(19)

SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 910032 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 910032

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
D01F 6/20

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **03.01.1991**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **03.01.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **05.07.1991**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

04.01.1990 US 460701

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Dow Global Technologies Inc.,** Washington Street, 1790 Building, Midland, MI 48674, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Jezic, Zdravko,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Syndiotaktisista vinyyliaromaattisista polymeereistä koostuvia mikrokuituja, mikrokuitumattoja ja sulapuhallusmenetelmä niiden valmistamiseksi

Mikrofibrer bestående av syndiotaktiska vinylaromatiska polymerer, mikrofibermattor och smältblåsningsprocess för framställning av dessa

Syndiotaktisista vinyyliaromaattisista polymeereistä koostuvia mikrokuituja, mikrokuitumattoja ja sulapuhallusmenetelmä niiden valmistamiseksi

Tämä keksintö koskee syndiotaktisista vinyyliaromaattisista polymeereistä koostuvia mikrokuituja ja kutomattomia mikrokuitumattoja, jotka ovat käyttökelpoisia suodatus- ja eristysalalla. Tämä keksintö koskee myös sulapuhallusmenetelmää mikrokuitujen ja kutomattomien mattojen valmistamiseksi.

Patenteissa ja kirjallisuudessa on aiemmin kuvattu erilaisia sulapuhallusmenetelmiä kutomattomien mikrokuitumattojen tai - kankaiden valmistamiseksi.

US-patenttijulkaisussa 2 411 660 kuvataan sulapuhallusmenetelmää hiomiseen, hankaamiseen, suodatukseen jne. tarkoitettujen kutomattomien kankaiden valmistamiseksi. US-patenttijulkaisussa 3 849 241 esitetään menetelmä sulapuhalletun kutomattoman maton valmistamiseksi, jossa kuituja muodostava termoplastinen polymeeri, jolla on määrätty alkurajaviskositeettiluku, hajotetaan vapaita radikaaleja muodostavan yhdisteen läsnä ollessa. Muutamia sulapuhallusmenetelmiä kutomattoman termoplastikankaan tai sellaista sisältävän komposiitin valmistamiseksi esitetään US-patenttijulkaisuissa 4 041 203, 4 196 245 ja 4 302 495. R. L. Shambaugh on käsitellyt muutamia sulapuhallusmenetelmän tekijöitä käyttämällä dimensioanalyysia julkaisussa A Macroscopic View of the Melt-Blowing Process for Producing Microfibers, Ind. Eng. Chem. res. 27 (1988, nro 12) 2 363 - 72.

Viime aikoina on toisaalta kehitetty vinyyliaromaattisten monomeerien syndiotaktisia polymeerejä. US-patenttijulkaisussa 4 680 353 esitetään syndiotaktisen polystyreenin poylmerointia käyttämällä tiettyjä titaanipohjaisia Kaminsky-Sinn-katalysaattoreita. EP-julkaisuissa 271 874, 271 875 ja 272 584 kuvataan tarkemmin soveltuvia

Kaminsky-Sinn-katalysaattoreita. US-patenttihakemuksessa 223 474, joka on jätetty 22. heinäkuuta 1988, ja EP-julkaisussa 291 915 kuvataan menetelmää syndiotaktisesta polystyreenistä koostuvien kuitujen valmistamiseksi käyttämällä sulakehräysmenetelmää, joka eroaa selvästi sulapuhallusmenetelmästä.

Edellä mainitut patentit, jotka koskevat sulapuhallusmenetelmää, osoittavat, että monia erilaisia muovimateriaaleja voidaan käyttää kutomattomien mikrokuitumattojen valmistukseen. US-patenttijulkaisussa 2 411 660 sanotaan, että voidaan käyttää monia erilaisia muoveja, kuten vinylideenikloridia, polystyreeniä, polyfenyleenisulfidia, polyvinyylialkoholia, polyvinyyliasetaattia, metyylimetakrylaattia, polymeeristä amidia, vinyylikloridin ja vinyyliasetaatin kopolymeeriä, lateksikoostumuksia, selluloosa- ja maaöljyjohdannaisia, proteiinipohjaisia materiaaleja ja lasia. US-patenttijulkaisussa 4 041 203 kuvataan, että monien käyttökelpoisten termoplastisten polymeerien joukosta polyolefiineille, kuten polypropeenille ja polyeteenille, polyamideille, polyestereille, kuten polyeteenitereftalaatille, ja termoplastisille elastomeereille, kuten polyuretaaneille, odotetaan löytyvän laajimmin käyttöä tässä kuvattavien materiaalien (kutomattomien termoplastisista mikrokuiduista valmistettujen mattojen) valmistuksessa. On kuitenkin havaittu, että tiettyjä polymeerejä, erityisesti tiettyjä kiteisiä polymeerejä, on vaikea sulapuhaltaa. On esimerkiksi havaittu, ettei kiteinen polyamidi sovellu sulapuhallukseen sopivan sulaviskositeetin ja sulaelastisuusominaisuuksien puuttumisen vuoksi. Jos sulapuhallusmenetelmä toteutetaan korkeassa lämpötilassa, jossa kiteistä polyamidia voidaan työstää, tapahtuu helposti sulan polymeerin hajoaminen lämmön vaikutuksesta. Lisäksi ei pystytä saavuttamaan sopivia suulakepuristusnopeus- ja ilman virtausnopeusolosuhteita, jotta vältettäisiin kaksi

ongelmaa, kuidun oheneminen ja katkeaminen ja hahtuvien, ts. pallomaisten polymeeriagglomeraattien, muodostuminen.

Suodattimia, jotka sisältävät polytetrafluorieteeni-, polyesteri-, polyimidi- tai lasikuituja, käytetään nykyisin syövyttävien aineiden, kuten happojen, emästen, kloorikennon poisteen, poistokaasun, jne., suodattamisessa korkeassa lämpötilassa. Lähes kaikki olemassa olevat materiaalit ovat kuitenkin osoittautuneet epätyydyttäviksi äärimmäisen vaativissa korkealämpötilasuodatussovellutuksissa. Erityisesti polyesterikuituja sisältäviltä suodatusvälineiltä puuttuu riittävä hydrolyysin- ja kemikaalienkestävyys todellisissa toimintaolosuhteissa, ja emäkset vahingoittavat helposti lasikuituja.

Olisi toivottavaa saada aikaan mikrokuitu ja siitä valmistettu kutomaton matto (mukaan luettuina kangas-, kudos- tms. rakenteet), joka sisältäisi vinyyliaromaattista polymeeriä, jolla on korkea syndiotaktisuusaste ja kiteinen rakenne, ja jolla olisi hyvä hydrolyysinkestävyys, kemiallinen kestävyys ja kyky kestää korkeita lämpötiloja.

Olisi myös toivottavaa saada aikaan sulapuhallusmenetelmä kuidun, edullisesti mikrokuidun, tai siitä valmistetun kutomattoman maton, valmistamiseksi, joka kuitu tai matto sisältää vinyyliaromaattista polymeeriä, jolla on korkea syndiotaktisuusaste ja kiteinen rakenne.

Kuvio 1 on kokonaiskaaviokuva tämän keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaisesta sulapuhallusmenetelmästä.

Kuvio 2 on poikkileikkauskuva sulapuhallusvälineen suuttimesta (kehruulaitteistosta), jota voidaan käyttää tämän keksinnön mukaisen sulapuhallusmenetelmän eräässä suoritusmuodossa.

Tämän keksinnön mukaisesti tarjotaan käyttöön sulapuhallusmenetelmä kuidun, edullisesti mikrokuidun, valmistamiseksi syndiotaktisesta aromaattisesta polymeeristä, jossa menetelmässä syötetään sulassa muodossa olevaa syn-

diotaktista vinyyliaromaattista polymeeriä vähintään yhdestä suuttimen aukosta kaasuvirtaan, joka syötetään alueelle, joka on lähellä aukkoa, joka kaventaa sulan polymeerin kuiduiksi.

Tämän keksinnön eräs toinen puoli koskee syndiotaktisuusasteeltaan korkeasta vinyyliaromaattisesta polymeeristä koostuvaa mikrokuitua, jonka keskimääräinen läpimitta on 0,1 - 400 um, edullisesti 0,5 - 50 um.

Tämän keksinnön eräs lisäpuoli koskee kutomatonta mattoa, joka sisältää sattumanvaraisesti tai orientoidusti sijoittuneina useita edellä mainittuja mikrokuituja. Orientoituminen on helppo saada aikaan säätelemällä suuttimesta tulevien kuitujen asettumista tunnetuin menetelmin.

Tämän keksinnön mukaiset mikrokuidut ja kutomaton matto ovat erityisen käyttökelpoisia suodatettaessa korkeassa lämpötilassa syövyttäviä aineita, kuten poistokaasuja ja hydrauliikkaöljyjä, ja yhdistettäessä juoksevia aineita kuumissa ja syövyttävissä ympäristöissä, erityisesti happojen ja emästen läsnä ollessa.

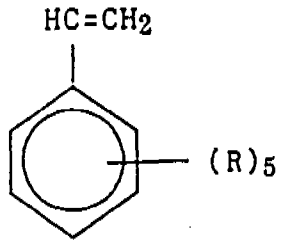
Tässä käytettynä termi "mikrokuitu" tarkoittaa kuituja, joiden läpimitta on pienempi kuin vastaavasta polymeeristä valmistettuja sulakehrättyjen kuitujen. Tämän keksinnön mukaisten mikrokuitujen keskimääräinen läpimitta on edullisesti 0,1 - 400 µm, edullisemmin 0,5 - 50 µm ja edullisimmin 1 - 10 µm.

Tässä käytettynä termi "syndiotaktinen" tarkoittaa polymeerejä, joiden säännöllisen avaruusrakenteen syndiotaktisuusaste on yli 50 %, edullisesti yli 70 % ja edullisimmin yli 80 % määritettynä identifioimalla raseemiset triadit ^{13}C-NMR-spektroskopialla.

Tämän keksinnön yhteydessä voidaan käyttää mitä tahansa tunnettua sulapuhallusmenetelmää. Sulapuhallusmenetelmiä, joita voidaan käyttää tämän keksinnön yhteydessä, kuvataan hyvin esimerkiksi US-patenttijulkaisuissa 3 849 241; 4 041 203; 4 196 245 ja 4 302 495. Tyypillises-

sä sulapuhallusmenetelmässä suulakepuristetaan jatkuvasti sulassa muodossa olevaa lähtöainepolymeeriä suukappaleen aukkojen läpi erillisten filamenttien muodostamiseksi. Filamentit vedetään aerodynaamisesti käyttämällä kaasuvirtaa, joka syötetään suukappaleen aukkojen lähellä olevalle alueelle ja joka ohentaa sulan polymeerin kuiduiksi, edullisesti mikrokuiduiksi. Jatkuvat filamentit kerrostetaan suurin piirtein sattumanvaraisesti kantajahihnalle tms., jolloin muodostuu kuituja tai suurin piirtein jatkuvista ja sattumanvaraisesti järjestyneistä kuiduista koostuva matto.

Soveltuvia syndiotaktisia vinyyliaromaattisia polymeerejä, joita voidaan käyttää tämän keksinnön yhteydessä, ovat polymeerit, joita valmistetaan monomeereista, joita edustaa kaava,



jossa kukin ryhmistä R on riippumattomasti vetyatomi, alifaattinen, sykloalifaattinen tai aromaattinen hiilivetyryhmä, jossa on 1 - 10, edullisemmin 1 - 6 ja edullisimmin 1 - 4 hiiliatomia, tai halogeeniatomi.

Esimerkkejä edullisista polymeereistä ovat polystyreeni, poly(halogeenistyreenit), kuten polyklooristyreeni, poly(alkyylistyreenit), kuten poly(n-butyylistyreeni) ja poly(p-vinyylitolueeni), jne. joilla on edellä mainittu syndiotaktinen rakenne. Syndiotaktinen polystyreeni on erityisen hyvin soveltuva.

Tämän keksinnön yhteydessä käyttökelpoisten hyvin toivottavien syndiotaktisten vinyyliaromaattisten polymeerien viskositeetti on edullisesti 50 - 1500 P (5 - 150

Pa·s), edullisemmin 100 - 1000 P (10 - 100 Pa·s) ja edullisimmin 200 - 500 P (20 - 50 Pa·s) (mitattuna käsittelylämpötilassa). Polymeerin moolimassa on edullisesti 50 000 - 750 000, edullisemmin 80 000 - 500 000 ja edullisimmin 100 000 - 30 000 (määritettynä korkeassa lämpötilassa kokoeksluusiokromatografialla). Yhtenäisempien sulapuhallettujen tuotteiden aikaansaamiseksi voidaan valita polymeeri, jonka moolimassajakautuma (Mw/Mn) on kapea. Polymeerin moolimassajakautuma on edullisesti alueella 1,8 - 8,0, edullisemmin 2,0 - 5,0 ja edullisimmin 2,2 - 3,0.

Kuviossa valaistaan erästä edullista tapaa mikrokuitujen tai kutomattoman mikrokuitumaton valmistamiseksi. Kuviossa 1 syndiotaktinen vinyyliaromaattinen polymeerihartsi (kuten syndiotaktinen polystyreeni) syötetään jauheen tai pellettien muodossa suöttösuppiloon 1, joka on kytketty suulakepuristimeen 2. Syndiotaktinen polystyreeni sulatetaan suulakepuristimessa 2 ja syötetään kehruulaitteistoon 3 sulan polymeerin syöttölinjaa 4 pitkin pumpulla 5. Termi "kehruulaitteisto" tarkoittaa kokoonpanoa, joka käsittää suukappaleen, jossa on vähintään yksi aukko sulaa polymeeriä varten ja vähintään yksi kaasurako sulan polymeerin sulapuhaltamiseksi ja kuumennusväline suukappaleen pitämiseksi ennalta määrätyssä tasaisessa lämpötilassa. Suulakepuristimessa 2, kehruulaitteistossa 3 ja sulan polymeerin syöttölinjassa 4 voi olla kuumennusvälineet polymeerin sulattamiseksi tai sen pitämiseksi sulassa tilassa. Kuumennusvälinettä säädetään edullisesti sähköisesti tai lämmönsiirtonestejärjestelmän avulla.

Kuuma kaasuvirta, kuten kuumaa ilmaa, typpeä jne., syötetään kehruulaitteistoon 3 kaasuviran syöttölinjan 6 kautta. Kehruulaitteistossa 3 sula polymeeri pakotetaan ulos kehruulaitteiston 3 suuttimen aukosta samaan suuntaan virtaavaan kaasuvirtaan, joka ohentaa hartsin kuiduiksi 7. Kuidut 7 kerätään keräyslaitteelle 8 kutomattoman maton

muotoon. Keräyslaite voi olla huokoisesta materiaalista tai seulamateriaalista valmistetun rummun tai hihnan muodossa, jolle mikrokuidut 7 tai kutomaton matto voidaan kerätä. Kutomatonta mattoa voidaan valmistaa jatkuvasti tai epäjatkuvasti ja voidaan tehdä lisätoimenpiteitä, kuten tiivistys, venytys, kalanterointi, kohokuviointi, kiertäminen, kääriminen jne., tuloksena olevan maton muuttamiseksi tai keräämiseksi. Toteutettaessa tätä keksintöä käytännössä voidaan käyttää useita kehruulaitteistoja 3. Tarvittaessa, ts. suuttimen tukkeutuessa, ylimääräinen sula polymeeri voitaisiin poistaa sulan polymeerin syöttölinjalta 4 ylivuotosäiliöön (ei kuvassa).

Mikrokuitujen muodostumismekanismi käy selvemmin ilmi kuvasta 2, joka on suurennettu poikkileikkauskuva osasta kehruulaitteiston 3 suutinta. Kuviossa 2 sula polymeeri pakotetaan ulos suuttimen pyöreästä aukosta (suuaukosta) 9, jonka sisäläpimitta on A ja ulkoläpimitta B, kaasuvirtaan 10, joka johdetaan rengasmaisen kaasuraon 11 kautta, jonka läpimitta on C. Kehruulaitteisto 3 on tavallisesti varustettu useilla aukoilla 9. Kuten kuvasta 2 käy ilmi, sulassa muodossa oleva syndiotaktinen polymeeri syötetään aukosta 9 kaasuvirtaan 10, joka syötetään aukon 9 lähialueelle ja ohentaa polymeerin mikrokuiduiksi 7.

Tämän keksinnön mukaisella sulapuhallusmenetelmällä valmistettujen mikrokuitujen tai kutomattomien mattojen ominaisuudet vaihtelevat käytettyjen prosessiolosuhteiden mukaan. Mainittuhin olosuhteisiin kuuluvat esimerkiksi kaasun virtausnopeus; kaasuvirrassa kätettävä kaasu; syötettävän polymeerin ominaisuudet; hartsin (polymeerin) virtausnopeus; keräyslaitteen ja kehruulaitteiston suuaukon välinen etäisyys; suuaukon läpimitta ja muoto; kaasuraon koko ja polymeerin, kehruulaitteiston ja kaasuvirran lämpötila. Näistä tekijöistä polymeerin ja syötetyn kaasun lämpötila, kaasun virtausnopeus, harsin virtausnopeus ja

keräyslaitteen ja suuttimen suuaukon välinen etäisyys vaikuttavat suuresti lopputuotteiden ominaisuuksiin.

Käsittelylämpötila, sulassa tilassa olevan työstettävän polymeerin lämpötila, on polymeerin sulamispisteen, ts. syndiotaktisen polystyreenin ollessa kyseessä lämpötilan 270 °C, yläpuolella, niin että polymeerin viskositeetti on edellä mainitulla alueella. Käsittelylämpötilaa voidaan säädellä kehruulaitteistoon sijoitetulla kuumennusvälineellä. Lämpötila-alue on edullisesti yli 270 - 400 °C, edullisemmin 285 - 315 °C ja edullisimmin 295 - 305 °C.

Tämän keksinnön mukaisen sulapuhallusmenetelmän yhteydessä sulassa muodossa oleva syndiotaktinen polymeeri voidaan helposti ohentaa kuiduiksi, joiden läpimitta on 0,1 - 400 µm. On myös mahdollista valmistaa kuituja, joiden läpimitta on yli 400 µm. Kun kaasun virtausnopeus kasvaa polymeerin virtausnopeuden ollessa valitussa arvossa, tuloksena olevien kuitujen keskimääräinen läpimitta pienenee, mutta kuitujen katkeamistiheys kasvaa myös, mikä johtaa lyhyiden mikrokuitujen muodostumiseen, jotka eivät sovellu yhtä hyvin mattojen valmistukseen, joilla on hyvä fysikaalinen lujuus, ja karkean tuotteen muodostumiseen, jossa on polymeerinyppyjä tai -hahtuvia, joiden läpimitta on vähintään muutaman kerran kuitujen keskimääräinen läpimitta. Pienemmät kaasun virtausnopeudet johtavat kuituihin, joiden läpimitta on suurempi. Kaasunvirtausnopeus (mitattuna suuttimen kohdalla) on edullisesti 200 - 700 m/s, edullisemmin 400 - 600 m/s ja edullisimmin 440 - 560 m/s. Kaasun virtausnopeuden ollessa 400 - 600 m/s kuidut ovat suurin piirtein jatkuvia ja katkeamisten määrä hyvin pieni. Tällä kaasun virtausnopeusalueella valmistettujen kuitujen läpimitta on alle 10 µm, edullisesti alle 5 µm.

Tämän keksinön yhteydessä käytettäviksi sopiviin kaasuihin kuuluvat ilma, typpi, helium, argon ja niiden seokset, joista ilma ja typpi ovat edullisimpia. Kaasuvir-

ran edullinen lämpötila on 440 - 490 °C, edullisimmin 455 - 475 °C.

Tämän keksinnön yhteydessä voidaan käyttää teollisuudessa käyttökelpoisia hartsinvirtausnopeuksia (läpisyöttönopeuksia). Kaasun sopiva virtausnopeus kussakin suuttimessa on 0,1 - 10, edullisemmin 0,5 - 5 ja edullisimmin 1 - 3 g/min suuaukkoa kohden.

Hartsin virtausnopeus, kaasun virtausnopeus ja polymeerin viskositeetti säädetään ja suhteutetaan siten, että saadaan haluttuja kuituja.

Keräyslaitteen etäisyyttä suuttimen suuaukosta voidaan vaihdella tuloksena olevan maton fysikaalisten ominaisuuksien muuttamiseksi alalla tunnetuin menetelmin. Tämän menetelmän yhteydessä maton fysikaalista yhtenäisyyttä voidaan muuttaa, sillä kuitujen itsesitoutumiskyky alenee etäisyyden kasvaessa suuaukosta. Etäisyyden ollessa annetulla alueella kuiduilla on riittävä itsesitoumiskyky hyvin lujan kudoksen tai maton muodostamiseksi. Etäisyyksien ollessa edellä mainittuja suurempia voidaan saada valmis kudostuote, joka on fysikaalisesti yhteenkietoutuneiden mutta toisiinsa liimautumattomien kuitujen muodossa. Sopivat etäisyydet edellä mainittujen tulosten saavuttamiseksi vaihtelevat sellaisten tekijöiden kuin kaasun virtausnopeuden, hartsin virtausnopeuden ja ympäristön lämpötilan mukaan. Edullinen etäisyys kutomattomien mattojen valmistamiseksi on noin 15 - 60 cm, edullisemmin 25 - 35 cm.

Kutomattomien mattojen vetolujuutta parannetaan sulatussitomalla kutomaton matto käsittelemällä se lämpötilassa yli 270 °C mahdollisesti puristaen samalla mattoa riittävästi matossa olevien kuitujen kutistumisen estämiseksi. Tämäntyyppistä sulatussitomismenetelmää on kuvattu muiden polymeerikuitujen yhteydessä US-patenttijulkaisussa 3 704 198.

Tämän keksinnön mukaista kudosta tai mattoa voidaan käyttää komposiittien tai laminaattien valmistamiseen menetelmillä, joita kuvataan US-patenttijulkaisuissa 4 041 203; 4 196 245 ja 4 302 495.

Tämän keksinnön mukaiset kutomattomat matot ovat erityisen käyttökelpoisia suodatettaessa korkeassa lämpötilassa syövyttäviä aineita, kuten poistokaasuja (ts. letkusuodattimina hiukkasmaisen materiaalin poistamiseksi), happoja ja hydrauliikkaöljyjä, yhdistämisväineinä ja muissa käyttötarkoituksissa, joissa vaaditaan lämmön- ja kemikaalienkestävyyttä. Tämän keksinnön mukaisilla kutomattomilla matoilla on hyvä eristyskyky, korkea peittoarvo massayksikköä kohden ja suuri pinta-ala massayksikköä kohden. Koska mikrokuidut ovat orientoituneet voimakkaasti aksiaalisesti, kutomattomilla matoilla on myös suuri lujuus massayksikköä kohden, jos toteutetaan kuitujen suunnan muuttaminen sattumanvaraiseksi ja asianmukainen lämpösitominen. Kutomattomat matot voidaan myös tiivistää ja niitä voidaan käyttää erottimina kennostoissa tai millä tahansa alalla, jolla on käytetty rakenteeltaan tavanomaisia kutomattomia mattoja. Esimerkkeihin kuuluvat käyttö linoleumin lujitevuorauksena, tiivistemateriaaleina jne.

Kun keksintöä nyt on kuvattu, seuraavat esimerkit annetaan sen valaisemiseksi edelleen, eikä niitä pidä ymmärtää sitä rajoittaviksi.

Esimerkit 1 - 5

Valmistettiin sulapuhalletuista mikrokuiduista koostuvia mattoja kuviossa 1 kuvatulla menetelmällä, paitsi että ylimääräistä sulaa polymeeriä poistettiin sulan polymeerin syöttölinjalta 4 ylivuotosäiliöön. Käytettyyn 1,9 cm:n (3/4") suulakepuristinta (1L/D = 20; puristussuhde = 1:3). Käytettiin kehruulaitteistoa, jossa oli suutin, jonka yhtä suuaukkoa ympäröi rengasmainen kaasurako 11 kuvassa 2 esitetyllä tavalla, jolloin suuaukon sisäläpimitta A oli 0,0533 cm (0,0210"); suuaukon ulkoläpimitta B

0,0826 cm (0,0325") ja rengasmaisen kaasuraon läpimitta C 0,1656 cm (0,0652"). Suuaukon ja keräyslaitteen välinen etäisyys oli 3,25 cm. Aika, jossa polymeeri kulki laitteen läpi suulakepuristimen päällä olevasta syöttösuppilosta kehruulaitteiston alla olevalle keräyslaitteelle, oli 15 min.

Syndiotaktista polystyreeniä, jonka keskimääräinen moolimassa (Mw) oli 166 000 ja moolimassajakautuma (Mw/Mn) 2,72, lisättiin suulakepuristimen syöttösuppiloon ja sulatettiin. Sulapuhallusmenetelmä toteutettiin käyttämällä taulukossa 1 esitettyjä prosessiolosuhteita. Esimerkeissä 1, 2 ja 5 käytettiin kaasuvirtana ilmaa ja esimerkeissä 3 ja 4 typpeä.

Saatiin pehmeitä, kuohkeita kutomattomia mikrokuitumattoja, joissa oli hyvin vähän hahtuvia ja nyppyjä.

Mikrokuitujen keskimääräinen läpimitta ja materiaalin moolimassa ja moolimassajakautuma saaduissa kutomattomissa matossa esitetään taulukossa 1.

Taulukko 1

Esimerkin nro	Kaasuvirran lämpötila suuttimessa (°C)	Polymeerin lämpötila suuttimessa (°C)	Polymeerin virtausnopeus suuttimessa (g/min)	Kaasun nimellisvirtausnopeus suuttimessa (m/s),**	Mw (x1000)	Mn (x1000)	Mw/Mn	Mikrokuitujen keskimääräinen läpimitta (µm)
1	483	298	0,358	441	80	32,9	2,44	***
2	491	298	0,388	552	75,1	28,5	2,64	2,01
3*	492	298	0,384	552	74,8	27,3	2,74	2,45
4*	480	297	0,390	441	80,5	33,3	2,41	***
5	480	297	0,330	441	79,8	29,0	2,75	***

* Ohentamiseen käytettiin N_2:ä ilman sijasta.

** Kaasun nimellisvirtausnopeudet laskettiin olettaen, että olosuhteet ovat polytrooppiset (ei adiapaattiset eikä isotermiset).

*** Ei määritetty.

Patenttivaatimukset:

1. Sulapuhallusmenetelmä polymeerikuidun valmistamiseksi, jossa syötetään sulassa muodossa olevaa polymeeriä vähintään yhdestä suuttimen suuaukosta kaasuvirtaan, joka syötetään aukon lähialueelle ja ohentaa sulan polymeerin kuiduiksi, t u n n e t t u siitä, että polymeeri on syndiotaktinen vinyyliaromaattinen polymeeri.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että polymeerin virtausnopeus suuttimessa on 0,1 - 10 g/min suuaukkoa kohden.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kaasun virtausnopeus suuttimessa on 200 - 700 m/s.

4. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käsiteltävän polymerin lämpötila on suuttimessa yli 270 - 400 °C.

5. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kaasuviran lämpötila on 425 - 500 °C.

6. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että tuloksena olevat mikrokuidut lisäksi kerätään keräyslaitteella, joka sijaitsee mikrokuitujen kulkureitillä etäisyydellä 15 - 60 cm suuaukosta.

7. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vinyyliaromaattisen polymeerin moolimassa (Mw) on 50 000 - 750 000 ja moolimassajakautuma (Mw/Mn) 1,8 - 8,0.

8. Minkä tahansa edeltävän patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vinyyliaromaattinen polymeeri on syndiotaktinen polystyreeni.

9. Mikrokuitu, t u n n e t t u siitä, että se koostuu syndiotaktisesta vinyyliaromaattisesta polymeristä ja sen keskimääräinen läpimitta on 0,1 - 400 µm.

10. Patenttivaatimuksen 8 mukainen mikrokuitu, t u n n e t t u siitä, että se keskimääräinen läpimitta on 0,5 - 50 µm.

11. Patenttivaatimuksen 9 tai 10 mukainen mikrokuitu, t u n n e t t u siitä, että vinyyliaromaattinen polymeeri on patenttivaatimuksen 7 tai 8 mukainen.

12. Kutomaton matto, t u n n e t t u siitä, että se käsittää minkä tahansa patenttivaatimuksista 9 - 11 mukaisia tai minkä tahansa patenttivaatimuksista 1 - 8 mukaisella menetelmällä valmistettuja syndiotaktisesta vinyyliaromaattisesta polymeeristä koostuvia mikrokuituja.

13. Patenttivaatimuksen 12 mukaisen kutomattoman maton käyttö, t u n n e t t u siitä, että sitä käytetään korkeassa lämpötilassa tehtävään suodatukseen, yhdistämiseen tai eristämiseen.

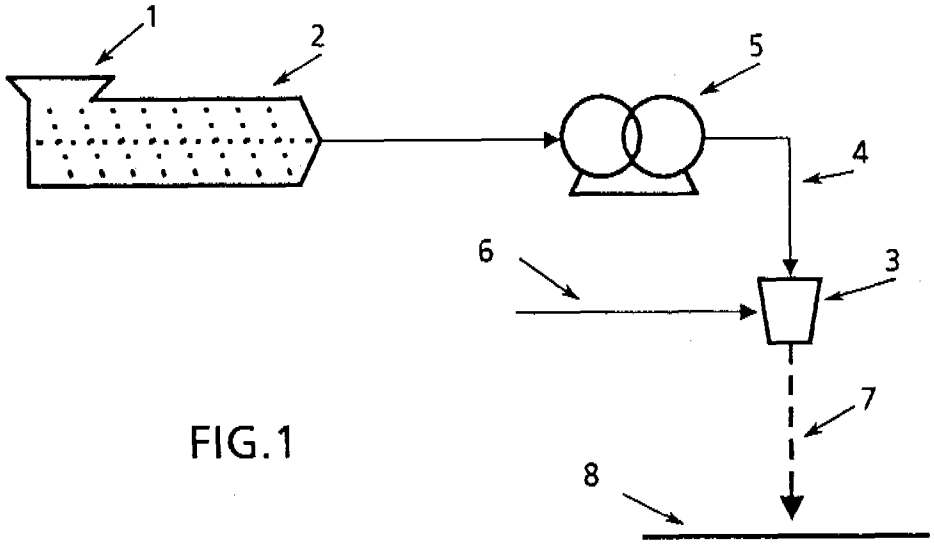


FIG.1

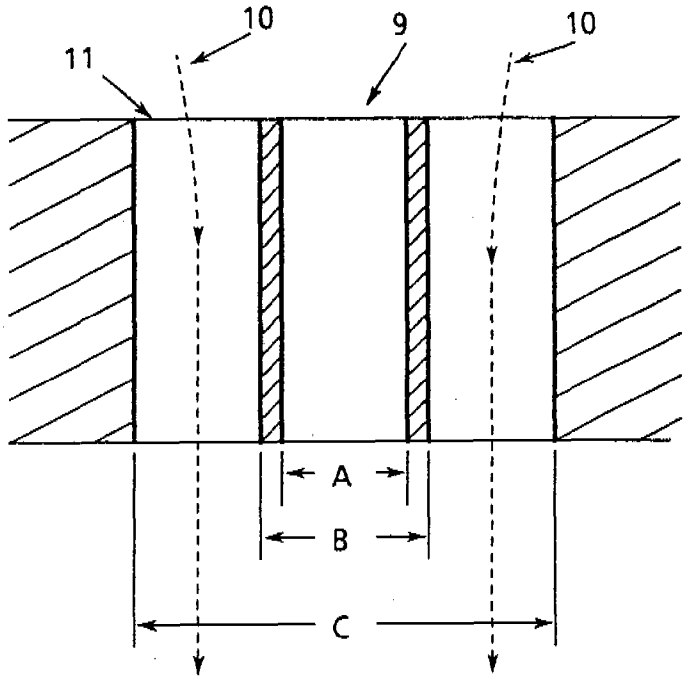


FIG.2

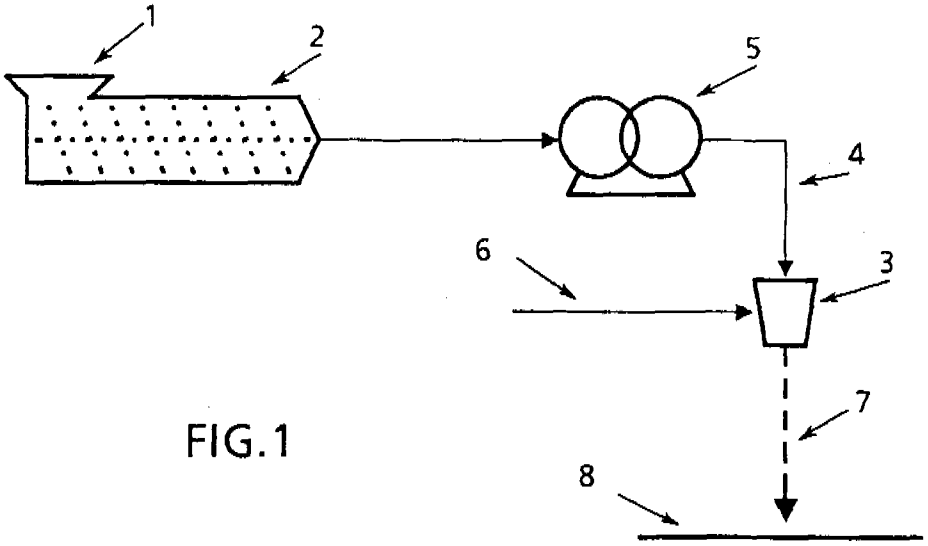


FIG.1

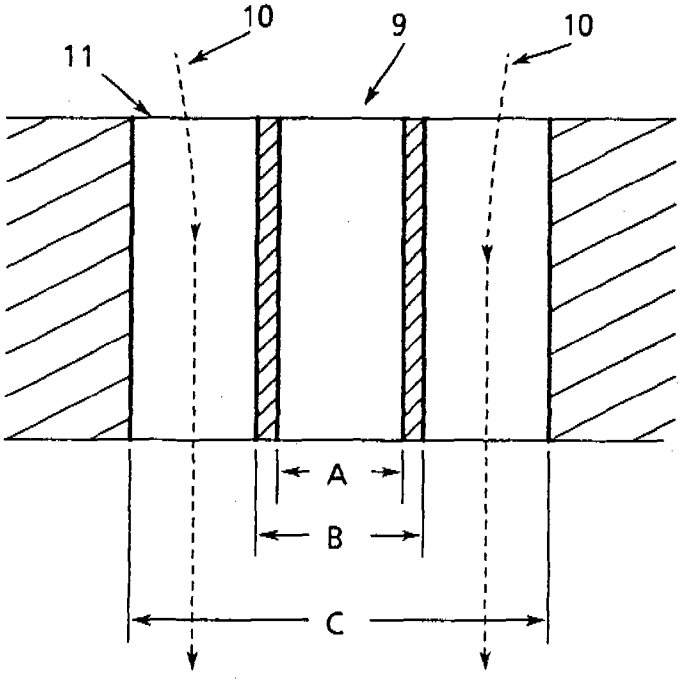


FIG.2

Hak.n:o 910032

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

FI P 98222 (D01F 6/22)

CH

DE

DK

FR

GB

NO

SE

US P 3755527 (D01d 5/12)

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

Käännä Vänd

EP

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

27.8.98 Riitta Jokela

Allekirjoitus