此降低了凝胶状结块的发生率，而且使得在膨胀之后毛细管通道得到保留和扩大，从而使粗视结构物可能获得并传输相继而来的液体荷载，纵使具有过量的液体也可以。

本发明也涉及由本发明的多孔，吸收性的聚合结构物组成的，优良的吸收产品，吸收构件和吸收物品。粗视结构物通过迅速的捕获液体，有效的分布和贮存这样的液体而增强了这种产品的液体处理性能，以便获得和传输相继而来的液体荷载，并使这种产品中的凝胶结块和凝胶移动减少。

本发明也涉及制造这种多孔的，吸收性的，聚合粗视结构物的方法。这种粗视结构物是通过将一种粒间交联材料施加到先质粒子上，实际上使先质粒子结合成一凝聚体，并使粒间交联材料和先质粒子的聚合物材料反应以使各先质粒子之间形成交联化学键。在一个最佳实施例中，这种粗视结构物是通过将结合了的先质粒子的团粒加压成形以产生一种所希望形状，尺寸，和/或密度的粗视结构物。这种粗视结构的先质粒子组元也可以是表面交联的。

在用权利要求来特别指出说明书的结论并明确的对本发明作出限定之前，通过以下结合附图所作的说明，将能对本发明作出更好的理解。其中：

图 1 是一张放大近 40 倍的显微相片，表示本发明的多孔，吸收性的聚合物粗视结构（从与水平成 15° 处观察的）边缘透视图。

图 2 是一张在图 1 所示的粗视结构的一部分，约放大了 120 倍

的顶视显微相片。

图 3 是一张放大近 30 倍的显微相片，表示图 1 所示的粗视结构的拐角处（从与水平面成 45° 角处观察的）透视图。

图 4 是在粗视结构物中采用了超吸收纤维的一种多孔，吸收性，聚合物的粗视结构的实例的部分顶视的，放大了近 20 倍的显微相片。

图 5 是图 4 的粗视结构部分的顶视的，放大了近 50 倍的显微相片。

图 6 是图 4 的粗视结构的一部分顶视的，放大了近 75 倍的显微相片。

图 7 是在粗视结构中嵌有聚酯纤维的另一种多孔的，吸收性的聚合物粗视结构实例的一部分（从与水平成 45° ）透视的，放大了近 100 倍的显微相片。

图 8 是本发明的一次性尿布实施例的透视图，这里，为了更清楚的显示出尿布垫的吸收芯（本发明吸收构件的实例）而将部分盖片剪去，尿布垫中的吸收构件包含本发明多孔的，吸收性的，聚合物粗视结构物。

图 9 是图 8 所示的尿布吸收芯，沿图 8 断面线 9—9 截取的断面图。

图 10 是本发明一次性尿布实例的透视图，这里，为了更清楚地表示出另一种吸收芯实施例，将顶盖片剪去一部分。

以下对本发明作详细的说明。

本发明的多孔，吸收性聚合物的粗视结构物是能够吸收大量液体，例如水或/和身体排泄液（例如尿或月经）的构成物，而且在适中的压力下它能够保留住这些液体。具体地说，本发明的多孔，吸收性，

聚合物的粗视结构物将会整体的，各向同性的迅速地吸收液体而膨胀。

作为惯例，粗视结构物一词指的是一种产品，这种产品当实质上干燥时至少有约为 10.0 mm^3 的限定容积（即有限的干燥容积），较好的是至少有 100 mm^3 ，最好的至少有 500 mm^3 。典型的，本发明的粗视结构物将具有远大于 500 mm^3 的有限干燥容积。在本发明的最佳实施例中，该粗视结构物具有大约 1000 mm^3 至大约 $100,000 \text{ mm}^3$ 的有限干燥容积。

而且，本发明的粗视结构物可以有各种形状与尺寸，这种粗视结构物典型的可制成片状，薄膜状，块状，球状，纤维状，丝状，或其它形状的构件。这种粗视结构物通常有约为 0.25 mm 至 10.0 mm 之间的厚度或直径。为了在吸收性产品中应用，最好是将粗视结构物制成片状形式。习惯上，“片状”指的是具有厚度大于 250 微米的粗视结构物。片材最好要有约为 0.5 mm 至 3 mm 的厚度，典型的约为 1 mm 。

本发明的粗视结构物由能吸收大量液体的聚合材料构成。（这种聚合材料通常称为水凝胶，水解胶体，或超吸收材料）。这种粗视结构物最好包含实质上不水解的，吸收的，水凝胶状的聚合材料。具体的聚合材料将在后面叙述有关形成先质粒子的聚合材料时进行讨论。

如图 1 和图 3 所示的，本发明的多孔，吸收性，聚合粗视结构物包括一种粒间交联的团粒。这种粒间交联团粒是将两或多个，在本发明中典型的是 10 或更多个的原先独立的先质粒子连结在一起而形成的多孔结构。用粒间交联剂将先质粒子连接在一起，在保持先质粒子物理上结合的情况下，利用足以使粒间交联剂和先质粒子的聚合材料起反应的附加条件，使构成团粒的先质粒子之间形成交联键。

如图 1 所示，粒间交联的团粒是由大量的先质粒子形成的。由于考虑到在这里要选用的先质粒子的大小，典型的粒间交联团粒是由 10 或更多个，较好的是由 50 或更多个先质粒子构成的。本发明的先质粒子成分离单元的形式。先质粒子可能包括颗粒，粉末状的，球状的，鳞片状的，纤维状的，团粒或成块状的。因而，先质粒子可以有任意的形状，例如立方体，类杆状，多面体的，球状的，圆形的，角形的，不规则的，任意尺寸不对称形的（例如一定研磨或粉料等级的粉末状产品）或具有大的最大尺寸/最小尺寸比的，像针状，鳞片状，或纤维丝状的，等等。如图 1 至图 3 所示的，先质粒子最好以任意尺寸的无规则形状的粉末态小粒或鳞片精细分离粉状形式。

虽然，先质粒子可以有大范围变化的尺寸，但是，具体的粒子尺寸分布及各种尺寸是选定的。从本发明的目的说来，对先质粒子的颗粒尺寸作了限定，以使之不具有如纤维那样的大的最大尺寸/最小尺寸之比（例如，粒状，鳞片状，或粉末状），其先质粒子的尺寸是由筛子的网眼大小筛选确定的。例如，留在一带有 600 微米网孔的标准 30 号筛上的先质粒子被认为具有大于 600 微米的颗粒尺寸，通过有 600 微米网孔的 30 号筛而留在有 500 微米网孔的 35 号筛中的先质粒子，被认为是有 500 和 600 微米之间的颗粒尺寸，而通过有 500 微米网孔的 35 号筛的先质粒子则应有小于 500 微米的颗粒尺寸。在本发明的最佳实施例中，先质粒子的总体尺寸范围是在 1 微米至 2000 微米之间，最好是在 20 微米至 1000 微米之间。

而且，从本发明的目的来说，先质粒子的质量平均颗粒尺寸(mass average particle size)对所形成的粗视结构物的特点和性质的确定量是重要的。一种给定样品的先质

粒子的质量平均颗粒尺寸就被定为基于质量的样品的平均颗粒尺寸。确定一种样品的质量平均颗粒尺寸的方法将在后面试验方法部分中加以说明。先质粒子的质量平均尺寸通常约为20微米至1500微米，最好是50微米至1000微米。在本发明实施例中，先质粒子有小于1000微米的质量平均颗粒尺寸，更好的是小于600微米，最好的是小于500微米。在本发明的具体实施例中，先质粒子的质量平均尺寸是相当小的（即先质粒子是精细的）。在一些实施例中，先质粒子的质量平均尺寸约小于300微米，更好的是小于180微米。在一个典型的实施例中，由先质粒子的称重可知，至少有95%的颗粒具有150微米和300微米间的颗粒尺寸。在另一实施例中，按先质粒子的重量计算至少有95%具有90微米和180微米之间的颗粒尺寸。窄的先质粒子尺寸分布是有好处的，因为当密度增加时，与具有相等质量平均颗粒尺寸的宽的先质粒子尺寸分布相比，由于它们更高的空隙比率而产生了具有更高空隙度的粗视结构。

具有大的最大尺寸/最小尺寸比的材料，例如纤维的颗粒尺寸，通常由它们的最大尺寸来确定。例如，如果把吸收性的，聚合纤维（即超吸收纤维）用于本发明的粗视结构物之中，则用纤维的长度来确定“颗粒尺寸”。（也可以纤维的纤度和/或直径说明）在本发明的典型实施例中，纤维有大于5mm的长度，较好的在10mm和100mm之间，最好是在10mm和50mm之间。

先质粒子实际上包括不溶于水的，吸收性的，形成水凝胶的，聚合材料。在这里适合用作先质颗粒的聚合材料包括那些由可聚合的，非饱和，含酸单体所制备的物质。这样的单体包括含有至少一个碳碳烯烃双键的烯属的未饱和酸和酐。尤其是这些单体可以选用烯属的

未饱和羧酸和酸酐，烯烃未饱和磺酸及它们的混合物。

也可用某些非酸性单体来制备先质粒子。这样的非酸性单体可能包括，例如，含酸性单体的水溶或水可分散的酯和不包含羧基或磺酸基的单体。可选的非酸性单体可能包括含以下官能团形式的单体：羧基或磺酸酯，羟基团，酰氨基团，氨基团，腈基和四价的铵盐基团。这些非酸性单体是人们熟悉的材料，而且被极详尽地描述过，如1978年2月28日由Masuda等所发表的美国专利US 4,076,668和1977年11月18日Westerman发表的美国专利US 4,062,817，可作为参考。

烯烃未饱和羧酸和羧酸酐单体包括由丙烯酸本身代表的各种丙烯酸、异丁烯酸、乙基丙烯酸(ethacrylic acid)， α -氯丙烯酸(α -chloroacrylic acid)， α -氰基丙烯酸、 β -甲基丙烯酸(巴豆酸)、 α -苯基丙烯酸、 β -丙烯酰氧基丙酸(β -acryloxy propionic acid)、山梨酸(sorbic acid)、 α -氯基山梨酸、当归酸(angelic acid)、肉桂酸、 p -氯基肉桂酸、 β -steryl丙烯酸(β -sterylacrylic acid)、甲叉丁二酸、柠康酸(citraconic acid)、中康酸、戊烯二酸、乌头酸、马来酸、富马酸、三羧基乙烯和马来酸酐。

烯烃未饱和磺酸单体包括脂族或芳香族乙烯基磺酸、例如乙烯磺酸、烯丙基磺酸、乙烯基甲苯磺酸和苯乙烯磺酸、丙烯和异丁烯磺酸、例如磺乙基丙烯酸、磺乙基异丁烯酸、硫代丙基丙烯酸、硫代丙基异丁烯酸、2-羟基-3-丙烯酰氧基丙磺酸、2-羟基-3-异丁烯酰氧基丙磺酸和2-丙烯酰胺基-2-甲基丙烷磺酸。

用于本发明的优选聚合材料具有一个羧基。这些聚合物包括水解了的淀粉-丙烯腈接枝共聚物,部分中和的淀粉-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,皂化的乙酸乙烯酯-丙烯酸酯共聚物,水解的丙烯腈或丙烯酰胺共聚物,前述共聚物的任一有轻微网络交联的产物,部分中和的聚丙烯酸,部分中和的聚丙烯酸的有轻微交联的产物。这些聚合物可以独立地应用,也可以用二或多个单体,化合物的混合物形式来应用等等。这些材料的例子公开在美国专利US 3,661,875; US 4,076,663; US 4,093,776; US 4,666,983和US 4,734,478中。

用作先质粒子的最佳聚合材料是局部中和了的聚丙烯酸以及它们的淀粉衍生物的有轻微网络的交联产物。最好的是,先质粒子包括有从50至95%,最佳为75%的,中和的有轻微网络交联的聚丙烯酸(即丙烯酸钠/丙烯酸聚合物)。

如上所述,较佳的先质粒子是受轻微网络交联了的聚合材料。网络交联致使先质粒子实际上呈水不能溶的,而且部分地对决定先质粒子和所形成的粗视结构的吸收能力和可提取的聚合物含量的特性有关。使聚合物网络交联的方法及典型的网络交联剂已在前面提到的美国专利US 4,076,663中作了详细的说明。

单体的先质粒子可以用任何传统方法制取。典型的制取单体先质粒子的方法在以下的资料中有过描述,这些资料是:由Kerryn A. Brandt, Steven A. Goldman, 和 Thomas A. Inglin 在1988年4月19日重新公开的,题为“用于吸收结构物中的水凝胶型的聚合物结构”的美国专利Re 32,649; Tsuneo

Tsubakimoto, Tadao Shimomura, 和Yoshio Irie, 在1987年5月19日公开的题为“吸收制品”的美国专利4666983 和相同作者于1986年11月25日发表的, 题为“交联聚合物的连续产生方法”的美国4,625,001 号专利。这些专利在这里作为参考是合适的。

形成先质粒子的较好方法是采用包括水状溶液或其它溶液的聚合方法。如上面提到的美国专利Re 32, 649中所述的, 水状溶液聚合方法包括用一种水状反应混合物来进行聚合以形成先质粒子。通过对水状反应混合物施加足以在混合物中产生实质上水不能溶的, 轻微网络交联聚合材料的聚合化条件, 由此将所形成的大块聚合材料研磨或破碎以形成单个的先质粒子。

更准确地说, 生产单个先质粒子的水状溶液的聚合方法包括水状反应混合物的制备, 在混合物中进行聚合以形成合适的先质粒子。这种反应混合物的一个成份是含酸基团的单体材料, 它将形成欲生产的先质粒子的“主链成份”。反应混合物按重量计大体上包括100份的单体材料。水状反应混合物的另一个成份包括一种网络交联剂。用于形成先质粒子的网络交联剂在上面提到的Brandt 等所发表的美 国Re 32, 649号专利, Tsubakimoto 等发表的美 国4, 666, 983号专利; 和Tsubakimoto 等发表的美 国4, 625, 001号专利都有较详细的描述。按水状混合物中总的单体克分子百分数计, 网络交联剂通常以0.001克分子百分数至5克分子百分数的数量呈现在水状反应混合物中(就是说, 以单体材料的重量为100份计, 网络交联剂按重量为0.01至20份)。一种任选的水状反应混合物的成份包括一种自由基引发剂, 这种引发剂包括过氧化物, 例如, 过氧化钠, 过氧化钾, 和过硫酸铵, 过氧辛

酰, 过氧苯甲酰, 过氧化氢, 氢过氧化枯烯 (Cumene hydroperoxides), 叔丁基二过对邻苯二甲酸酯 (tertiary butyl diperphthalate), 叔丁过苯甲酸酯 (tertiary butyl perbenzoate), 过醋酸钠盐 (Sodium Peracetate), 过碳酸钠盐 (Sodium percarbonate) 等。水状反应混合物的其它任选成份包括各种实质上非饱和的含单体的酸性官能团的酯的非酸性共合单体, 或其它含非羧基或磺酸性官能团的共合单体等。

对水状反应混合物施加足以使之产生实际上水不能溶的, 吸收性的, 凝胶状的有轻微网络交联的聚合材料的聚合条件, 这些聚合条件已在上面提到过的三个专利中较详细讨论过。聚合条件通常涉及加热 (热激活技术), 以达到 $0-100^{\circ}\text{C}$ 聚合温度, 最好是从 $5-40^{\circ}\text{C}$ 。保持水状反应混合物起聚合反应的条件还可能包括, 例如: 对反应混合物或它的一部分施加聚合激活辐照, 这种辐照可以采用任何惯用的形式, 如放射性的, 电子的, 紫外光的或电磁辐射, 它们都可选用来进行聚合激活辐照。

最好使在水状反应混合物中所形成的聚合材料的酸性官能团中和。中和反应可以用任何常规的方法来进行, 通过反应应使得用来形成聚合材料的, 含酸性基团的单体的总数的至少 25 克分子百分数, 更好是至少 50 克分子百分数受到成盐的阳离子中和。如在上面提到的, 由 Brandt 等人所发表的美国专利 Re 32, 649 中有过较为详细的讨论。这样的成盐阳离子包括: 如, 碱金属, 铵和取代的铵, 以及胺等。

用水状溶液聚合方法来制取先质粒子是较好的, 但也可以采用多相聚合处理技术, 诸如逆向乳状液聚合或逆向悬浮液聚合的方法进行

聚合。在逆向乳状液聚合或逆向悬浮液聚合方法中，将前面提到的水状反应混合物以微滴的形式悬浮在一种水不能溶混的，惰性有机溶剂，例如环己烷的基质中。这种先质粒子通常呈球形的。逆向悬浮液聚合方法已在 obaysashi 等于 1982 年 7 月 20 日发表的美国专利 4,340,706; Fletcher 等于 1985 年 3 月 19 日发表的美国专利 4506052 以及 Morita 等于 1988 年 11 月 5 日发表的美国专利 4,735,987 中均有过详细的说明，可作为参考。

在本发明的优选实施例中，用来形成粒间交联团粒的先质粒子实质上是干的。在这里，“实质上干的”其含义是先质粒子有一定的含水量，通常含有水或其它溶液，但这个含量按先质粒子重量计小于 50%，小于 20% 比较好，最好小于 10%。通常，先质粒子的含水量按先质粒子重量计在 0.01%—5% 范围中。单一体的先质粒子可以用任何常规的方法，例如用加热来烘干。另外，在采用水状反应混合物来形成先质粒子时，可以用共沸蒸馏方法从反应混合物中将水除去。也可以用如甲醇作脱水剂对含聚合物的水状反应混合物加以处理。也可以把上述两种干燥方法结合起来使用。然后，将经脱水的聚合材料块进行破碎或研磨，以形成实质上是干的，水不溶解的，吸收性的凝胶状聚合材料的先质粒子。

本发明选用那些具有高吸收能力的先质粒子。所以，由这些先质粒子所形成的粗视结构物也有高的吸收能力。“吸收能力”指的是一种给定的聚合物材料吸收与其接触液体的能力。吸收能力随所吸收液体的性质以及它与聚合材料接触的方式而有很大的变化。从本发明的目的来说，根据下面提到的实验方法，将吸收能力定义为，以每克聚合材料的人造尿液克数为单位，任何给定的聚合材料所吸收人造尿液的量（人造尿液定义见后）。本发明所定义的先质粒子是每克聚合材

料至少有20克,最好有25克人造尿吸收能力的先质粒子。这里所用的典型的先质粒子聚合材料具有每克聚合材料吸收40克—70克尿的吸收能力。用具有这样高吸收能力的先质粒子制成的粗视结构物,特别适用在吸收制品,吸收构件和吸收物中。因为由这种先质粒子所构成的组合的粗视结构物,根据定义规定,能满意地容纳大量的排放液体(如尿)量。

可以对单个先质粒子作表面处理,例如: Alexander 等在1989年4月25日发表的美国专利4,824,901中公开了具有聚季胺 (poly - quaternary amine) 的先质粒子表面处理方法。如果进行表面处理,就能使先质粒子表面更好地交联,如: Tsubakimoto 等在1987年5月19日所发表的题为“吸收颗粒”的美国专利4,666,983,和1988年3月29日发表题为“水吸收剂”的美国专利4,738,478都可用作参考。在美国专利4,666,983中提到,可以将表面交联剂施加到先质粒子上,并使表面交联剂与先质粒子表面上的聚合材料反应,从而使个体的先质粒子表面交联。

并不需要使粒间交联团粒的所有先质粒子都具有相同性能的相同聚合材料来构成。例如:某些先质粒子可以由淀粉——丙烯酸接枝共聚物 (Starch - acrylic acid graft copolymer) 构成,而另一些先质粒子可以由具有稍微网络交联的局部中和的聚丙烯酸产物的聚合材料构成。而且,粒间交联的成团粒的先质粒子在形状,吸收能力,或其任何其它性能,特征方面可以是不同的。在本发明的一个优选实施例中,先质粒子含有的聚合材料基本上是由具有轻微网络交联的局部中和的聚丙烯酸产物所构成的,每个先质粒子具

有相同的性能。

本发明的粒间交联团粒也含有一种粒间交联剂，把它施加到先质粒子上，并与先质粒子的聚合材料反应，同时使先质粒子间保持物理上的结合。上述反应使先质粒子间形成交联键，这种交联键存在于粒子间（即在不同的先质粒子之间）。本发明的范围不必受理论的束缚或限制，可以相信，粒间交联剂和先质粒子聚合材料的反应将形成不同先质粒子的聚合键间的交联键（即粒间交联键）。对于本文所选用的聚合物来说，很清楚，粒间交联剂将使原先独立存在的先质粒子的羧基之间形成交联键。从理论和本发明实践可知，粒间交联键与聚合材料的羧基作用将形成不同先质粒子聚合链之间的共价交联键。通常，由交联剂官能团与聚合材料羧基作用，形成酯、酰胺（亚胺）或尿烷基团，其结果将导致共价化学交联键形成。在选用的实施例中，可以认为它是形成酯的化学键。因此，选定的粒间交联剂是那些能够与选定的聚合物中的羧基反应以形成酯的制剂。

本发明有用的粒间交联剂是那些能与用来形成粒间交联团粒的先质粒子的聚合材料起反应的制剂。合适的粒间交联剂可以包括许多不同的制剂，例如：具有至少两个可聚合双键的化合物，至少有一个可聚合双键和至少一个与聚合材料反应的官能团的化合物，至少有两个与聚合材料反应的官能团的化合物，或是多价的金属化合物。本发明所用的交联剂在前面提到过的美国专利4,076,663和Re 32,649中已有详细的叙述。可作为参考。粒间交联剂也可包括与先质粒子的聚合材料反应以形成聚合交联键的单体（如前面已提到过的）。

在羧基出现在先质粒子的材料上或材料中（即聚合链系）的情况

下，选用的粒间交联剂应是每个能与羧基反应的分子中至少有两个官能团的液体。可选取的粒间交联剂包括多元醇，例如：乙二醇、双乙二醇、三乙二醇、四乙二醇、聚乙二醇、丙三醇（1，2，3-丙三醇）、聚丙三醇、丙二醇、1，2-丙二醇、1，3-丙二醇、三羟甲基丙烷、二乙醇胺、三乙醇胺、聚氧化丙烯氧乙烯-氧丙烯嵌段共聚物，脱水山梨醇脂肪酸酯、聚氧乙烯脱水山梨醇脂肪酸酯、季戊四醇、和山梨醇；聚缩水甘油醚化合物，例如：乙二醇二缩水甘油醚、聚乙二醇二缩水甘油醚、丙三醇聚缩水甘油醚、双丙三醇聚缩水甘油醚、多丙三醇聚缩水甘油醚、山梨醇聚缩水甘油醚、季戊四醇聚缩水甘油醚、和丙二醇二缩水甘油醚；聚氮丙啶化合物，例如：2，2-双羟甲基丁醇-3〔3-（异-氮丙啶）丙酸酯〕、1，6-六甲基甲苯二亚乙基脲、和二苯甲烷-双-4，4'-N，N'-二亚乙基脲；卤代环氧化合物，例如：表氯醇和 α -甲基氟代醇；多元醛化合物，例如：戊二醛和乙二醛；多胺化合物，例如：乙二胺、二亚乙基三胺、三亚乙基四胺、四亚乙基五胺、五亚乙基六胺、及聚亚乙基亚胺；聚异氰酸酯化合物，例如：2，4-甲苯双异氰酸酯和六亚甲基双异氰酸酯。

可以采用由上述基团中选择的一种粒间交联剂，或是两种或多种实质上相互不起反应的粒间交联剂。这里所用带有含羧基聚合材料的专用粒间交联剂是：乙二醇、丙三醇、三羟甲基丙烷、1，2-丙二醇和1，3-丙二醇。

本发明中使用的粒间交联剂的份量是按每100份先质粒子的重量计，它是在0.01份到30份范围之内，在0.5份到10份之间较好，最好是在1份到5份之间。

本发明中其它的材料或制剂也可用于产生粒间交联团粒，或在促进及有助于粒间交联剂与先质粒子聚合材料反应中起助剂作用，或作为缔合物与粒间交联剂一起使用。例如，水可以连同粒间交联剂一起使用。水有促进粒间交联剂在先质粒子表面均匀扩散，并使粒间交联剂渗入先质粒子表面区的功能。水也可促进反应前的团粒中的先质粒子之间增强物理上的结合，使干的，膨胀的粒间交联团粒具有完整性。本发明中，以先质粒子的重量为100份，所用的水按重量计为小于20份（0—20份），在0.01—20份之间较好，最好是在0.1—10份之间。实际上，水的用量是随聚合材料的种类和先质粒子的颗粒尺寸而变。

有机溶剂也可和粒间交联剂一起使用。有机溶剂是用来促使粒间交联剂在先质粒子表面上的均匀扩散。有机溶剂最好是用亲水性的。用于本发明的亲水性的有机溶剂包括：低级醇，例如：甲醇、乙醇、n—丙醇、异丙醇、n—丁醇、异丁醇、仲—丁醇和t—丁醇；酮类，例如：丙酮、甲基·乙基酮、甲基异丁基酮；酯类，例如：二氧己环、四氢呋喃和乙醚；酰胺，例如N，N—二甲基甲酰胺和N，N—二乙基甲酰胺；和亚砷，例如：二甲基亚砷。所用亲水溶剂的份量为：按先质粒子重量为100份计，可少于60份（0—60份），取0.01—60份之间较好，最好是取1—20份之间。所用亲水有机溶剂的实际量将随聚合材料的种类和先质粒子的颗粒大小而变化。

粒间交联剂也可以和水以及一种或多种亲水有机溶剂混合起来使用。已发现，采用水/粒间交联剂溶液可使交联物具有最大的进入先质粒子表面区的渗透作用，而亲水有机溶剂/粒间交联剂具有极小的交联渗透作用。但是，为了控制粒间交联剂渗入先质粒子表面区的量，

将上述三种制剂混合起来使用是合适的。业已发现，水对有机溶剂的比率越高，交联物的渗透就越强，在压力之下粗视结构物的液态稳定性就越大，所得到的大结构物的吸收能力就越降低。典型地，在溶液中水与亲水有机溶剂的比率应在10:1到1:10的范围中。以先质粒子的重量为100份计，使用亲水有机溶剂/水/粒间交联剂溶液的份量应小于60份(0-60份之间)，以0.01-60份之间较好，最好是1-20份之间。

其它非强制成份也可以与含粒间交联剂的溶液混合起来使用。例如：可以加进引发剂，催化剂，非酸性共聚单体。一些合用的材料已在美国专利Re. 32,649中叙述过。

制取含有粒间交联团粒的多孔，吸收性的聚合粗视结构物的方法包括以下步骤：制备本文已述说过的先质粒子，对先质粒子的一部分施加粒间交联剂，使先质粒子在物理上结合以形成团粒，使团粒成形，并使粒间交联剂与团粒的先质粒子的聚合材料反应，保持先质粒子物理上的结合以形成不同先质粒子的聚合链系之间的交联键。

将粒间交联剂施加到先质粒子上。可以采用任何一种可将液体施加到材料上去的技术和设备来将粒间交联剂施加到先质粒子上，包括：涂、撒、喷射、滴、喷雾、凝结或将粒间交联剂浸在先质粒子上。这里“施加到上面”一词的意思是，要使联结起来的先质粒子的至少部分表面区域上具有粒间交联剂。因此，粒间交联剂可以施加到先质粒子的一部分上，或所有的先质粒子上，即仅仅在部分或全部的先质粒子的部分表面上，或在部分或全部的先质粒子的整个表面上。最好是将粒间交联剂涂到绝大多数先质粒子上，最好是全部先质粒子的整个表面上，以便增强先质粒子之间粒间交联键的键合效力，强度和密度。

在本发明的优选实施例中，在将粒间交联剂加到先质粒子上之后，

要通过各种搅拌技术使粒间交联剂与先质粒子混合起来，以保证先质粒子都被涂上粒间交联剂，则先质粒子之间交联键的键合效力，强度和密度可得到加强。混合可以用各种技术和设备，如用公知的各种搅拌器或搓揉机来完成。

在将粒间交联剂施加到先质粒子上之前，期间或之后，要先使先质粒子物理上结合在一起以形成一个团粒状的粗视结构，在这里用“物理上结合”一词表示为了指明先质粒子作为以任何不同的方式和空间关系的组成单元放在一起，并保持互相接触，以形成单一的结合物（团粒或粗视结构物）。

将一种结合剂施加到先质粒子上，并使先质粒子在至少涂有结合剂的那部分表面处在物理上相接触，而使先质粒子更好地结合在一起。最好是在将先质粒子放在一起时，通过液体表面张力的作用和/或由于表面膨胀造成聚合链的缠绕，而使结合剂将先质粒子的聚合材料粘在一起。本发明所用的结合剂包括：亲水有机溶剂，具体地说是低分子量的醇类，例如：甲醇、乙醇、异丙醇，水；亲水有机溶剂和水的混合物；前面提到过的某些粒间交联剂；易挥发的疏水有机化合物，如：己烷、辛烷、苯或甲苯，或它们的混合物。较好的结合剂是水、甲醇、异丙醇、乙醇、粒间交联剂如丙三醇，或它们的混合物。典型的结合剂包括一种粒间交联剂的混合物，由此使施加粒间交联剂的步骤可与施加结合剂的步骤同步进行。

可以采用任何用于将液体涂到材料上去的技术和设备来将结合剂加到先质粒子上，例如用涂、撒、喷射、滴、喷雾、凝结或使结合剂浸到先质粒子上。要将结合剂施加到需要联结的每个团粒的至少一个先质粒子的至少部分表面上。要将结合剂涂到大多数，最好是所有的

先质粒子的整个表面上。通常采用任何一种搅拌技术和搅拌设备使结合剂与先质粒子混合起来，以保证先质粒子完全被涂上结合剂。

当先质粒子涂上结合剂后，就可用各种方法使之在物理上接触到一起，例如：可以只用结合剂使粒子保持接触在一起。另外，也可用重力来保证先质粒子之间的接触，还可以将颗粒放在一个具有一定容积的容器中以保证先质粒子之间的接触。

另外，可以将先质粒子通过物理上的约束而使之自然的结合在一起，以使它们互相接触，例如：可将先质粒子紧挨着充填到一个有固定容积的容器中，而使得先质粒子在物理上互相接触。另外，可结合上面提到的方法用重力从物理上联结起先质粒子。也可以通过静电引力使先质粒子作物理上的结合，或借助于粘合剂（例如一种可水溶的粘结性的材料）将它们粘在一起。也可以将先质粒子附着到基板上，用基板使先质粒子互相接触。

在另一个构成本发明粗视结构物的实施例中，将先质粒子的团粒按各种几何空间关系成形，并压实，以形成一种具有一定形状，大小，和/或密度的团粒。可以用任何传统的成形技术来使团粒成形，所选用的成形方法包括压铸，模铸，造形操作。压铸和模铸技术通常是将先质粒子导入予制模腔中，并对团粒施加压力，使团粒与模腔形状一致。这里所用的具体模铸技术包括挤压模铸、浇注、挤压成形或层压，例如，可以将大量的先质粒子添加到一个具有固定体积的塑模腔的容器中，并将团粒挤压使之具有与模腔一致的形状，以使所形成的粗视结构物具有由模腔形状所限定的形状。成形技术包括对团粒进行各种操作以限制它的形状，和/或尺寸，和/或密度。此处可用的具体成形技术是：滚轧、锻压、挤压、旋压，敷层或冲压等操作，例如先质

粒子和粒间交联剂的团粒混合料可通过一对轧辊而形成片状的聚集体。另外，使团粒混合料通过孔板挤压，以形成一种具有形状与孔板相应的聚集体。还有，可将团粒混合料浇在一个表面上，以形成具有一定要求的形状或表面形态的聚集体。可以将这些技术分别或全部结合起来，以形成定形的聚集体。任何现有技术中的合适设备都可用来执行上述的操作，这些操作可以在对材料或设备的一部分进行加热和/或冷却的情况下完成。

在本发明的一个优选实施例中，将先质粒子，粒间交联剂，水和一定的亲水有机溶剂的团粒混合料添加到一个传统的挤压设备的进料斗中。挤压设备的实例已在McGraw - Hill图书公司1982出版的“聚合材料原理”第二版第331页的图12-14中提到，可作为参考。将团粒混合料挤压，通过挤压机的孔板，再送到一对具有固定（但可变）缝隙的受驱动的轧辊中，以对团粒进行挤压成片状。然后，再将该薄片进行加工成一定长度，制成具有一定要求尺寸、形状和/或密度的粗视结构物。

在施加粒间交联剂的同时或之后，先质粒子在物理上结合起来形成团粒，接着将团粒成形，粒间交联剂就与团粒的先质粒子的聚合材料起反应，在保持先质粒子物理上结合的情况下，形成先质粒子之间的交联键合而形成粒间交联的聚集体粗视结构物。

必须对粒间交联剂和聚合材料之间的反应进行激活，以完全实现不同先质粒子之间的交联键合作用，形成粒间交联的聚集体。虽然，可以用辐照（例如，紫外射线， γ 射线的照射）或由一种作为触媒剂和激活剂的催化剂来激活交联反应，但是最好用热激活（加热）交联反应。加热激活的同时促进反应并除掉混合料中存在的任何挥发物。

这种反应条件通常包括将已结合的先质粒子和粒间交联剂加热一定时间，并保持一定温度。加热的步骤可采用各种不同的设备，如烘箱或烘干机来进行。

通常，为了完成交联反应，加热到 90°C 以上的温度并保持充分的加热时间，这将对反应是有效的。对每一组具体的粒间交联剂和先质粒子的聚合材料来说，如果加热温度太低或时间太短，则反应没有充分进行，造成粒子间的交联键合较少或较弱，从而使得粗视结构物膨胀时液体的渗透性降低。如果温度过高，则可能降低先质粒子的吸收性，或是这些先质粒子的网络交联，依具体的聚合材料可能降低到使粗视结构物不能吸收大量的液体。另外，如果时间和温度不正确，可能使生成聚集体的可提取等级提高，从而形成凝胶结块的可能性增加。因此，反应通常在 120°C — 300°C 范围内进行，在 100°C — 250°C 之间更好。完成反应的时间，在没有催化剂的情况下通常是 5 分钟到 6 小时，以 10 分钟到 4 小时较好。

对于较佳的先质粒子聚合材料，部分中和的聚丙烯酸的有轻微网络交联的产品，和较佳的粒间交联剂，例如丙三醇或三羟甲基丙烷来说这个反应条件分别是：温度从 170°C — 220°C ，加热 3 小时到 30 分钟，最好温度在 190° — 210°C 之间，反应时间为 75 分钟到 45 分钟。实际采用的温度和时间将随具体先质粒子的聚合材料所用的粒间交联剂，是否采用催化剂来帮助反应，以及粗视结构物的厚度或直径而变化。

可以添加引发剂和/或催化剂以促进粒间交联剂的交联反应，而减少将先质粒子连结起来所要求的反应时间和/或反应温度和/或所用粒间交联剂的量。但是，通常反应是在没有催化剂的情况下进行的。

在反应步骤进行期间，需要维持先质粒子的物理上的结合，以便形成足够的粒间交联键。如果在反应步骤进行期间，先质粒子受到足以使之分离的力或应力，则先质粒子之间就可能不形成交联键（粒间交联键）。在反应期间，要保证不引入明显的使粒子分离的力或应力，需确实维持先质粒子的物理上结合。

作为一种非强制而较好的步骤，在形成多孔，吸收性的聚合粗视结构物的方法中，要对粗视结构物的组分——先质粒子作表面处理。例如在1989年4月25日Alexander 等在美国专利4,824,901中公开了有聚合—四价胺的聚合粒子的表面处理方法。在一个典型的方法中，至少要使存在于先质粒子表面附近的聚合材料表面交联。这些方法公开在1987年5月19日Tsubakimoto 等题为“吸收颗粒”的美国专利4,666,983;-和1988年3月29日同一作者在题为“水吸收剂”美国专利4,734,478中，可用作参考。本发明中由于利用了表面交联步骤，使得在防止膨胀时导致粗视结构物变形方面取得了改善。最好，使施加于先质粒子的粒间交联剂也充当表面交联剂，以使粗视结构形成同时表面也交联了。

如前所讨论的，制取粗视结构物的方法步骤并不需要按任何规定的次序进行，各步骤也可以同时进行。

在下一个优选实施例中，施加粒间交联剂与使先质粒子物理上结合的过程同时进行，接着使混合料成形，形成具有一定的形状和所需要的密度，接着是粒间交联剂与先质粒子的聚合材料反应。在完成以上步骤之后，立刻或在将团粒聚集体停放一段时间之后，同时形成粗视结构物和使结构物表面交联。具体地说，将先质粒子加入一个容器中，并与喷在先质粒子上的粒间交联剂，水和亲水有机溶剂混合起来，

形成团粒聚集体。粒间交联剂，水和亲水有机溶剂作为先质粒子的结合剂。粒间交联剂也充当表面交联剂。接着，采用上述的挤压和辊轧技术使团粒（即已结合的先质粒子和水状混合物）形成具有一定密度的片状物。之后，通过加热使粒间交联剂和聚合材料反应，以形成先质粒子之间的交联键，从而形成粒间交联成团粒的粗视结构，并同时使所形成的粗视结构的先质粒子的表面成表面交联。

在某些情况下，所形成的粗视结构物可能有点硬和脆。为此，可以用几种方法来取得具有弹性的粗视结构物。例如：在完成粒间交联反应之后，可将一定的增塑剂添加到粗视结构物中，合适的增塑剂有：水、高分子量的亲水有机溶剂（如，丙三醇，1，3-丙二醇，或乙二醇），或聚合液（如，聚乙烯醇或聚乙二醇），或它们的混合体。可用各种不同的方法将增塑剂添加到粗视结构物中，例如采用喷涂、涂抹、喷雾、浸、倒入溶液在粗视结构物上等。另外，若用水作为增塑剂时，可以通过将粗视结构物置于高湿度的环境中（即相对湿度高于70%）加入。增塑剂也可添加到含可聚合单体的反应前的混合料中，接着再反应，使单体形成粒间聚合的交联键。在这种情况下，增塑剂在交联反应期间就被渗入到粒间交联键结构中。溶液中增塑剂的用量是随所采用的具体增塑剂而定。一般来说，按重量计每100克先质粒子可含有0.01份到100份的增塑剂。

如图1—3所示，所形成的粗视结构物在相邻的先质粒子之间具有孔隙（显微相片中黑的部分）。孔隙是使液体通过进入到粗视结构物内部的相邻先质粒子之间的小缝隙。所以能在粗视结构物内形成孔隙是因为先质粒子并不“密接”或充分地紧挨在一起，即使紧压也不能消除孔隙。（先质粒子的堆砌效率小于1）孔隙通常比组成的先质粒

子小而形成许多处于先质粒子间的毛细管，它将液体传输到粗视结构物的内部。

孔隙由孔隙之间的相互连通的通道互相彼此连接着，这些通道使接触到粗视结构物的液体通过毛细作用力（例如形成毛细通道）传输到粗视结构物的其它部分，使其在吸收液体方面可利用到粗视结构物的整个体积。而且，当结构物膨胀时，孔隙和相互连通的通道使液体通过粗视结构物流到远离液体接触的原点的先质粒子层去。因此，由于孔隙和相互连通通道的存在，可以认为粗视结构物是可以渗透液体的。

对于一种给定的先质粒子尺寸分布来说，空洞部分（即包含孔隙和通道的总容积）的数值是很小的。通常，先质粒子的尺寸分布越窄，空洞的比率就越高，因此，为了在增加密度的情况下形成高的空洞部分，需使先质粒子具有相当窄的颗粒尺寸分布。

本发明粗视结构物的另一个特征是，通常粗视结构物的膨胀是各向同性的，即使在受到中等程度的压力作用下，液体存放在粗视结构物上并与之接触均是如此。在此，各向同性膨胀是指，当潮湿时，粗视结构物的膨胀在所有方向总是相同的。各向同性膨胀是粗视结构物的一个重要特征，因为既使在膨胀时，先质粒子和孔隙之间保持相对的几何和空间关系。因此，在使用过程中，毛细管通道既使不放大也能保持原样（实际上膨胀时，孔隙和先质粒子变大）。因此，粗视结构物能够渗透和/或输送超过本身能负担的液体，而不形成凝胶结块。

有迹象表明，在原先独立的先质粒子之间，粗视结构物中将形成的交联键正是使粗视结构物中流体（即液体）稳定的因素。这里“流体稳定”一词指的是含有粒间交联剂的粗视结构物在与水状液接触或

膨胀(有和/或没有应力)时,实际上保持完好无损(即,绝大多数独立成分的先质粒子保持仍连接在一起)。虽然,流体稳定性的意思为,绝大多数先质粒子要保持连接在一起,最好是所有用来构成粗视结构物的先质粒子要保持连接在一起。但是,如果随后有其它颗粒被水凝聚到该粗视结构物上时,则某些先质粒子可以从粗视结构物中分离开来,这也应该是可以的。

液体稳定性是本发明粗视结构物的一个重要特征,因为它使聚集体在干的或膨胀的状态下都保持它的相对结构,它使得成分—先质粒子保持不变。对一些最终产品,例如吸收构件或吸收物来说,液体稳定对减少凝胶结块方面是有益的,因为液体稳定使先质粒子即使和液体接触时也保持凝聚,而使人们利用在团粒中原先独立的微细颗粒,没有引入凝聚结块成分而增加了最终粗视结构物的液体吸收率。

聚集体粗视结构物的液体稳定性可用几步程序加以测量。观察和水状液接触时聚集体团粒粗视结构的最初动力学响应,然后观察完全膨胀后团粒粗视结构物的均衡状态。基于这些数据以确定液体稳定性的方法将在后面试验方法部分加以描述。

使用中,附着在粗视结构物上或与其接触的液体由先质粒子所渗透或通过微孔传输到粗视结构物的其它部分,在那里液体受到其它先质粒子渗透或通过粗视结构物传输到与其相邻的其它吸收件上。

图4—6表示本发明的另一个实施例,其中,先质粒子具有不同的形状和组分,先质粒子由不规则形状的颗粒和纤维(例如超吸收纤维)组成。在图4—6的实施例中,纤维可采用由德国威明顿的A I C O公司得到的吸收纤维。图4表示一种粗视结构物的总的形状。如图4所示,纤维形成了一种间架,其中颗粒间形成较小的孔隙,而

绕纤维形成较大的孔隙。图 5 更详细地表示了孔隙的形状和大小，图中颗粒与纤维粒间交联。图 6 表示在粗视结构物中，由于增加了纤维和颗粒/纤维的结合而形成了大的孔隙和通道。

超吸收纤维与微颗粒的混合数量关系可以有宽的变化，例如可以形成只有超吸收纤维的粗视结构物，这使得所形成的粗视结构物具有非纺纤维网状的外观。在图 4—6 所示的实施例 中，以先质粒子的总重量计，含有 0.1%—50% 的超吸收纤维，而含有 0.5%—10% 更为合适。

当超吸收纤维含有一部分先质粒子时，使纤维和它的先质粒子混合起来时，最好使纤维和其它先质粒子完全混合起来以使得纤维在许多不同的先质粒子之间交织。

图 7 表示本发明粗视结构物的另一个实施例。其中，加强物，例如纤维（纤维状的或纤维材料）被包埋在粗视结构物中。加强物可增加经膨胀的粗视结构物的强度（例如结构的完整性）。在某些实施例中，增强纤维也提供了可将液体很快传输到粗视结构物其它部份去的类似灯芯一样的构件和/或附加的吸收材料。增强构件最好由各种纤维构成（也称为增强纤维），虽然其它的材料，例如：丝状体，盘丝，网状物，非纺网状物，布纹网状物，云纹绵织物等，从它们的增强特性来说是可以用的。图 7 表示一个实施例，其中聚酯纤维交织贯穿于整个粗视结构物中，具体地说，聚酯纤维包含在互相连通的通道之内，这为粗视结构物提供经增强的膨胀后结构的完整性。

各种形式的纤维材料都可用作本发明的粗视结构物的加强构件。任何形式的适于用作传统吸收产品中的纤维材料也适用于用在本发明的粗视结构中。这些纤维材料，例如包括纤维素纤维，改性的纤维素

纤维，人造丝，聚丙烯，聚酯纤维如聚乙二醇对苯二甲酸酯(DACRON)，亲水性尼龙(HydroFil)等等。除了已讨论过的以外，其它可用于本发明的纤维材料有，亲水化的疏水纤维，例如经表面活性剂处理过的，或用二氧化硅处理过的热塑纤维衍生物，又如，从各种聚烯烃，如聚乙烯或聚丙烯，聚丙烯酸，聚酰胺，聚苯乙烯，聚氨基甲酸酯等的衍生物。事实上，亲水化的疏水纤维本身并没有很好的吸收性，因此并没有提供有足够吸收力的网状物，因而不为传统的吸收结构物所利用，但由于它有良好的灯芯状的性能，又使它适于被本发明的粗视结构物所采用，这是因为在本发明的粗视结构物中，其粗视结构有高的液体吸收率而没有凝胶结块的性能，这种纤维的灯芯状性能比起纤维材料本身的吸收能力来说，如果不是更为重要的话，也是同样重要的。合成纤维常常被选为本发明粗视结构物的纤维成份，多数选用聚烯烃纤维，最好的是聚酯纤维。

其它可用于某些粗视结构物的纤维素纤维材料是在化学上经加强过的纤维素纤维。较好的化学上加强的纤维素纤维是变稠密的，绞捻起来的，缠绕的纤维素纤维，这些纤维可由具有交联剂的内部交联纤维素纤维来制取。对稠密的，绞捻，缠绕的，在本发明中用作亲水性纤维材料的各种纤维素纤维已在1989年12月9日由Dean等于题为“有自身特点的，交联纤维及其制造方法”的美国专利4,888,093中公开，以及在Herron等1989年12月26日题为“制造降低残质的有自身特性的交联纤维的方法及其生产的纤维”的美国专利4,889,595，由Schoggen等1989年12月26日题为“制造有自身特点的交联纤维的方法及其生产的纤维”的美国专利4,889,596；由Bourbon等在1989年12月

26日题为“制造含独特增强纤维的湿置结构物的方法”的美国专利4,889,597和Moore等于1990年2月6日题为“捻织化学加强纤维及吸收结构物及其制法”的美国专利4,898,647等文中都有过详细的描述。在此,都可以用作参考。

虽然,在这里用“亲水性”一词来说明被置于纤维表面的液体弄湿的纤维素表面或纤维的情况(例如:水或水状液体是否迅速地在纤维表面散布开,而不管纤维是否实际上渗透液体或形成凝胶)。但是,有关材料湿性的技术规定是用有关所涉及液体和固体的接触角和表面张力方面的疏水性(和湿性)的定义。对此,已在Robert, Gould编的,1964年发行的题为“接触角,可湿性和粘度”的美国化学学会出版物中已有过详细的讨论。“纤维或纤维表面由液体弄湿的程度”一词既指当液体和纤维或表面间的接触角小于90度,也指当液体容易引起自然地通过纤维表面散布的情况。通常是这两个条件共存下的情况。

可以通过将纤维导入带有粒间交联剂的溶液,通过和预先涂有粒间交联剂的先质粒子混合,或通过将纤维材料加入到粒间交联剂/先质粒子混合物等方法将纤维添加到粗视结构物中,在一个优先实施例中是将纤维材料搓柔到粒间交联剂/先质粒子混合物中去的,最好使纤维材料与溶液完全混合,以使纤维材料均匀地散布到整个粗视结构物中。另外,纤维最好是在粒间交联剂与先质粒子的聚合材料反应前加入。

与先质粒子混合的纤维材料的相对量可以有很大的变化。以先质粒子重量为100份计,添加纤维材料的范围可选定从0.01—5份,以0.5至2份为更好。

多孔，吸收性的聚合粗视结构物可有目的地用于许多场合，例如：
粗视结构物可用于包装容器，药物释放装置，伤口清洁装置，燃烧处理装置，
离子交换装置材料，建筑材料，农业或园艺用材料，例如培种片或水一保持
材料，以及工业用品，矿泥或油脱水剂，防止结露材料，干燥和湿
度控制材料等。

本发明的多孔，吸收性聚合粗视结构物与一载体结合起来使用，
用于本发明的载体包括吸收材料，如：纤维素纤维。载体也可以是任
何现有技术所公知的载体，例如：非纺网状物、纱网状物，泡沫材
料，聚丙烯酸纤维、带孔的聚合物网状物，合成纤维、金属薄层，人造
橡胶等。粗视结构物可以直接或间接地与载体结合在一起，也可以通
过物理上的或化学上的结合，例如：粘贴，或化学作用将粗视结构物
粘附到载体上。

由于本发明多孔，吸收性聚合粗视结构物具有的独特的吸收性能，
所以它特别适用于做成吸收制品，尤其是一次性吸收制品的吸收芯。
此处“吸收制品”是指吸收并容纳身体排出液的制品，特别指的是那
些靠着或接近穿戴者的身体放置的，用来吸收并容纳各种由身体排出
来的分泌液的制品。而“一次性”吸收制品是指那些只是一次使用之
后就丢弃的制品（例如：新颖的吸收制品就其整体来说不打算漂洗或
保存后再次使用的制品，虽然吸收制品中的某些材料或全部仍可以循
环，重复或拼凑起来使用的）。图8表示一种一次性吸收制品的实施
例，如尿布20。这里，“尿布”指的是婴儿或大小便失禁的成人其
下身穿载的遮盖物。但是，不言而喻，本发明也可用于制做其它的吸
收制品，例如：大小便失禁者用的三角裤，尿垫，训练用裤子，尿布
插入物，卫生巾，纸巾，擦面纸等等。

图8是本发明的处于不收缩状态的尿布20的透视图(图中除去了所有的可引起收缩的橡皮带等),图中除去了部分结构以便能够更清楚地示意尿布20的构造。图8所示的尿布20最好包括:一个能透过液体的顶片38,一个不透液体的底片40,底片40与顶片38贴在一起,吸收芯42置于顶片38和底片40之间,橡皮松紧带44,贴片状紧固件46。顶片38,底片40,吸收芯42和弹性松紧带44可以组装成一种熟知的形状,如:Kenneth B Buell 1975年1月14日在题为“一次性尿布用的可收缩的侧边”的美国专利3,860,003中说明的尿布形状,可作为参考。还有一种尿布的形状公开在由Mohammed I Aziz和Ted L Blaney于1989年2月28日题为“带有橡皮片装的防漏部件的一次性吸收制品”的美国专利4,808,178,以及于1987年9月22日由Michael I Lawson于题为“有双袖口的吸收制品”的美国专利4,695,278,和John H. Foreman于1989年3月28日在题为“有封装袋的吸收制品”的美国专利4,816,025中,这些专利的内容均可用以参考。

在图8所示的尿布20的一个实施例中,顶片38和底片40一起延伸,并有相同的长和宽,其大小比吸收芯42大。顶片38叠合并缝接在底片40上而形成尿布20的外围,由外围限定了尿布20的外周边或边缘,外围包括端头边缘32和纵向边缘30。

顶片(或称上盖片)38是贴体的,有柔软感,对穿着者皮肤没有刺激性,而且顶片38是能透过液体的,让液体能迅速地透过它的厚度。合适的顶片38可选用很广泛的材料来制造,如用多孔的泡沫塑料,网状的泡沫塑料,多孔的塑料薄膜,天然纤维(例如木纤维和

棉纤维)，人造纤维（例如聚酯或聚丙烯纤维）或人造和天然纤维的混纺制品等。顶片最好是用疏水性材料制作，以使穿戴者的皮肤隔离开吸收芯42中的液体。

顶片38最好采用有1.5⁵系的长丝聚丙烯纤维，例如采用Wilmington, Delaware的Hercules公司提供的Hercules-151型聚丙烯。按习惯“长丝纤维”指的是那种长度至少在15.9mm(0.62英寸)的纤维。

可以用许多方法来制造顶片38，例如用纺织，无纺布，针织或其它类似的方法。较好的顶片38是针织的，并用纺织技术中技术人员熟悉的热粘方法制做。顶片最好是每平方米重18—25克，在顺着机加工方向干抗拉强度至少为每厘米400克，而湿抗拉强度，在横着机加工方向为每厘米至少55克。

底片40是不透液的，而最好用薄的塑料膜制做，当然也可采用其它不透液的柔软材料。底片40需防止吸收芯42中所吸收和容纳的液体渗出而弄湿与尿布20接触的东西，例如床单，衬衣等。底片40最好厚度为0.012mm(0.5密耳)到0.051mm(2.0密耳)的聚乙烯薄膜，当然其它液体不透的材料也可应用。习惯上“柔软”一词指的是穿上后贴身。

一种合适的聚乙烯薄膜是由Monsanto化学公司制造的，并具有商标为Film No 8020的商品。底片40最好被印花和/或去除光泽，以使之具有布的外观。而且，底片40可以使得从吸收芯42逸出的水气蒸发，但仍能防止渗透通过底片40。

底片40的尺寸由吸收芯42的尺寸和正确的尿布设计尺寸来定。在一个实施例中，底片40有一种如同变形沙漏那样的形状，沿尿布

20的周边延伸,超出吸收芯42约1.3厘米到2.5厘米(约0.5—1.0英寸)的距离。

顶片38和底片40可以用任何合适的方式连接在一起。此处“连接”是指将顶片38直接固定到底片40,使顶片38直接地连到底片40而成形,并靠将顶片38固定到一个中间构件,而中间构件依次固定到底片40,使顶片38非直接地与底片40连接而成形。在一个选用的实施例中,顶片38和底片40沿尿布周边用连接物(图未示),例如:粘胶或任何其它熟知的连接物把它们互相直接地固定起来,例如:一种均匀连续的粘胶层,间断点阵式的粘胶层,分开成线或点的粘贴片等都可以用来将顶片38固定到底片40上。

贴片状紧固件46通常放在尿布20的后腰带区以提供一种将尿布保持在穿戴者身上的紧扣部件。贴片状紧固件46可以是任何熟知的形式,如:在1974年11月19日Kenneth B. Buell于美国专利3,848,594中所公开的紧固带可作为参考。这种紧固件46或其它的尿布紧固部件通常设置在尿布20的接近拐角处。

松紧件44设置在尿布20的侧边缘处,最好是沿着纵向边缘30设置,使得松紧件44去拉住和保持尿布20紧靠到穿戴者的腿部。另外,松紧件44也可紧靠尿布20的两个端缘32处,此时可作为腰带而不是作为大腿的套箍。例如一种合适的腰带已公开在David J. Kievit和Thomas F. Osterhage于1985年5月7日题为“有可收紧弹性腰带的一次性尿布”的美国专利4,515,595中,可作为参考。此外制造具有松紧可收缩弹性件的一次性尿布的方法和设备,已公开在Kenneth B. Buell于1978年3月28日美国专利4,081,301中,可作为参考。

松紧件44是弹性可收缩地固定到尿布20上以一种正常的不受约束的形状，松紧件44有效地收缩或紧缩住尿布20。松紧件44至少可以用两种方法固定成一种具有弹性的可收缩的使用状态，例如：松紧件44可以在尿布20成不收缩的情况下拉伸并固定，此外，尿布20可以收缩，例如通过打褶，而使松紧件44处于非松弛或非张紧的条件下固定连接到尿布20上。

在图8所示的实施例中，松紧件44沿尿布20的长方向延伸。另外，松紧件44可以延伸到尿布20的整个长度，或任何适于提供一条弹性的可紧缩的线性长度。松紧件44的长度由尿布的设计而定。

松紧件44可取各种形式，例如：松紧件44的宽度可从0.25毫米(0.01英寸)变化到25毫米(1.0英寸)或更多；松紧件44可由单股的橡皮材料构成，也可包含平行或非平行的多股橡皮材料，或者松紧件44可以是长方形的，或是呈曲线形的。松紧件44可以用数种熟知的方法之一固定到尿布上，例如：可以用各种粘接方式，用超声粘结，热压到尿布20上，也可以简单地用胶粘贴到尿布20上。

尿布20的吸收芯置于顶片38和底片40之间。吸收芯42可以制成各种大小尺寸和形状(例如：长条形的，沙漏形的，不对称形的等等)，并由各种材料构成。但是，吸收芯42的总的吸收容量应该满足设计所要求的吸收制品或尿布的液体负载量。此外，吸收芯42的大小和容量可以变化以适应从婴儿到成人穿戴者所需的范围。吸收芯42包含本发明的多孔，吸收性聚合粗视结构物。

一种选用尿布20的实施例中采用矩形的吸收芯。如图9所示，吸收芯42最好包括一个吸收构件48，该构件48包括包封网状物

50，以及被封于网状物50中的多孔，吸收性聚合粗视结构物52。粗视结构物52被封装在包封网状物50中，以使先质粒子通过顶片移动的可能性减到最小，网状物50在顶片38和粗视结构物52之间形成一层附加的液体传输层以增加液体的获得，并减少再弄湿。如图9所示，把一层包封网状物围绕结构物52折迭起来形成第一层54和第二层56。网状物50的边缘58用任何常规的物品，例如粘合剂沿边封起来（如图所示）形成一个小袋。边封可以用超声封接，或热/压粘接。网状物50可以用许多种材料构成，包括非布纹网状物，纸质网状物，或吸收材料如纸巾的网状物。包封网状物50最好包含一种与构成顶片38所用的网状物类似的非布状网状物。非布纹网状物最好是亲水性的以便使液体能迅速地通过包封网状物50。类似成层状的吸收构件（叠层）已在Timothy A Kramer Gerald A. Young 和 Ronald W. Kock，于1986年3月25日题为“吸收性层叠结构”的美国专利4,578,068中有过说明，可供参考。

此外，本发明的吸收芯42可由单件或多件的本发明的多孔，吸收性的聚合粗视结构物所组成，可以包含粗视结构物的多层结合物或者任何其它包含本发明一种或多种粗视结构物的形状。

图10表示尿布120的另一个实施例，该尿布包括一种双层吸收芯142，吸收芯142是由一层改形的沙漏形吸收件60和与它紧挨的多孔，吸收性聚合粗视结构物的吸收片62构成的（即吸收片62位于吸收件60和底片40之间）。

吸收件60用于快速收集和暂时的盛体排出液，而通过灯芯物件将液体从初接触点被传输到吸收件60，并传输到粗视结构物吸收片

62。吸收件60最好包括一层纤维材料的网状物或盖片。各种纤维材料都可用于吸收件60，例如用前面讨论过的纤维材料，一般可采用纤维素纤维，但用木浆纤维特别合适。吸收件60也可包含一定量的颗粒状的，吸收性聚合物成分。吸收件60按重量计可以包含高达50%的聚合物成分。在最佳实施例中，吸收件60含有0-约8%(wt)的颗粒状吸收性聚合物成份。在另一个优选的实施例中，吸收件60包含前面讨论过的化学增强的纤维素纤维。本发明所用吸收件60的典型实施例在Paul T. Weisman, Dawn I. Houghton 和 Dale A. Gellert 题为“带双层芯的吸收制品”美国专利4,673,402 (1987年6月16日)中，和Miguel Alcmany 与 Charles J. Berg 题为“具有低密度和低基本重量拦阻区的高密度吸收件”美国专利4,834,735 (1989年5月30日)中有过描述，可作为参考。吸收件60具有贮液区和平均密度与单位面积的平均主要成分重量比贮液区低的截液区，使得截液区可有效而迅速地截取排放出的液体，这是非常重要的。

吸收件60可以是任何所要求的形状，例如：矩形的，卵形的，椭圆形的，非对称形的或沙漏形的。吸收件60的形状可与所形成尿布120的总的形状相一致。在图10所示的实施例中，吸收件是沙漏形的。

本发明粗视结构吸收片62不需有与吸收件60相同的尺寸，而事实上，它可能具有比吸收件60的顶部表面面积或大或小的面积，如图10所示，粗视结构吸收片62比吸收件60小，但有约为吸收件60的0.10—1.0倍的顶部面积。粗视结构吸收片62的顶部面积为吸收件60顶部面积的0.10—0.75倍较好，最好是0.1—0.5倍。在另一实施例中，吸收件60比粗视结构吸收片

62小,而有0.25—1.0倍的顶部面积。从0.3—0.95倍的粗视结构吸收片62的顶部面积较好。在这个实施例中,吸收件60含有化学增强的纤维素纤维。

在尿布中最好使粗视结构吸收片62与底片40和/或吸收构件60具有固定的相对位置关系。尤其是,结构吸收片62总是朝尿布的前面定位,以便使结构吸收片62处于最有效的截液并容纳排放液的位置。

在另一个优选实施例中,多片粗视结构吸收片,最好是2—6个长条或片,代替图10中所示的单块吸收片62。而且可以将附加的吸收层,吸收件,或其它结构件放入吸收芯142中,例如:可将一个附加吸收件置于结构吸收片62和底片40之间,为吸收芯142和/或一层吸收件提供贮液容量,以将液体通过吸收片62分布到吸收芯142的其它部分或到结构吸收片62上。也可将结构吸收片62的位置改变,使它处于吸收件30上面,而定位在顶片38和吸收件60之间。

使用时,将尿布20通过穿戴者背部下方定位后腰带区,拉住尿布20的关键部位置于穿戴者的大腿之间,以便使前腰带区穿到穿戴者的前面定位固定起来。然后贴片状紧固件46最好固定在尿布20的外表面上。使用时,具有本发明多孔,吸收性,聚合粗视结构物的尿布或其它吸收制品,由于结构物具有高的吸液能力,所以能更快和有效地分配并贮存液体,从而保持干燥。

合 成 尿

本发明试验方法中采用的是专用的合成尿,合成尿通常称为“Jayco Synurine”可以从Pennsylvania, Camp Hill的Jayco pharmaceuticals公司得到。合成尿的成

份是：2.0克/升的 KCl ；2.0克/升的 Na_2SO_4 ；0.85克/升的 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ；0.15克/升的 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ；0.19克/升的 CaCl_2 和0.23克/升的 MgCl_2 。所有的化学物质都是试剂纯等级的。合成尿的 pH 值是6.0—6.4范围之内。

试 验 方 法

A. 先质粒子的吸收能力

将聚合合成物放在一个“茶袋”之内，浸入过量的人造尿液中一定时间，然后经离心处理一定时间。用聚合合成物经离心处理后的最终重量减去初始重量（净液体获得量）与初始重量之比来确定吸收能力。

下面的步骤在 23°C (73°F) 和50%的相对湿度标准条件下进行。用一个 $6\text{ cm} \times 12\text{ cm}$ 的冲模，切出茶袋的材料，沿长度方向对折并用T型封口机沿两边密封而形成 $6\text{ cm} \times 6\text{ cm}$ 的方茶袋。所用茶袋材料是1234级热密封材料，可从美国Windsor Locks Connecticut 的Dexter公司的C. H. Dexter 分部得到，或用类似的材料。如果需要装微细的粒子，应该使用低孔隙度的茶袋材料。用称量纸称出 0.200 ± 0.005 克的聚合物合成物放入茶袋中，然后封住茶袋的开口。将一个空的茶袋沿顶封住用作对比物。将近300毫升的人造尿倒进一个1000毫升的烧杯中，把空茶袋浸泡于人造尿中，将内含聚合物合成物的茶袋（试样茶袋）平置，使材料均匀分布在茶袋中，将该茶袋放在人造尿表面，让茶袋泡湿，约不超过一分钟，然后完全浸入并泡透60分钟。在第一组试样浸入约1分钟时，将按第一组空白和试样茶袋同样的方法制备的第二组茶袋按第一组的同样的方法浸入并泡透60分钟。对每一组茶袋试样，在上述泡浸时间之后，用夹子将茶袋迅速从合成尿中取出，然后将样

品按下述过程作离心处理。在试验中采用 Pittsburgh, PA 的 Fisher 公司得到的 Fisher 05-100-26 型的 Delux Dynacoll 离心装置或类似物。离心机应装有直读式转数表和电子制动器。离心机还装有一个园柱形内插滚筒, 它有近 2.5 英寸 (6.35 厘米) 高, 外径 8.435 英寸 (21.425 厘米) 的滚筒外壁, 内径为 7.935 英寸 (20.155 厘米), 沿外壁四周有 9 排各有近 106 个 $3/32$ 英寸 (0.238 厘米) 直径的等间距布置的园孔, 滚筒的底有 6 个 $1/4$ 英寸 (0.635 厘米) 直径的园形排水孔, 这些孔绕底沿四周等距离布置, 滚筒外壁内表面与排水孔中心的距离为 $1/2$ 英寸 (1.27 厘米)。滚筒固定在离心机中, 以便随离心机转动和制动。将样品茶袋固定在离心机滚筒中, 使茶袋的折端处于离心机自转方向承受力。将空白茶袋放在样品袋相应的两侧。第二组样品茶袋必须与第一组样品茶袋相反放置, 而第二组空白茶袋与第一组空白茶袋相反放置, 以平衡离心机。将离心机起动, 并迅速过渡到 1500 rpm 的稳定转速, 将定时器调到 3 分钟。3 分钟之后, 将离心机关掉, 并制动。将第一样品茶袋和第一空白茶袋取出并分别称重。对第二样品茶袋和第二空白茶袋重复上述步骤。对样品的吸收能力 (a c) 计算如下:

$$a c = (\text{经离心处理后的样品茶袋重量减去处理后的空白茶袋重量再减去干的聚合合成物重量}) \div (\text{干的聚合合成物的重量})$$
。在这里, 吸收能力的值是二个样品的平均吸收能力。

B. 液体稳定性

本方法的目的是确定团粒曝露于合成尿上的稳定性。

将样品粗视结构物放于一个浅盘中, 将过量的合成尿添加到该结

构物上，观察结构物的膨胀，直到其平衡。在观察过程中，可看到小粒的结构物从主团粒裂开，小片状的颗粒从主团粒漂浮开，或随颗粒从主团粒分离并漂浮，只在两维的X—Y平面内膨胀。如果团粒有大量的裂开组分颗粒，则认为粗视结构物是不稳定的。也应该对该结构物的各向同性膨胀进行观察。如果在试验程序之后，团粒保持相对稳定，并保持先质粒子和孔洞的相对几何位置 and 空间关系，则可认为该结构物是稳定的。最好是，对液体稳定的粗视结构物在它们膨胀之后是不能检测到裂出部分的。

C. 先质粒子尺寸与质量平均颗粒尺寸

以10克总体先质粒子样品为基础的重量百分数计的颗粒尺寸分布是将样品通过一套有19个尺寸范围，从标准20号筛(850微米)到标准400号筛(38微米)的套筛来进行分筛确定。这些标准筛可以从Ohio, Worthington的Gilson公司得到。由于所用设备不能一次容纳19个筛，所以在本步骤中三叠筛在一次进行，第一叠包括20#、25#、30#、35#、40#、45#、和50#筛加上筛盘；第二叠包括60#、70#、80#、100#、120#和140#筛加上筛盘；第三叠包括170#、200#、230#、270#、325#和400#筛加上筛盘。然后，对留在每个筛中的先质粒子进行称重以确定按重量百分数计的粒子尺寸分布。

将第一叠筛安装到一个振动器上，并将10.0克加减0.00克的样品放在20#筛上。选用的振动器是Model—SS—5型的振动3英寸筛的振动器，可以从Ohio, Worthington的Gilson公司得到。将套筛以近似于每分钟2100次振动3分钟，

(在仪器刻度盘上“6”)，然后将筛盘移开，并将该套组放置一边以便等一下称重。用一软刷将留在筛盘上的样品收集到一张厚纸上。将第二套筛装到振动架上，并将厚纸上的样品放到60[#]筛上，在每分钟2100次振动下将第二叠筛振动3分钟，将筛盘上的样品收集到厚纸上，将该叠筛置于一边。再将第三叠筛安装到振动架上，并将厚纸上的样品放到170[#]筛中，在每分钟近2100次振动下对第三叠筛振动3分钟，用软刷将每个筛中的样品送到经称重的厚纸上。用标准的三位天平称出样品的重量，并将各个筛的样品重量记录下来。在三叠筛都被振动过之后，对每个筛和留在筛盘上的样品重复上述的称量步骤。用另外两个10克的样品重复此方法。用对每种筛的三次样品重量的平均来确定以每个筛的尺寸为基础的平均粒子尺寸分布的重量百分数。10克总体样品的质量平均颗粒尺寸计算如下：

$$m_{aps} = \frac{\sum (D_i \times M_i)}{\sum M_i}$$

其中， m_{aps} 表示质量平均颗粒尺寸； M_i 表示确定的筛上颗粒的重量； D_i 表示对确定的筛而言的“尺寸参数。”一个筛的尺寸参数 D_i 被定义为更高级的筛的尺寸（微米）。例如：一个标准50[#]筛有355微米的尺寸参数，它与标准的45[#]筛（更高级）的网眼尺寸一致。这里的质量平均颗粒尺寸是三个样品质量平均颗粒尺寸的平均值。

先质粒子实施例

一个套缸式10升双臂不锈钢搓柔机有220 mm×240 mm的开

口和 240 mm 的深度，并具有两个 (Σ) (Sigma) 型的转动直径 120 mm 翼片，用一盖封盖住。制备一种由 37 % 重量的单体构成的含水单体溶液，单体由 75 % 克分子的丙烯酸钠和 25 % 克分子的丙烯酸组成。将 550.0 克的水成单体溶液装进搓柔机的缸中，该缸用氮气净化以清除掉存留的空气。然后，把两个 Σ 型翼片调节到以 46 rpm 的速度转动，而套缸则用 35 °C 的水道加热。加进 2.8 克的过硫酸钠和 0.14 克的 L-抗坏血酸为聚合引发剂。在引发剂加入

约 4 分钟后，聚合作用开始。大约在加入引发剂之后 15 分钟，反应系统内部达到 82 度 (°C) 的最高温度。在连续不停搅拌下将水凝胶集合物形成 5 mm 大小的颗粒。在聚合作用开始后 60 分钟，将盖子从搓柔机上移开，并将材料从机内取出。

将所得的水成水凝胶聚合物铺在 50 # 尺寸的金属网上，用 150 °C 的热空气干燥 90 分钟，用一个锤形破碎器将干燥粒子破碎，并用标准 20 # 筛 (850 微米) 过筛，取得通过 20 # 筛的颗粒。这些颗粒的质量平均粒子尺寸为 405 微米。

实施例 1

将按前面先质粒子实施例制得的先质粒子 350.0 克放进一个 5 夸脱标准的厨房型搅拌器中，先质粒子所具有的颗粒尺寸可使它通过标准的 60 # 筛 (250 微米) 而留在标准的 100 # 筛 (150 微米) 上。制备由 7.0 克甘油 (丙三醇)，35.0 克甲醇和 7.0 克水的溶液。用一个 Precision Valve 公司 (Yonkers, NY) 提供的普通喷雾器将溶液喷在先质粒子上面，以使先质粒子涂上该溶液。一面开着搅拌器，一面将溶液喷到先质粒子上。在喷撒的最初 15 秒钟，搅拌器调在最低的运转速度，在 15 秒之后，搅拌器以最高速度运转。整个喷撒过程要求用 3 分钟将全部的溶液容量喷到先质粒子上。再用两分钟使搅拌器以最高速度

搅拌混合物以使所有的先质粒子完全为溶液湿透。然后，将所形成的混合料放进如前所述的挤压机/压实器的料斗中。挤压机的螺旋浆有8英寸(20.3厘米)长，有5个括板，每个1.5英寸(3.8厘米)长。挤压机螺旋浆的外径1.75英寸(4.45厘米)，螺旋浆与缸罩的间隙为0.20英寸(0.51厘米)。开动该装置，使螺旋浆以47 rpm 的速度运转。混合物在具有固定(但是可改变)间隙的压实轧辊之间受到挤压。压辊直径为8.975英寸(22.8厘米)，并以5.4 rpm 速度受驱动。压辊之间的间隙为0.015 英寸(0.38 mm) 然后，将所形成的片状聚集体分成近似12-15 英寸(30-40厘米) 长段，将形成的聚集体片用210 °C 的鼓风对流的烘炉中加热45分钟，以使先质粒子的聚合物与甘油(丙三醇) 反应。最终的薄片其厚度(用卡尺测量) 为0.031 英寸(0.8毫米) 和宽度约1.95英寸(4.95 厘米) 。

实施例2

制备含0.5克甘油，0.5克水和3.0克异丙醇的溶液，将该溶液加到按前面制备先质粒子的实施例中所制取的25克先质粒子上。先质粒子具有的颗粒尺寸使得它可通过标准的40[#] 筛(425微米) 而部分留在标准的50[#] 筛(300微米) 中。混合料用一个搅拌器刮片完全混合，使所有先质粒子都涂上上述溶液。将混合物分成近似相同的几部分，将混合物的一半均匀地铺在一块

SUPERSTONE 烘烤陶瓦片上，这种陶瓦片可以从 I L Evanston 的 Sassafra Enterprises 公司买到。将混合物轻轻压在陶瓦片上，将0.16克 KODEL 聚酯纤维均匀地散布在所形成的混合物上。该聚酯纤维是被切割成长度为1.25英

寸(3. 2 厘米) 的, 硬化了的, 15. 0 毫的纤维。将该混合物的另半部分均匀地铺在纤维上面并稍微压实。然后, 将整个结构物用木质园棍滚压成约 0. 06 英寸(1. 5 毫米) 厚度。在滚压的薄片上放一片MYLAR(聚酯薄膜) 以免混合物粘到压棍上。然后, 将该薄片对折并重复滚压。这个对折/滚压(柔搓) 步骤要进行两次, 之后将该薄片放在循环鼓风的烘箱中200℃加热达45分钟, 使甘油和先质粒子的聚合材料反应。最后生成的粗视结构物的厚度(用卡尺量) 约为0. 06英寸(1. 5 毫米)。

实施例8

制备由1. 6克甘油, 3. 2克水和12. 8克异丙醇组成的溶液, 将溶液加到按上面先质粒子实施例制成的80克先质粒子上, 该先质粒子所具有的颗粒大小尺寸分布是其重量的8%通过20#筛(850微米), 而其余留在30#标准筛(600微米) 上, 其重量的15%通过30#(600微米) 标准筛, 而其余留在40#(425微米) 筛上, 其重量的22%通过40#(425微米) 的标准筛, 而其余留在50#(300微米) 筛上, 其重量的36%通过50#(300微米) 的标准筛, 而19%(重量) 通过100#(150微米) 标准筛。将上述物质用一根搅拌棍搅拌直到所有的先质粒子涂上上述的溶液。将所形成的混合物松松地铺在一块SUPERSTONE烘烤用的陶瓦片上, 并用木棍滚压成具有0. 06英寸(1. 5 毫米) 厚度的薄片。在受滚压的薄片上放一片MYLAR(聚酯薄膜) 以防止混合物粘到棍上。然后, 将薄片置于强风循环烘箱中, 用200℃加热45分钟, 使甘油和先质粒子的聚合材料作用, 所得到的粗视结构物的厚度(用卡尺量) 约为0. 06英寸(1. 5 毫米)。

实施例4

制备一种由0.342克甘油, 0.136克水和1.713克甲醇组成的溶液。另外, 取0.512克的可以从AFCO公司买到的FIBERSORB纤维, 和13.364克的某一尺寸的先质粒子混合, 该先质粒子的颗粒都通过标准100#筛(150微米), 根据前面提到过的实施例制取的, 经混合形成先质粒子混合物。上述纤维可以切成约0.5英寸(1.25厘米)到2.5英寸(6.35厘米)之间的长度。将上述溶液加到先质粒子上, 并用搅拌棍搅拌, 以形成一种聚集的混合物。将所形成的聚集混合物散布到一个6英寸(15厘米)的PYREX耐热玻璃培养皿上, 并用小刮刀压实到约0.15英寸(3.8毫米)厚度。然后, 将该片置于强力空气循环烘箱中200℃加热40分钟, 使甘油与先质粒子聚合物(FIBERSORB和由先质粒子实施例所制取的先质粒子两种聚合物)起反应。所生成的粗视结构物具有由相当小的不规则形状颗粒, 以及与该颗粒互相混合起来的纤维合成的颗粒状结构。

实施例5

制备由0.023克甘油, 0.014克水和0.580克甲醇组成的溶液。将该溶液加入到0.880克可以从AFCO公司买到的FIBERSORB纤维组成的先质粒子上, 该纤维被切成具有0.5英寸(1.25厘米)到2.5英寸(6.35厘米)的长度范围。将溶液与先质粒子用搅拌棍搅拌, 使其完全混合形成一种团粒聚集混合物。将所形成的团粒聚合物散布在一个6英寸(15厘米)的PYREX耐热玻璃培养皿上, 并用小刮刀压实成厚度为0.007英寸(0.178毫米)的薄片, 然后, 将该薄片置于强空气循环烘

箱中，在200℃加热30分钟，以使甘油与先质粒子的聚合材料反应。所形成的粗视结构物含一种与非布纹网状物相似结构的内部聚纤交联团粒聚集物。

在对本发明的实施例作出描述和说明之后，很明显，对于那些本领域的技术人员来说，可能作出各种不背离本发明精神与范围的变化和限制，对此，所有这样的在本发明范围内的变化和限制都复盖在从属权利要求中。

说明书附图



图

1



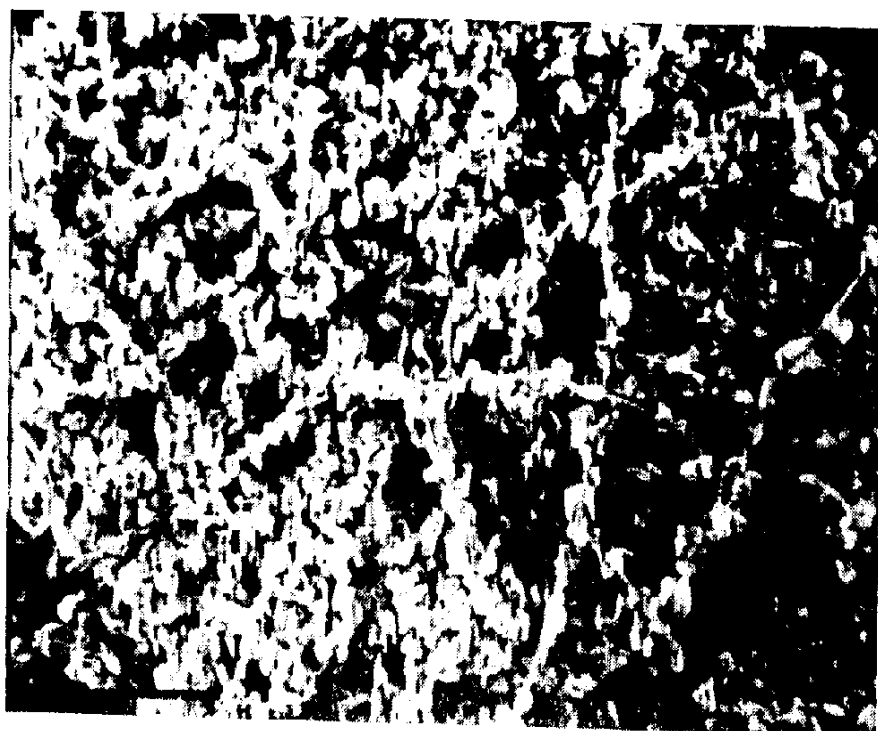
图

2



图

3



图

4



图 5



图 6



图 7

