

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200580013089.4

[51] Int. Cl.

C08B 31/00 (2006.01)

C08L 3/00 (2006.01)

D01F 6/00 (2006.01)

D01F 8/00 (2006.01)

[43] 公开日 2007 年 6 月 27 日

[11] 公开号 CN 1989155A

[22] 申请日 2005.4.29

[21] 申请号 200580013089.4

[30] 优先权

[32] 2004.4.29 [33] US [31] 10/834,504

[86] 国际申请 PCT/US2005/015330 2005.4.29

[87] 国际公布 WO2005/108433 英 2005.11.17

[85] 进入国家阶段日期 2006.10.25

[71] 申请人 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

P·D·特罗克汉

[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

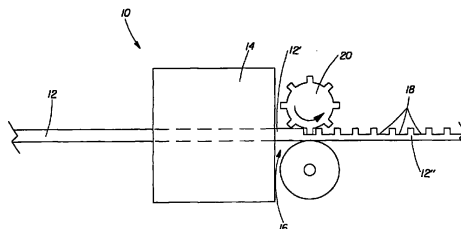
权利要求书 2 页 说明书 24 页 附图 2 页

[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. 一种聚合结构, 所述聚合结构包含非 PV0H 加工的羟基聚合物组合物, 所述组合物包括包含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 5% 和/或破坏载荷时拉伸为至少 10%。
2. 如权利要求 1 所述的聚合结构, 其中所述羟基聚合物选自淀粉、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、树胶、阿拉伯聚糖、半乳聚糖、蛋白质, 以及它们的混合物, 优选其中所述羟基聚合物包括淀粉和/或淀粉衍生物。
3. 如前述任一项权利要求所述的聚合结构, 其中所述非 PV0H 加工的羟基聚合物组合物还包括包含交联剂的交联体系, 其中所述羟基聚合物被所述交联剂交联, 使得所述聚合结构总体上不显示具有熔点。
4. 如前述任一项权利要求所述的聚合结构, 其中所述聚合结构的形式选自纤维、薄膜和泡沫, 优选为纤维形式, 更优选为显示具有的纤维直径小于 50 μm 的纤维形式。
5. 如权利要求 4 所述的纤维形式的聚合结构在纤维结构中的应用, 其中所述纤维结构显示具有的峰值载荷时拉伸为至少 5% 和破坏载荷时拉伸为至少 10%, 优选其中所述纤维结构包括两种或多种相互缔合的纤维, 更优选其中所述纤维结构包括两个或多个显示具有彼此互不相同的普通强度性质的值的区域, 最优选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、绝频以及它们组合。
6. 如权利要求 4 所述的聚合结构在纤维结构中的应用, 其中所述纤维结构包括包含缔合纤维的第一区域和包含非缔合纤维的第二区域。
7. 一种用于制造如权利要求 1 至 4 中任一项所述的聚合结构的方法, 所述方法包括以下步骤:
 - a. 提供包含羟基聚合物的非 PV0H 聚合物熔融组合物; 和

- b. 聚合物加工所述非 PV0H 聚合物熔融组合物以形成纤维形式的聚合结构; 和
 - c. 任选地, 将所述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 5% 和/或破坏载荷时拉伸为至少 10%。
8. 如权利要求 7 所述的方法, 其中所述方法还包括差别压实所述纤维结构使得两个或多个区域显示具有彼此不同密度的步骤。
9. 如权利要求 8 所述的方法, 其中所述差别压实的步骤包括: 在湿度的存在下, 使所述纤维结构与包括图案的结构赋予元件接触, 并且向所述纤维结构和/或结构赋予元件施力, 使得所述纤维结构获得所述结构赋予元件上的图案的形状, 以形成差别压实的聚合结构。
10. 如权利要求 8 所述的方法, 其中差别压实所述纤维结构的步骤包括: 在湿度的存在下, 将所述纤维结构夹入两个带中间, 其中至少一个所述带是包括图案的结构化带, 然后向至少一个所述带施力, 使得所述纤维结构获得所述结构化带上的图案的形状, 以形成差别压实的聚合结构。
11. 如权利要求 7 所述的方法, 其中所述纤维结构包括包含交联剂的交联体系, 所述交联剂能够交联所述羟基聚合物, 以使所述纤维形式的聚合结构总体上不显示具有熔点, 优选其中所述方法还包括固化所述交联剂的步骤。
12. 一种用于制造如权利要求 1 至 4 中任一项所述的聚合结构的方法, 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, 其中至少一种所述纤维包含纤维形式的聚合结构; 和
 - b. 任选地, 使两种或多种纤维互相缔合, 使得形成纤维结构, 所述纤维结构包括包含缔合纤维的第一区域和包含非缔合纤维的第二区域。

聚合结构及其制造方法

发明领域

本发明涉及包含非 PVOH 加工的羟基聚合物组合物的聚合结构，所述组合物包含羟基聚合物。本发明还涉及包含这种聚合结构的纤维结构，以及用于制造该聚合结构的方法。

发明背景

近些年来，纤维结构配制人员尝试着从木基纤维素纤维转向聚合物纤维。包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，需要一种聚合结构和/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，提供了一种包含非 PVOH 加工的羟基聚合物组合物的聚合结构，所述组合物包含羟基聚合物，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. 提供包含羟基聚合物的非 PVOH 聚合物熔融组合物；和
- b. 聚合物加工所述非 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. 提供包含羟基聚合物的非 PVOH 聚合物熔融组合物；
- b. 聚合物加工所述非 PVOH 聚合物熔融组合物以形成纤维形式的聚合结构；和
- c. 将所述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包含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，所述纤维结构包括包含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，其中至少一种所述纤维

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，使得形成纤维结构，所述纤维结构包括由缔合纤维构成的第一区域和由非缔合纤维构成的第二区域。

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非 PVOH 聚合物熔融组合物而形成的任何物理结构。上述聚合结构的非限制性实施例包括纤维、薄膜和泡沫。可使用上述聚合结构，尤其是以纤维时，所述聚合结构任选与其它物理结构如纤维素纤维和热塑性水不溶性聚合物纤维一起，形成纤维结构。优选地，本发明的聚合结构在总体上没有熔点，或换句话说讲所述聚合结构为非热塑性聚合结构。还需要本发明的聚合结构是基本均匀的。

本文所用术语“非 PVOH”是指很少，如按重量计少于 5% 和/或少于 3% 和/或 少于 1% 和/或少于 0.5% 的聚乙烯醇，存在于组合物和/或聚合结构中。在一个优选的实施方案中，0% 的聚乙烯醇存在于组合物和/或聚合结构中。

本文所用的“破坏性拉伸”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 FL 的长度”是在破坏载荷时聚合结构的长度;

“聚合结构 I 的长度”是在拉伸之前聚合结构的初始长度。

本文所用的“最大拉伸”由下式定义:

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

其中:

“聚合结构 PL 的长度”是在峰值载荷时聚合结构的长度;

“聚合结构 I 的长度”是在拉伸之前聚合结构的初始长度。

通过测定聚合结构的总干拉伸强度 (MD 和 CD) 或 “TDT”, 可确定聚合结构的强度。通过提供 2.5cm X 12.7cm (一 (1) 英寸乘五 (5) 英寸) 的聚合结构条带和/或包含上述需测试聚合结构的纤维产品, 来测定 TDT 或拉伸。将每个条带放置在市售于 Instron Corp. (Canton, Massachusetts) 的 1122 型电子张力检验器上。张力检验器的夹头速度为约 5.1 cm/分钟 (每分钟 2.0 英寸), 并且标距为约 2.54cm (1.0 英寸)。张力检验器计算峰值载荷时拉伸和破坏载荷时拉伸。张力检验器主要通过上述公式来计算拉伸。本文所用的峰值载荷时拉伸是 MD 和 CD 峰值载荷时的平均拉伸。本文所用的破坏载荷时拉伸是 MD 和 CD 破坏载荷处的平均拉伸。

“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。

本文所用术语“纤维”是指一种细长、纤薄且高度柔韧的物体, 其具有一个相对于该纤维的两个相互正交轴而言非常长的长轴, 所述两个相互正交轴垂直于所述长轴。长轴长度与垂直于长轴的纤维横截面当量直径的纵横比优选大于 100/1, 更具体地讲大于 500/1, 且还更具体地讲大于 1000/1, 且甚至更具体地讲大于 5000/1。

本发明纤维可以是连续的或基本连续的。如果纤维在纤维结构和/或由其制得的纤维产品的 MD 长度上可伸展 100%, 则它是连续的。在一个实施方案中, 如果纤维在纤维结构和/或由其制得的纤维产品的 MD 长度

上,可伸展大于约 30% 和/或大于约 50% 和/或大于约 70%,则它是基本连续的。

如由本文所述术语“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而制得。在一个实施方案中,通过交联而形成的聚合结构、尤其是纤维形式的聚合结构,总体上显示不具有熔点。换句话讲,它在融化前就降解了。用于实现交联的适宜交联体系的非限制性实施例包括交联剂和任选的交联促进剂,其中羟基聚合物可通过交联剂交联。

包含羟基聚合物的纤维可包括熔纺纤维、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。这些多组分纤维,尤其是双组分纤维,可以是并列型、皮芯型、分割饼型、带状、海岛型构型,或它们的任何组合。外皮可以连续或不连续地围绕芯。皮与芯的重量比可以为约 5:95 至约 95:5。本发明的纤维可具有不同的几何形状,包括圆形、椭圆形、星形、矩形和其它各种偏心率。

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,其包含本发明的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具有不止一个空间关系上相互分离部分的纤维。多组分纤维包括双组分纤维,其被定义为具有两个空间关系上相互分离部分的纤维。多组分纤维的不同组分可排列在横跨纤维横截面的基本不同区域内,并沿纤维的长度不断延伸。

上述多组分纤维、具体地讲双组分纤维的非限制性实施例是双组分纤维,其中羟基聚合物作为该纤维的芯,而热塑性水不溶性聚合物作为鞘,所述鞘围绕或基本上围绕该纤维的芯。可制得上述纤维的聚合物熔融组合合物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,所述鞘可包含羟基聚合物和含交联剂的交联体系,并且所述芯可包含羟基聚合物和含交联剂的交联体系。就皮与芯而言,羟基聚合物可相同或不同,而交联剂也可相

同或不同。此外，羟基聚合物的含量可相同或不同，而交联剂的含量也可相同或不同。

可将本发明的一种或多种基本连续纤维或连续纤维结合到纤维结构如纤维网中。上述纤维结构可最终被结合到商品中，如单层或多层纤维制品中，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、芯材如纸芯、和其它类型的纸制品。

本文所用术语“层”或“若干层”指单独的纤维结构，可任选地将其安置在与其它层基本相连、面对面的位置上以形成多层纤维产品。也设想单个纤维结构可通过例如自身折叠有效地形成两层或多层。层或若干层可作为薄膜或其它聚合结构而存在。

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。

通过制造具有一定面积(m^2)的一个或多个样本，并在最小分辨率为 0.01g 的顶载天平上称量依照本发明的纤维结构样本和/或薄膜的重量，来测定基重。所述天平使用气流罩保护其不受气流和其它干扰的影响。当天平上读数恒定时记录重量。计算平均重量(g)和样品的平均面积(m^2)。用平均重量(g)除以样品的平均面积(m^2)计算出定量(g/m^2)。

本文所用术语“厚度”是指纤维结构、纤维产品或薄膜的宏观厚度。通过剪切纤维结构、纤维产品或薄膜的样本，使其尺寸大于加载底脚装载面，其中加载底脚装载面的圆形表面积为约 20.3cm^2 (3.14in^2)，来测定依照本发明的纤维结构、纤维产品或薄膜的厚度。将样本限定在一个水平平面和加载底脚装载面之间。加载底脚装载面向样品施加的围压为 1.45kPa ($15.5\text{g}/\text{cm}^2$ (约 0.21psi))。平面和加载底脚装载面之间的所得间隙即为厚度。这种测量可在 VIR 电子厚度测定器(型号为 II, 购自马萨诸塞州 Philadelphia 的 Thwing-Albert Instrument Company)上实现。重复测量厚度并记录至少五(5)次以计算平均厚度。所述结果以毫米记录。在本发明的一个实施方案中，所述纤维结构显示具有的平均厚度小于其整体厚度。

本文所用术语“表观密度”或“密度”是指样本定量除以厚度，使

用引入本文的适当转换进行。本文所用的表观密度的单位为 g/cm^3 。

本文所用术语“重均分子量”是指按照规程用凝胶渗透色谱法测定的重均分子量，所述规程见于“Colloids and Surfaces A. Physico Chemical & Engineering Aspects”第162卷（2000年）第107至121页中。

本文所用术语“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。

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

本文所用术语“棉绒”和/或“起球”是指聚合结构、尤其是纤维结构和/或纤维产品的离散部分，其典型在使用期间从最初的聚合结构和/或纤维结构和/或纤维产品中分离出来。

传统的卫生纸和纸巾基本上由短纤维素纤维构成。在擦拭过程期间 - 湿擦和干擦，这些短纤维可从结构中分离开来，并成为明显的棉绒或起球。与传统的离散短纤维素纤维相比，本发明使用基本连续的纤维。一般而言，由于所述纤维的连续性，与它们的纤维素亲属相比，本发明的纤维结构可防止棉绒。此外，与它们的纤维素亲属相比，本发明的纤维结构可防止起球，只要在擦拭过程期间，结合力和纤维强度以及拉伸非常强，足以防止游离纤维破损以及邻近纤维缠结。

本文所用术语“强度性质”和/或“普通强度性质值”是指，密度、基重、厚度、基质厚度、高度、不透明性、褶皱频率，以及它们的任何组合。本发明纤维结构可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。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和具有第二不透明值的第二区域，其中第二不透明值不用于第一不透明值。上述区域可以是连续的、基本连续的和/或不连续的。

本文所用术语“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。

本文所用的与纤维相关的术语“缔合”是指两条或多条离散纤维在沿着纤维长度方向的一处或多处彼此非常接近，但小于它们的整体长度，以

使一条纤维影响另一条纤维的功能。用于缔合纤维的方法的非限制性实施例包括（粘合和/或化学和/或静电）连接在一起和/或熔合在一起，以使在缔合下形成纤维单元。

如本文所用术语“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

本发明方法涉及由包含羟基聚合物的非 PVOH 聚合物熔融组合物来制造聚合结构如纤维、薄膜或泡沫，和/或涉及制造由纤维形式的聚合结构构成的纤维结构。

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，将非 PVOH 聚合物熔融组合物进行聚合物加工以形成纤维。然后将所述纤维结合到纤维结构中。

可使用本领域技术人员已知的任何适宜方法来制造聚合物熔融组合物，和/或聚合物加工本发明的聚合物熔融组合物和/或聚合结构。上述方法的非限制性实施例描述于已公布的申请中：EP 1 035 239、EP 1 132 427、EP 1 217 106、EP 1 217 107 和 WO 03/066942。

A. 非 PVOH 聚合物熔融组合物

本文所用术语“非 PVOH 聚合物熔融组合物”是指包含被熔融加工的羟基聚合物的组合物。本文所用的“被熔融加工的羟基聚合物”是指除聚乙烯醇以外的任何聚合物，所述聚合物包含按重量计大于 10% 和/或大于 20% 和/或大于 25% 的羟基，并且在无论是否有外部增塑剂的辅助和/或无论是否有 pH 调节剂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受高温、压力和/或外部增塑剂影响可软化至成为流动状态（所有熔融加工操作/方法），并在此状态下可按需要成型的聚合物。

非 PVOH 聚合物熔融组合物可以是组合物，其包含不同聚合物的共混合物、和/或无机和有机填充剂、和/或纤维、和/或起泡剂，其中所述聚合物至少有一种是如本发明所述的熔融加工的羟基聚合物。在一个实施方案中，所述非 PVOH 聚合物熔融组合物包含两种或多种依照本发明被熔融加工的不同羟基聚合物。本文所用术语“被熔融加工的不同羟基聚合物”包括但不限于，与另一被熔融加工的羟基聚合物相比，包含至少一个不同部

分的被熔融加工的羟基聚合物；和/或属于不同化学类别成员的被熔融加工羟基聚合物（如淀粉与脱乙酰壳多糖）。

非 PV0H 聚合物熔融组合物可能已经形成，或者可能需要熔融加工步骤来将原料羟基聚合物转化成被熔融加工的羟基聚合物，从而形成非 PV0H 聚合物熔融组合物。可使用本领域已知的任何合适的熔融加工步骤来将原料羟基聚合物转化成熔融加工的羟基聚合物。

非 PV0H 聚合物熔融组合物可包含：a) 按所述非 PV0H 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% 的羟基聚合物；b) 交联体系，按所述非 PV0H 聚合物熔融组合物的重量计，所述交联体系包含约 0.1% 至约 10% 的交联剂；和 c) 按所述非 PV0H 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

本文所用术语“聚合物加工”是指经由非 PV0H 聚合物熔融组合物形成聚合结构的任何操作和/或方法，所述聚合结构包含被加工的羟基聚合物。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（铸造或吹制）典型制成薄膜、片和各种外形的挤出品。模制可包括喷射模塑法、吹制模塑法和/或压缩模塑法。纤维纺织可包括纺粘法、熔喷法、连续纤维制造法和/或丝束纤维制造法。

本文所用术语“加工的羟基聚合物”是指任何已经过熔融加工操作和随后的聚合物加工操作的羟基聚合物。

C. 聚合物结构

非 PV0H 聚合物熔融组合物可经受一次或多次聚合物加工操作，使得非 PV0H 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

将非 PV0H 聚合物熔融组合物加工成聚合结构（例如纤维、薄膜、泡沫或共同形成纤维结构的多个纤维）后，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结构区域之前和/或之后进行。优选在压实结构区域之前,进行固化。

在一个实施方案中,在压实结构区域之前,在约 110℃至约 200℃、和/或约 120℃至约 195℃、和/或约 130℃至约 185℃的固化温度下,通过聚合物加工操作,将所形成的结构固化约 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辐射方法如 UV、电子束、IR 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。

被压实之前的结构可包括包含羟基聚合物的基本连续或连续的非缔合纤维。此外,基本连续或连续纤维可包含交联的羟基聚合物。按所述结构的重量计,所述结构甚至还可包含约 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。

在差别压实前,所述结构可为非缔合结构形式,尤其是当所述结构包含一种或多种纤维时。上述未差别压实形式的结构与其木质纤维质纤维结构亲属相比,具有很差的强度性质,尤其是伸展性(拉伸性)。

因此,可经过差别压实操作,将本发明结构差别压实。上述差别压实可在连续方法中在线进行,所述连续方法包括形成结构,然后差别压实所述结构。可供选择地,所述差别压实可在非连续方法中离线进行。

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,差别压实方法包括向需要差别压实的结构赋予塑性的步骤,以使在所述结构中产生具有不同密度的区域。换句话讲,差别压实方法包括向需要差别压实的结构赋予塑性的步骤,以使在所述结构中产生图案。所述图案旨在在所述结构中产生具有不同密度的区域。将需要差别压实的结构置于相对湿度为例如约 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% 的潮湿的环境

中以足够的时间，如至少 1 秒和/或至少 3 秒和/或至少 5 秒，可向所述结构赋予足够的塑性，使得在所述结构中造成差别压实。

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一次以上。例如，依照本发明，结构可被差别压实，然后固化，然后再次差别压实。

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，可在相对于任何差别压实过程的任何时间点，进行结构的固化。可在之前（优选之前立即）、之后（优选之后立即）、之前和之后（优选之前立即和之后立即）进行，或根本不进行。

差别压实过程可进行一次或多次。

还可使用超声焊接，来辅助差别压实所述结构，尤其是与图案辊结合使用时。可通过任何适宜的超声装置，来形成超声焊接。例如，可使用能够赋予所述结构以能量从而在使所述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

将包含约 40% 水的非 PV0H 聚合物熔融组合物从双螺杆挤出机中挤压出来。将交联剂和其它添加剂加入到熔融物中，并通过在线静态搅拌器搅拌。然后将含有添加剂的非 PV0H 聚合物熔融组合物泵送到熔喷型喷丝头中，其中纤维被压制和拉细成细旦纤维。一种合适的羟基聚合物是以商品名 Penfilm 162 购自 Penford Products Inc. 的淀粉。所用的交联剂和添加剂是尿素乙二醛加合物（“UGA”）、硫酸铵和丙烯酸胶乳。按所述羟基聚合物的干基重量百分比计，所有添加剂的含量典型为 10% 或更少。用曳出的热空气干燥被拉细的纤维，并使其沉积在收集带上。典型将收集带安置在距喷丝头末端 55.9 至 63.5cm (22-25”) 处，并且收集带上所形成的结构、纤维结构为非缔合纤维结构。

图 1 用图表图示说明了差别压实操 10 的一个实施方案。所述非缔合纤维结构 12 形成后，将其置于环境可控的潮湿环境中，如潮湿箱 14 中。典型相对湿度范围为 70% 至 78%。当纤维结构 12 被递送通过室 14 时，细旦淀粉纤维被塑化，使差别压实成为可能。从室 14 中出来后，使塑化纤维结构 12' 通过图案辊隙 16，以缔合所述纤维结构区域，从而形成缔合的纤维结构 12”。缔合纤维结构区域 18 符合用于运送带（未示出）或辊筒自身 20 上的图案。所用的一种图案带是正方形编织开孔带，购自 Albany International Inc.，并称为“Filtratech 10”型。辊隙压力根据所用的图案而变化，但典型在 200 – 300pli 范围内。当前纤维结构中所含的纤维是缔合的，并且所述纤维结构显示具有卓越的使用性能。在交联体系和添加剂发生发应的固化阶段后，缔合纤维结构显示具有一次性纤维产品可接受的干湿性质，并且可用作多种一次性用具，尤其是卫生纸或纸巾。下表总结了不同条件下（即，预差别压实、后差别压实和后差别压实固化）依照本发明纤维结构的一个实施方案与典型的商品薄纸（如 Charmin® 1-层片）相比的重要物理属性。

	预压实	后压实	后压实固化	典型的薄纸 (Charmin® 1- 层片)
干 MD+CD 张力 g/cm (g/in)	55.9 (142)	115.4 (293)	173.6 (441)	157.5 (400)
干破坏性拉伸 %	29	16	18	25
干破裂 g	80	92	261	150
干破裂能 g/cm	0.5	0.47	1.5	1.7
基重 g/m ²	36	36	36	36

羟基聚合物

依照本发明的羟基聚合物包括除聚乙烯醇以外的任何含有羟基的聚合物，其可被结合到本发明的聚合结构中，优选为纤维形式。

在一个实施方案中，本发明的羟基聚合物包含按重量计大于 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、阿拉伯聚糖、半乳聚糖、蛋白质和多种其它多糖，以及它们的混合物。

羟基聚合物的重均分子量优选为约 10,000 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。

熟知的天然淀粉改性包括化学改性和/或酶改性。例如，天然淀粉可被酸稀化、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。

本文所用术语“交联促进剂”是指能够活化交联剂从而使该交联剂从其未活化状态转换至其活化状态的任何物质。换言之，当交联剂处于其

未活化状态时,按照本文所述的剪切粘度变化测试方法测定,存在于所述非 PV0H 聚合物熔融组合物中的羟基聚合物不会过早地发生交联(“不可接受的”交联)。

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。

交联促进剂可包括交联剂转化/活化后可存在的物质的衍生物。例如,交联促进剂盐以化学方法转变成其酸式盐,反之亦然。

交联体系可存在于非 PV0H 聚合物熔融组合物中,和/或可在非 PV0H 聚合物熔融组合物的聚合物加工之前,加入到非 PV0H 聚合物熔融组合物中。

适宜交联促进剂的非限制性实施例包括 pKa 为约 0 至约 6、和/或约 1.5 至约 6、和/或约 2 至约 6 的酸,或它们的盐。交联促进剂可以是布朗斯台德酸和/或其盐,优选其铵盐。

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。

适宜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。

适宜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定义部分中所述的那些,并且以下测试方法在样本上进行,所述样本在测试前,在温度为约 $23^{\circ}\text{C}\pm 2.2^{\circ}\text{C}$ ($73^{\circ}\text{F}\pm 4^{\circ}\text{F}$) 和相对湿度为约 $50\%\pm 10\%$ 的调节室中,被调理 24 小时。此外,所有测试均在调节室中进行。在图像拍摄前,应使所测样本和毛毡在约 $23^{\circ}\text{C}\pm 2.2^{\circ}\text{C}$ ($73^{\circ}\text{F}\pm 4^{\circ}\text{F}$) 和 $50\%\pm 10\%$ 相对湿度下放置 24 小时。

A. 棉绒/起球测试方法

i. 样品准备

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

首先通过除去和丢弃处理时可能已被磨损的任何样本部分, 来准备每种纤维产品样本 (如果测试双面, 则准备 6 个样本, 如果测试单面, 则准备 3 个样本)。对于由多层纤维结构形成的纤维产品而言, 可用这种测试在多层纤维产品上进行棉绒测量, 或者如果可分开各层而不损坏试样, 则可在构成纤维产品的单个层上进行测量。如果给定样品的表面互不相同, 则必须测试两个表面, 并平均各值以便得到综合的棉绒值。有时, 纤维产品由外表面相同的多层纤维结构制成, 在这种情况下, 仅需要测试一个表面。

将每个样本折叠在自身上, 制成 11.4cm CD x 10.2cm MD (4.5" CD x 4" MD) 的样本。对于双面的测试, 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”, 哪个样本是第二表面“朝外”。

从 Cordage Inc. (800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217) 得到 76.2cm X 101.6cm (30" X 40") 的 Crescent #300 纸板。用裁纸刀裁出六片尺寸为 6.4cm X 15.2cm (2.5" X 6") 的纸板。通过在 Sutherland 摩擦测试仪的固定销上用力压纸板, 在六片纸板上各打出两个孔。

将每片纸板小心地居中放置在六个 (双面测试) 或三个 (单面测试) 早已折叠好的样本上面。确保纸板的 15.2cm (6") 维度平行于每个样本的纵向 (MD)。

将样本暴露部分的一个边缘折叠到纸板后面。用购自 3M Inc. (1.9cm (3/4") 宽的 Scotch Brand, St. Paul, Minn.) 的胶带将这个边缘固定到纸板上。小心地抓住另一个伸出的薄纸边缘并且将其整齐地折叠到纸板的后面。在保持样本与纸板紧密贴合的同时, 将该样本第二个边缘用胶带粘贴到纸板后面。对于每个样品重复该步骤。

翻转每个样本，并将样本交叉向边缘用胶带粘贴到纸板上，以用于干棉绒/起球测试。胶带的一半应该接触样本，同时将另一半粘贴到纸板上。对于每个样品重复该步骤。如果在样本准备过程期间的任何时候，样本发生断裂、撕破或产生磨损，则将其丢弃，并用样品条带制成一个新的样本。

对于湿棉绒/起球测试，将样本的前交叉向边缘用胶带粘贴到纸板和上面放有样本的桌面上。将样本固定在纸板上，使得样本后边缘距纸板边缘约 0.6cm (1/4")。将样本的前边缘用胶带粘贴到纸板和桌面上，以将纸板的对（后）边缘固定在桌面边缘上。

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. 毛毡的制造

从 Cordage Inc. (800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217) 得到 76.2cm X 101.6cm (30" X 40") 的 Crescent #300 纸板。用裁纸刀裁出六片尺寸为 5.7cm X 18.4cm (2.25" X 7.25") 的纸板。在纸板的白色侧面上画两条平行于短尺寸并距顶部和底部最大边缘 2.9cm (1.125") 的线。使用一个直尺作为导向装置用一个刀片小心划出线的长度。划到约整个片厚的约一半的深度。这种划线使毛毡/纸板组合能够紧密贴合在 Sutherland Rub 试验机的砝码周围。在纸板的这个划线侧面画一个平行于纸板的长尺寸延伸的箭头。

裁出六片黑毡 (F-55 或等价物，购自 Bristol, Conn. 的 550 Broad Street 的 New England Gasket, 06010)，尺寸为 5.7cm x 21.6cm x 0.159cm (2.25" x 8.5" x 0.0625")。将毡放置在纸板的未划线的绿色侧面顶部上，使得毡和纸板两者的长边缘平行并成一直线。还允许黑毡有约 1.3cm (0.5") 伸出到纸板的顶部和底部最大边缘之外。用 Scotch 牌胶带紧贴地将外伸的两个毛毡边缘折叠在纸板背面，可供选择地，当将毛毡/纸板组合粘贴到下述砝码上时，可使毛毡紧紧贴合纸板。制造总计六个毛毡/纸板组合物。

对于湿棉绒/起球测试，所述毛毡/纸板组合包括 22.9cm (9") 的 Scotch 牌胶带条 (1.9cm (0.75") 宽)，沿着毛毡的每个边缘（平行于

毛毡的长边), 所述胶带条放置在将与样本接触的毛毡面上。位于两条胶带条之间的未粘贴毛毡具有的宽度为 18 至 21mm。在一条胶带条距毛毡后边缘 0、4 和 8 厘米处的位置上, 放置三个标记。

所有样本必须使用同一批毛毡制作。

iii. 毛毡/纸板/砝码组件

使毛毡/纸板组合与砝码相结合。砝码可包括夹紧装置, 以将毛毡/纸板组合连接在砝码上。砝码和所有夹紧装置总重 2.6kg (五(5)磅)。砝码可购自 Danilee Company, San Antonio, TX。砝码具有的有效接触区域为 $25.81\text{cm}^2 (4\text{in}^2)$, 并且可提供的接触压力为约 8.62kPa (1.25psi)。

iv. 进行干起球/起球测试

用 Sutherland 摩擦测试仪 (购自 Danilee Company, San Antonio, TX), 测定由依照本发明的纤维产品所产生的干棉绒和/或干起球量。该测试仪使用马达将毛毡/纸板/砝码组件在纤维产品上摩擦 5 次 (来回), 同时所述纤维产品被限制在固定位置上。在摩擦测试前后, 测定毛毡的灰度值。然后, 使用这两个灰度值之差, 来计算干棉绒值和/或干起球值。

在使用之前首先必须校准 Sutherland 摩擦测试仪。首先, 按“复位”按钮, 开启 Sutherland 摩擦测试仪。在较低的两速下, 使测试仪运行 5 个行程。一个行程是砝码的一次和完全的前进和倒退运动。在每次试验的开始和结束时, 摩擦块的末端应该处在与操作者最近的位置。

如上所述, 在纸板样品上准备标准样本。此外, 如上所述, 在纸板样品上准备标准毛毡。这两种标准制品将被用于仪器的校准, 并且将不被用于采集实际样品的数据。

通过使纸板上的孔滑进固定销上, 将标准样本/纸板组合放置在测试仪底板上。固定销防止样品在测试期间移动。将标准毛毡/纸板样品夹紧到上述砝码组件上, 同时使纸板面接触砝码垫。确保标准毛毡/纸板组合物平靠着砝码。将此砝码悬挂在 Sutherland 摩擦测试仪的测试臂上, 轻轻地将其放置在标准样本/纸板组合的上方。标准毛毡必须水平位于标准样本上, 并且必须 100% 的与标准样本表面接触。按“开启”按钮, 启动 Sutherland 摩擦测试仪。

记录行程的数目，并观察和留意压着标准毛毡的砝码相对于标准样品的始端和终端位置。如果行程总数是五，并且如果压着标准毛毡的砝码的终端位置与测试开始时相同，则测试仪被校准好并可投入使用。如果行程总数不是五，或如果压着标准毛毡的砝码的始端和终端位置不同，则该仪器需要维修和/或重新校准。在样本的实际测试期间，监控和观察行程数和压着标准毛毡的砝码的始端和终端。

v. 进行湿棉绒/起球测试

通过在一次经过的时候，在样本上拖拉湿毛毡/纸板/砝码组件，来测定湿棉绒/起球。

为润湿毛毡，吸取 0.6mL 去离子水于毛毡上，尽可能地使水在 4 至 8cm 标记之间分布均匀，所述标记示于粘贴毛毡的胶带上。等待 10 秒，然后将毛毡/纸板/砝码组件放置在样本中央。1 秒后，顺着前沿，水平拖拉毛毡/纸板/砝码组件，直至毛毡/纸板/砝码组件完全离开桌面。以一定的方式拖拉砝码，以避免在毛毡/纸板/砝码组件上，施加除水平拉力以外的任何其它力。拖拉毛毡/纸板/砝码组件的过程花费约 0.5 至 1.5 秒。拖拉过程应以基本连续或连续运动的方式进行。

小心地从毛毡/纸板/砝码组件中移去毛毡/纸板组合，并使其在图像拍摄前变干。然后如下所述，完成图象分析操作，并对毛毡和/或样本进行计算。

vi. 图像拍摄

使用配有 Nikon Nikkor 24-85mm f2.8-f4 D 1F AF 镜头（设置为 85mm 最大放大率）的 Nikon 数字照相机（DIX）和安装在适宜计算机上的 Nikon Capture 软件，拍摄毛毡（未测）、样本（未测）和毛毡（已测）的图像。如图 2 中用图表图示说明的，照相机 22 连有 Kodak 摄象机支架/照明设备（未示出），所述照明设备具有四个白炽灯 24（Polaroid MP-4 Land Camera，型号 44-22，每个 120 伏 150 瓦），所述白炽灯对准位于已安装好的照相机镜头下方 31cm（12.2 英寸）处的毛毡 26。每个白炽灯 24 间距 27.94cm（11 英寸）。每对白炽灯 24 间距 88.9cm（35 英寸）。白炽灯 24 被放置在距毛毡 26 上方 56.83cm（22 3/8 英寸）处。通过适于的缆线，将照相机与计算机相连。照相机

应开启为 PC 模式。将按钮旋至照相机镜头大倍率处，并将开关移至镜头基座橙色标记处。将放大率调至其最大水平 85mm 处。关闭自动对焦功能。Nikon Capture 软件需要按操作程序来拍摄图像。Nikon Capture 软件的设置如下：曝光 1 – 手动曝光模式，快门速度 1/30 秒，f/6.3 孔和 0EV 曝光补偿；曝光 2 – 中央重点测量模式，ISO 125 感光度和白炽白平衡；储存设置 – 原始（12 比特）数据格式，无压缩，彩图型和大（3008 x 1960）图像尺寸；机械操作 – 单次拍摄模式，单场景 AF 场景模式，手动对焦模式。将标准毛毡/纸板组合放置在照相机下方，使毛毡位于照相机镜头下方中央。手动使照相机对毛毡聚焦。拍摄图像。曝光差需要在 +2.5 至 +2.75 的范围内。将图像保存为 TIFF 文件（RGB）8 比特。在图象分析软件（Optimas 6.5）中，将此图像用于进行棉绒和起球计算。需要以相同的方式，拍摄样本/纸板组合（未测）和毛毡/纸板组合（已测）的其它图像。同样，拍摄已知长度的标准物（如直尺）的图像（曝光差不影响此图像）。

vii. 图象分析

使用市售自 Media Cybernetics (L.P.) 的 Optimas 6.5 图象分析软件，分析所拍摄的图像。必须严格按照如本文所列的成像设置参数，以获得有意义的可对照的棉绒数值和起球数值结果。

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，所测毛毡图像具有的兴趣区（ROI 面积）为约 4510mm²（82mm 乘 55mm）。测定并记录精确的 ROI 面积（变量名：ROI 面积）。

对于湿棉绒/起球测试，测试过的毛毡图像具有 2 个兴趣区（ROI 面积）：

1) “润湿”区（介于胶带 4 至 8cm 标记之间）和 2) “牵引”区（介于胶带 0 至 4cm 标记之间）。每个 ROI 面积为约 608mm²（38mm x 16mm）。测定并记录精确的 ROI 面积（变量名：ROI 面积）。

打开未测试的黑毛毡图像，然后测定平均灰度值（未测试毛毡使用同测试过的毛毡一样的 ROI），并且记录（变量名：未测试毛毡的灰度平均

值)。

所测样本亮度为饱和白色(灰度值 = 255)，并且对于感兴趣的样本而言是常数。如果确信不同，以与测试未测毛毡相类似的方式，测定所测样本，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毡的灰度平均值与未测试样本的灰度平均值的数值平均数。

打开所测毛毡图像，产生 ROI 并且适当放置，使得 ROI 围绕待分析的所测毛毡图像区域。记录 ROI 的平均亮度(变量名：ROI 灰度平均值)。

起球测定如下：Optimas 在图像中产生边界线，其中像素亮度值跨越阈值(如，如果灰度值的阈值为 155，则在具有较高和较低像素值的任一侧，产生边界线)。确定起球的标准是，其具有的平均亮度必须大于阈值，并且对于干起球而言，具有的周边长度必须大于 2mm，对湿起球而言，具有的周边长度必须大于 0.5mm。将 ROI 中出现起球的面积加和(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, mm²) = $\Sigma(\text{起球面积})^2 / \text{总起球面积}$

棉绒值 = 未起球毛毡的灰度平均值 - 未测试毛毡的灰度平均值

式中：未起球毛毡的灰度平均值 = $[(\text{ROI 灰度平均值} * \text{ROI 面积}) - (\text{起球毛毡的灰度平均值} * \text{起球面积})] / \text{总未起球面积}$

全部区域棉绒和起球值 = ROI 灰度平均值 - 未测试毛毡的灰度平均值

通过取第一侧表面和第二侧表面上的棉绒值的平均值，获得了可适用于特定纤维网或制品的棉绒值。换句话说讲，使用下式计算棉绒值：

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

2

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

2

湿棉绒值 = $[(\text{润湿区域棉绒值} + \text{拉扯区域棉绒值}) \text{第一侧面} +$

(润湿区域棉绒值 + 拉扯区域棉绒值) 第二侧面]

2

湿起球面积 % = [(润湿区域起球面积 % + 拉扯区域起球面积 %) 第一侧面 +
(润湿区域起球面积 % + 拉扯区域起球面积 %) 第二侧面]

2

B. 聚合物熔融组合物剪切粘度测量测试方法

使用由 Goettfert USA, Rock Hill SC, USA 生产的毛细管流变仪 Goettfert Rheograph 6000, 测定本发明聚合物熔融组合物的剪切粘度。使用直径 D 为 1.0mm, 长度 L 为 30mm (即 $L/D = 30$) 的毛细管模来进行测量。冲模连接到流变仪的 20mm 圆筒的下端, 所述圆筒保持在 75℃ 的冲模测试温度。将已预热至模测试温度的 60g 聚合物熔融组合物样品加入流变仪的圆筒部分。去除样品中所有夹带的空气。以一组选定的速率 1,000 至 10,000 sec^{-1} 将样品从圆筒推过毛细管模。流变仪的软件可利用样品从圆筒到毛细管模时的压力降和样品经过毛细管模的流速来计算表观剪切粘度。可用 $\log(\text{表观剪切粘度})$ 对 $\log(\text{剪切速率})$ 作图, 该图可用如公式 $\eta = K\dot{\gamma}^{n-1}$ 的幂律关系拟合, 其中 K 是材料的粘度常数, n 是材料的稀化指数, 而 $\dot{\gamma}$ 是剪切速率。记录的本文组合物的表观剪切粘度是使用幂律关系内推至剪切速率为 3,000 sec^{-1} 时计算所得的。

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 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 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 8Pascal·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 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 8Pascal·秒的范围内, 那么在将其它两个样品在对流炉中于 80℃ 分别储存 70 和 130 分

钟后, 用同样的测试方法进行测定。70 和 130 分钟样品在 3000 sec^{-1} 下的剪切粘度除以初始剪切粘度得到 70 和 130 分钟样品的规一化剪切粘度变化。如果规一化剪切粘度变化在 70 分钟后为 1.3 倍或更高、和/或在 130 分钟后为 2 倍或更高, 那么该聚合物熔融组合物中的交联体系是不合格的, 因此不在本发明的范围内。然而, 如果规一化的剪切粘度变化在 70 分钟后小于 1.3 倍和/或(优选和)在 130 分钟后小于 2 倍, 那么该交联体系是满意的, 因此对于包含该交联体系的聚合物熔融组合物而言, 它在本发明的范畴内。优选地, 当按初始总湿张力测试方法测定时, 对于由包含该交联体系的聚合物熔融组合物所得到的聚合物结构而言, 该交联体系是满意的。

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), 并在十字头速度为约 10.16cm (4.0英寸) 每分钟且标距为约 2.54cm (1.0英寸) 的条件下操作, 使用 2.54cm (1英寸) 宽、长度大于 7.62cm (3英寸) 长的聚合物结构条带。带的两端置于机器的上夹具中, 然后将带的中心置于不锈钢钉 (直径 0.5cm) 周围。证实该条带均匀地弯曲在钢钉周围后, 在启动十字头运动之前将该条带浸泡在约 20°C 的蒸馏水中, 浸泡时间为 5 秒。测试的最初结果是以一系列以载荷 (克力) 对十字头位移 (离开起始点的厘米数) 形式的数据库。

样品在两个方向上进行测试, 这里称为 MD (纵向, 即, 与连续缠绕轴和形成织物相同的方向) 和 CD (横向, 即, 与 MD 成 90°)。使用上述设备测量 MD 和 CD 湿拉伸强度, 并按以下方法计算:

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

然后初始总湿张力值用所测试条带的定量进行规一化。所用的规一化定量为 36 g/m^2 , 然后如下计算:

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

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 $3\text{g}/2.54\text{cm}$ (3g/in) 和/或至少 $4\text{g}/2.54\text{cm}$ (4g/in) 和/或至少 $5\text{g}/2.54\text{cm}$ (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。

纤维直径测试方法

包含适当定量(大约 5 至 20 克/平方米)纤维的聚合物结构被切割成大约 $20\text{mm} \times 35\text{mm}$ 的矩形。然后该样品用 SEM 溅射镀膜机(EMS Inc, PA, USA)镀金以使纤维相对不透明。典型的镀层厚度为 50 和 250nm 之间。然后将样品固定在两个标准显微镜载玻片之间,并用小装订夹压在一起。使用 Olympus BHS 显微镜的 10X 物镜得到样品的图像,显微镜光准直透镜尽可能远离物镜。图像用 Nikon D1 数字照相机捕集。使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 $1\mu\text{m}/\text{像素}$ 。典型地,图像将在对应于纤维和背景的信号强度直方图上显示出截然不同的双峰分布。使用相机调节或不同的定量来获得可接受的双峰分布。典型地,每个样品拍摄 10 个图像,然后对图像分析结果进行平均。

图像用类似于 B. Pourdeyhi, R. 和 R. Dent 在“Measuring fiber diameter distribution in nonwovens” (Textile Res. J. 69(4) 233-236, 1999)中所述的方法进行分析。数字图像用计算机使用 MATLAB (版本 6.3) 和 MATLAB 图像处理工具箱(版本 3)来进行分析。图像首先转化成灰度。然后使用使阈值化后的黑色和白色像素的组合方差最小的阈值将图像二值化为黑色和白色像素。只要图像被二值化后,图像就被骨架化以确定图像中每个纤维中心的位置。该二值化图像的距离转换也被计算出。骨架化后图像和距离图的标量积提供了其像素强度为零或纤维范围位于该位置的图像。如果在一个两重叠纤维的交叉点范围内的像素所表示的距离小于交叉点半径,则此像素不计数。然后使用剩余的像素来计算包含在图像中的纤维直径长度加权直方图。

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做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。

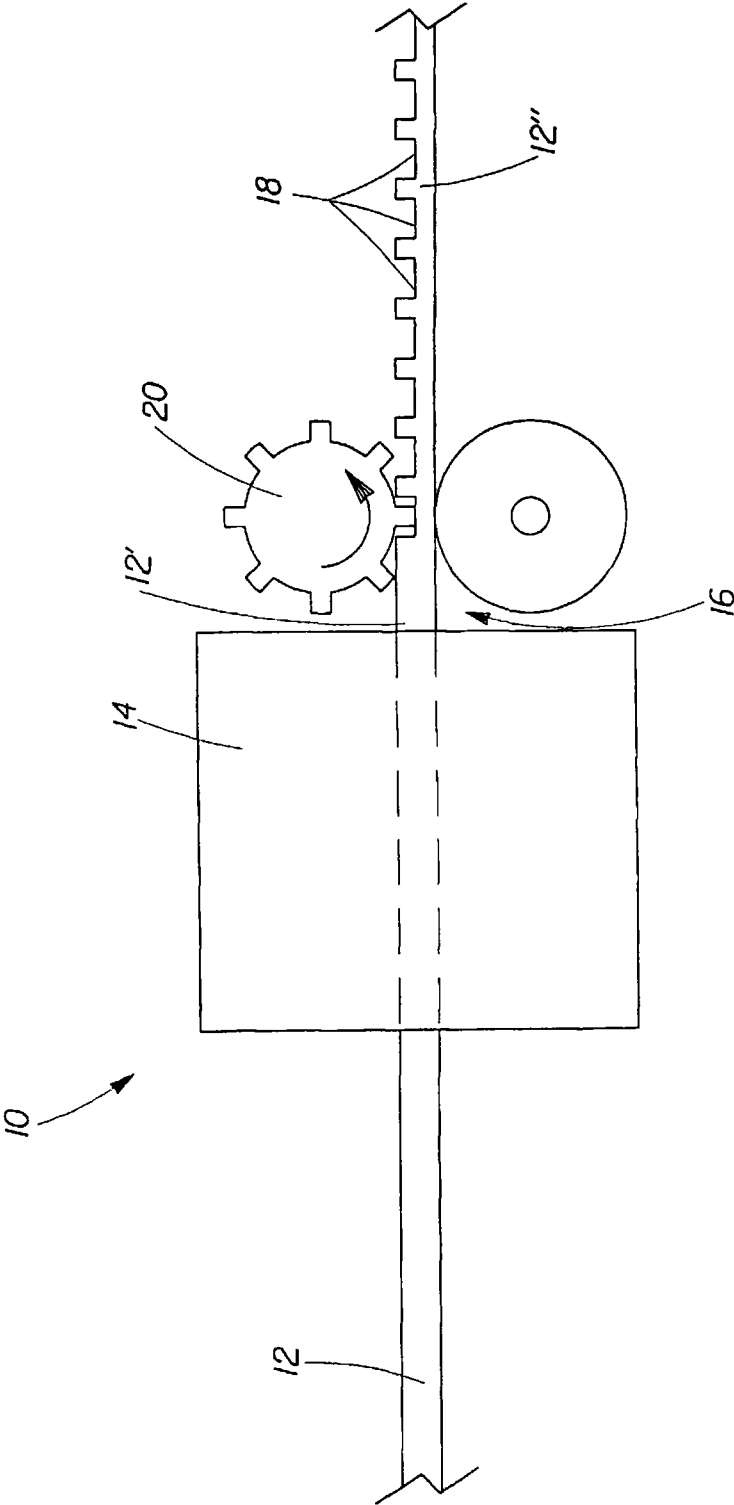


图1

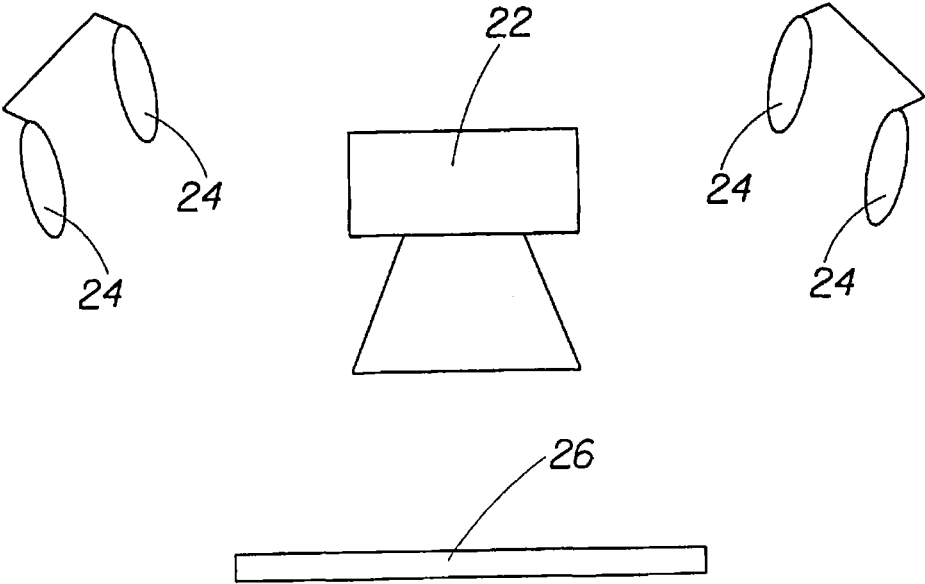


图2