

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: **87112311.3**

(51) Int. Cl.4: **D04H 1/56 , D04H 1/44**

(22) Anmeldetag: **25.08.87**

(30) Priorität: **06.09.86 DE 3630392**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.03.88 Patentblatt 88/11

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

(71) Anmelder: **RHODIA AG**
Engesserstrasse 8 Postfach 1320
D-7800 Freiburg(DE)

(72) Erfinder: **Albien, Klaus, Dipl.-chem. Dr.**
Berlinerstrasse 15
D-7809 Denzlingen(DE)
Erfinder: **Maurer, Günter, Dipl.-Ing. (FH)**
Burgunderstrasse 8
D-7844 Neuenburg 4(DE)

(54) **Verfahren zur Herstellung von verfestigten Vliesen sowie verfestigte Vliese.**

(57) Verfahren zur Herstellung von verfestigten Vliesen für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften durch Blasspinnen einer Schmelze oder Lösung eines spinnbaren polymeren Materials zu Spinnfasern und/oder Filamenten, und zwar solchen mit einem Durchmesser von jeweils 0,1 bis 6 µm, vorzugsweise 0,5 bis 3 µm, Umformen dieser Spinnfasern und/oder Filamente zu einem Vlies, Verfestigen dieses Vlieses und Aufbringen eines Benetzungsmittels auf das Vlies, sowie solchermaßen hergestellte Vliese.

Nach dem Verfahren erfolgt das Verfestigen mit Hilfe von Wasserstrahlen, wird während oder unmittelbar nach der Wasserstrahlverfestigung als Benetzungsmittel ein zwitterionisches oder kationisches Tensid in einer Naß-in-Naß-Arbeitsweise auf das Vlies aufgebracht und dieses anschließend getrocknet; diese Arbeitsgänge erfolgen kontinuierlich.

Als polymeres Material wird vorzugsweise ein Polyester oder ein Polyamid eingesetzt.

Gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art weisen die erfindungsgemäßen Vliese eine größere wirksame Aufnahmeoberfläche, verbesserte Festigkeitseigenschaften und u.a. einen verbesserten textilen Fall und Griff auf.

EP 0 259 692 A2

Verfahren zur Herstellung von verfestigten Vliesen sowie verfestigte Vliese

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von verfestigten Vliesen für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften durch Blasspinnen einer Schmelze oder einer Lösung eines spinnbaren polymeren Materials mit Hilfe eines Düdenkopfs, der eine Düsenöffnung oder mehrere Düsenöffnungen aufweist, zu Spinnfasern und/oder Filamenten, Umformen dieser Spinnfasern und/oder Filamente zu einem Vlies durch Ablage auf einer Aufnahmevorrichtung, Verfestigen dieses Vlieses und Aufbringen eines Benetzungsmittels auf das Vlies. Die Erfindung betrifft auch verfestigte Vliese für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften.

Es ist bekannt, verfestigte Vliese für die Aufnahme von Wasser und/oder Öl durch Schmelz-Blas-Spinnen von Polypropylen zu Faserbahnen, deren Fasern einen mittleren Durchmesser bis zu 10 µm aufweisen, Musterbinden mit Stiften der Faserbahnen und Aufsprühen einer anionischen oder nichtionischen oberflächenaktiven Substanz auf die Faserbahnen herzustellen.

Die bekannten Vliese dieser Art zeigen jedoch folgende Nachteile:

-Durch das Musterbinden mit Stiften wird die für die Aufnahme von Wasser und/oder Öl wirksame Oberfläche der Vliese erheblich verringert.

-Da die Musterbindung mit Stiften nicht vollflächig erfolgen kann, weil sonst die für die Aufnahme von Wasser und/oder Öl wirksame Oberfläche der Vliese vollständig verloren geht, weisen solche teilmustergebundenen Vliese nur relativ geringe Festigkeiten, wie Höchstzugkraft, Einreißfestigkeit und Weiterreißfestigkeit, sowie einen relativ hohen Abrieb auf.

-Durch das Musterbinden kann die ursprüngliche zweidimensionale Anordnung der Fasern, d.h. die Anordnung der Fasern in Quer- und Längsrichtung, im Vlies nicht verändert werden; dadurch ist nicht nur keine Verbesserung der Vliese in Bezug auf den - textilen - Fall und Griff und die Weichheit möglich, sondern es tritt sogar diesbezüglich eine deutliche Verschlechterung ein.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Gattung zu schaffen, mit dem Vliese gewonnen werden können, die

-gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art eine größere wirksame Oberfläche für die Aufnahme von Wasser und/oder Ölen, Fetten und dergleichen besitzen,

-gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art verbesserte Festigkeitseigenschaften, wie eine verbesserte Höchstzugkraft, Einreißfestigkeit und Weiter-

reißfestigkeit, sowie einen geringeren Abrieb aufweisen und

-gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art einen besseren textilen Fall und Griff und eine verbesserte Weichheit besitzen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs genannten Art durch die im Kennzeichen des Anspruchs 1 angegebenen Merkmale gelöst.

Vorteilhaft Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in den Ansprüchen 2, 3, 4, 5 und 6 angegeben.

Die Ausführungsformen gemäß den Ansprüchen 2 und 3 bieten folgende Vorteile:

-Die erhaltenen Vliese können bei hohen Temperaturen, z.B. deutlich über 150° C, getrocknet werden und sind für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften auch bei solchen hohen Temperaturen einsetzbar.

-Die erhaltenen Vliese zeigen sehr hohe Festigkeiten, insbesondere eine hohe Höchstzugkraft, Einreißfestigkeit und Weiterreißfestigkeit.

Die Ausführungsform gemäß Anspruch 4 bietet den Vorteil, daß die erhaltenen Vliese auf Grund der Feinheit der Spinnfasern und Filamente, also wegen ihres geringen Durchmessers und damit hoher spezifischer Oberfläche, eine sehr große wirksame Oberfläche für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften aufweisen.

Die Ausführungsform gemäß Anspruch 5 bietet den Vorteil, daß die eingesetzten Tenside biologisch abbaubar und sehr gut hautverträglich sind.

Die Ausführungsform gemäß Anspruch 6 bietet den Vorteil, daß die eingesetzten Tenside spezielle Aufgaben lösen können, beispielsweise in der Metallbehandlung, wo Korrosionsschutz und rasche Trocknung wichtig sind.

Der Erfindung liegt auch die Aufgabe zugrunde, verfestigte Vliese der eingangs beschriebenen Gattung zur Verfügung zu stellen, die -gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art eine größere wirksame Oberfläche für die Aufnahme von Wasser und/oder Ölen, Fetten und dergleichen besitzen,

-gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art verbesserte Festigkeitseigenschaften, wie eine verbesserte Höchstzugkraft, Einreißfestigkeit und Weiterreißfestigkeit, sowie einen geringeren Abrieb aufweisen und

-gegenüber den bekannten Vliesen dieser Art einen besseren textilen Fall und Griff und eine verbesserte Weichheit besitzen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei den eingangs genannten verfestigten Vliesen durch die im Kennzeichen des Anspruchs 7 angegebenen Merkmale gelöst.

Für die Zwecke der Erfindung können als spinnbare polymere Materialien alle die, die durch Schmelzspinnen oder Lösungsspinnen (Trockenspinnen) verarbeitbar sind, eingesetzt werden; geeignet sind insbesondere Polyester, wie Polyethylenterephthalat, sowie Polyamide, wie Polyamid-66, aber auch beispielsweise Polyolefine, wie Polyethylen und Polypropylen, Celluloseester, wie Cellulose-2,5-Acetat und -Triacetat, und Acrylpolymeren, wie Polyacrylnitril.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wird eine Schmelze oder eine Lösung eines spinnbaren polymeren Materials zu Spinnfasern und/oder Filamenten blas-versponnen. Ein solches Blas-Spinnen ist beispielsweise in "Industrial and Engineering Chemistry", Band 48, No. 8 (1956), Seiten 1342 bis 1346, und in der deutschen Patentschrift 19 64 060 beschrieben.

Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften sind z.B. Öle, wie Mineralöle oder Silikonöle, und Fette oder deren Gemische.

Nach der Erfindung erfolgt das Verfestigen des Vlieses mit Hilfe von Wasserstrahlen. Eine solche Wasserstrahlverfestigung ist beispielsweise in der deutschen Offenlegungsschrift 17 10 989 und in der deutschen Auslegeschrift 16 35 577 beschrieben.

Die Wasserstrahlverfestigung bewirkt eine Verwirbelung und Nachverstreckung der Spinnfasern und/oder Filamente innerhalb des Vlieses, wodurch -zusätzliche wirksame Oberfläche für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften gewonnen wird, -das Vlies verbesserte Festigkeitseigenschaften erhält und einem geringeren Abrieb aufweist und -das Vlies eine Verbesserung des textilen Falls und Griffs und der Weichheit erfährt.

Gemäß der Erfindung wird als Benetzungsmittel ein zwitterionisches oder ein kationisches Tensid auf das Vlies aufgebracht. Geeignete zwitterionische Tenside sind insbesondere Amino-oxide und Betaine, aber auch Imidazolincarboxylate und Aminocarbonsäuren. Geeignete kationische Tenside sind beispielsweise primäre, sekundäre, tertiäre oder quarternäre Ammoniumsalze, Benzylammoniumsalze, Alkanolammoniumsalze, Pyridiniumsalze, Imidazoliniumsalze, Oxazoliniumsalze, Thiazoliniumsalze, Sulfoniumsalze, Chinoliniumsalze, Salze von Aminoxiden, Tropyliumsalze und Isochinoliniumsalze. Gegebenenfalls können auch Mischungen derselben verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen Vliese können beispielsweise als Rollenware oder in davon abgepaßten Stücken in industriellen oder nicht-industriellen Bereichen für Reinigungszwecke eingesetzt werden; wesentlich ist, daß sowohl Wasser als auch Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften von den Vliesen aufgenommen werden können.

Die Erfindung wird nachstehend anhand der Beispiele näher erläutert:

Beispiel 1

Polyethylenterephthalat mit einer Intrinsic-Viskosität von 0,67 (gemessen in Tetrachlorethan-Phenol 1:1), einer Schmelzviskosität von 2.400 dPa.s und einem Wassergehalt von 0,1 Gewichtsprozent wurde bei 323°C geschmolzen und mit Hilfe eines Spinnkopfs (Düsenkopfs) ähnlich dem gemäß der deutschen Patentschrift 25 50 463 zu Spinnfasern und Filamenten, die einen mittleren Durchmesser von 1,8 µm aufwiesen, schmelz-blas-versponnen. Die Spinnfasern und Filamente wurden durch Ablage auf einer Aufnahmevorrichtung, die aus einer rotierenden Trommel bestand, zu einem Vlies mit einem Flächengewicht von 100 g/m² umgeformt. Der Düsenkopf befand sich oberhalb der rotierenden Trommel, und es wurde senkrecht nach unten gesponnen.

Über Führungswalzen wurde das Vlies, das eine Breite von 200 mm hatte, auf ein umlaufendes Endlossiebband geführt, das Teil einer Wasserstrahlverfestigungsvorrichtung war, die im Prinzip der gemäß der deutschen Auslegeschrift 16 35 577 entsprach.

Die Wasserstrahlverfestigungsvorrichtung verfügte über acht Wasserdüsenreihen, die oberhalb des Vlieses und in einem Winkel von 90° zur Laufrichtung des Vlieses angeordnet waren. Jede Wasserdüsenreihe hatte eine Länge (wirksame Strahlbreite) von 200 mm und verfügte jeweils über 100 Düsenbohrungen. Der Abstand der Düsen zum Vlies betrug 10 mm und vor jeder Düse herrschte ein Wasserdruck von 120 bar. Die Wasserstrahlen bildeten einen Winkel von 90° mit dem Vlies.

Durch anschließendes Hindurchführen des Vlieses durch Quetschwalzen wurde das Prozeßwasser bis auf einen Restfeuchtegehalt des Vlieses von 100 % entfernt.

Unmittelbar danach erfolgte das Aufbringen des Benetzungsmittels durch Führen des Vlieses über eine strukturierte Netzwalze.

Das Benetzungsmittel war 1-Alkoylamino-3-dimethylamino-propan-3-N-oxid. Die Naßaufnahme (Flüssigkeitsaufnahme) des Vlieses betrug dabei 100 % des Ausgangs-Trockengewichts dieses Vlieses. Das Bad des Benetzungsmittels hatte eine

Konzentration von 0,5 Gewichtsprozent des zuvor genannten Benetzungsmittels; dadurch erhielt das Vlies einen Gehalt von 0,5 Gewichtsprozent an Benetzungsmittel, bezogen auf das Trockengewicht des Vlieses.

Von der Netzwalze wurde das Vlies durch einen Trockenofen, wo es bis auf einen Restfeuchtegehalt von circa 1 % getrocknet wurde, geführt und anschließend auf Hülsen aufgewickelt.

Die Verfahrensgeschwindigkeit, also die Geschwindigkeit, mit der das Vlies die genannten Verfahrensstufen kontinuierlich durchlief, betrug 2 m/min. Das erhaltene verfestigte Vlies wies ein Höchstzugkraft (gemessen nach DIN 53857) in Längsrichtung von 8,3 daN und in Querrichtung von 4,5 daN auf.

Die für die Aufnahme von Wasser und/oder Ölen und/oder Fetten und dergleichen wirksame spezifische Spinnfaser-/Filamentoberfläche dieses Vlieses betrug 1,6 m²/g (gemessen nach der BET-Methode) entsprechend 160 m² Oberfläche pro m² Vlies. Die Ölaufnahmefähigkeit dieses Vlieses (gemessen nach der Ölbinderrichtlinie des Bundesministeriums des Inneren in der Fassung von 31. Dezember 1985) betrug 4,3 g Öl pro g Vlies.

Die Wasseraufnahmefähigkeit dieses Vlieses (gemessen in Anlehnung an die zuvor genannte Ölbinderrichtlinie) betrug 5,8 g Wasser pro g Vlies. Ferner hatte das erhaltene verfestigte Vlies einen angenehmen weichen textilen Griff und einen guten Fall.

Beispiel 2

Das Beispiel 1 wurde wiederholt, allerdings mit dem Unterschied, daß

-das Aufbringen des Benetzungsmittels nicht durch Führen des Vlieses über eine strukturierte Netzwalze erfolgte, sondern dadurch, daß dieses Mittel über die Wasserstrahlverfestigungsvorrichtung - im Prozeßwasser zu 0,3 Gewichtsprozent gelöst enthalten - auf das Vlies aufgebracht wurde,

-als Benetzungsmittel nicht das im Beispiel 1 genannte, sondern ein Gemisch von Alkyl-dimethylbenzyl-ammoniumchloriden, das von der Firma Hoechst AG, Frankfurt/Main, Bundesrepublik Deutschland, unter der Marke Dodigen 226 vertrieben wird, eingesetzt wurde,

-das Prozeßwasser nach der Wasserstrahlverfestigung durch Hindurchführen des Vlieses durch Quetschwalzen bis auf einen Restfeuchtegehalt des Vlieses von 200 % entfernt wurde, wodurch das Vlies einen Gehalt von 0,6 Gewichtsprozent an Benetzungsmittel, bezogen auf das Trockengewicht des Vlieses, erhielt,

-das Vlies unmittelbar nach dem Entfernen des Prozeßwassers durch Führen durch einen Trockenofen bis auf einen Restfeuchtegehalt von circa 1 % getrocknet wurde.

Das erhaltene verfestigte Vlies entsprach in seinen übrigen Eigenschaften denjenigen des Vlieses nach Beispiel 1.

Die Erfindung weist folgende Vorteile auf:

Die erfindungsgemäß hergestellten verfestigten Vliese besitzen

-eine größere wirksame Oberfläche für die Aufnahme von Wasser und/oder Ölen, Fetten und dergleichen,

-verbesserte Festigkeitseigenschaften und einen geringeren Abrieb und

-einen besseren textilen Fall und Griff und eine verbesserte Weichheit

im Vergleich zu den bekannten verfestigten Vliesen für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von verfestigten Vliesen für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften durch Blasspinnen einer Schmelze oder einer Lösung eines spinnbaren polymeren Materials mit Hilfe eines Düsenkopfs, der eine Düsenöffnung oder mehrere Düsenöffnungen aufweist, zu Spinnfasern und/oder Filamenten, Umformen dieser Spinnfasern und/oder Filamente zu einem Vlies durch Ablage auf einer Aufnahmevorrichtung, Verfestigen dieses Vlieses und Aufbringen eines Benetzungsmittels auf das Vlies, dadurch gekennzeichnet, daß Spinnfasern und/oder Filamente mit einem Durchmesser von jeweils 0,1 bis 6 µm ersponnen werden, das Verfestigen des Vlieses mit Hilfe von Wasserstrahlen erfolgt, während oder unmittelbar nach dieser Wasserstrahlverfestigung als Benetzungsmittel ein zwitterionisches oder ein kationisches Tensid in einer Naß-in-Naß-Arbeitsweise auf das Vlies aufgebracht und das Vlies anschließend getrocknet wird, wobei diese Arbeitsgänge kontinuierlich durchgeführt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als spinnbares polymeres Material ein Polyester oder ein Polyamid eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Polyester Polyethylenterephthalat und als Polyamid Polyamid-66 eingesetzt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß Spinnfasern und/oder Filamente mit einem Durchmesser von jeweils 0,5 bis 3 µm ersponnen werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, 2, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Benetzungsmittel 1-Alkoylamino-3-dimethylamino-propan-3-N-oxid, Cocamidopropyl-betain oder 1-Alkoylamino-3-dimethylammonio-propan-3-carboxymethylbetain eingesetzt wird. 5

6. Verfahren nach Anspruch 1, 2, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Benetzungsmittel Alkyl-dimethyl-benzyl-ammoniumchloride eingesetzt werden. 10

7. Verfestigte Vliese für die Aufnahme von Wasser und/oder Substanzen mit oleophilen und/oder lipophilen Eigenschaften, dadurch gekennzeichnet, daß sie nach einem Verfahren gemäß Anspruch 1, 2, 3, 4, 5 oder 6 hergestellt worden sind. 15

20

25

30

35

40

45

50

55

5