



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101580968 B

(45) 授权公告日 2011. 07. 27

(21) 申请号 200910135463. 8

D01D 5/18 (2006. 01)

(22) 申请日 2005. 04. 01

D04H 3/16 (2006. 01)

(30) 优先权数据

审查员 杨晓娟

60/558748 2004. 04. 01 US

(62) 分案原申请数据

200580010134. 0 2005. 04. 01

(73) 专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州威尔明顿

(72) 发明人 R·A·马林 L·R·马沙尔

A·D·米勒

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 赵苏林 孙秀武

(51) Int. Cl.

D01D 5/11 (2006. 01)

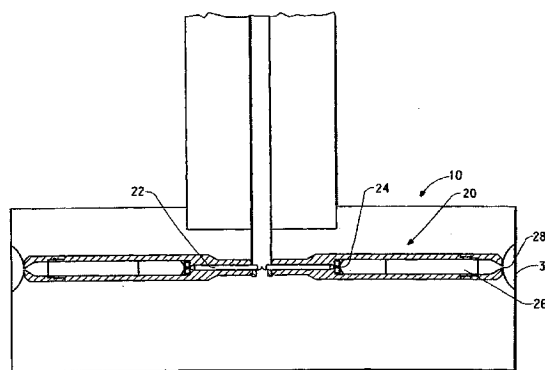
权利要求书 1 页 说明书 17 页 附图 4 页

(54) 发明名称

形成均匀材料的旋转法

(57) 摘要

一种形成均匀材料的旋转法方法,包括在高于大气压的压力下,把包含不同聚合物组分的两种独立的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少两个独立的出料喷嘴,每个喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;使两种独立的流化混合物从独立喷嘴的开口喷进大气压环境,以便以来自各喷嘴的材料喷出速度形成独立的出料;使各独立出料中至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;靠流体把各独立出料中的其余组分带走离开旋转器;和把各独立出料中的其余组分收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成被收集材料,收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动。



1. 用于以纤维状非织造片材或膜的形式在收集表面上形成均匀材料的旋转方法,该方法包含下列步骤:

(a) 在高于大气压的压力下,把包含不同聚合物组分的两种独立的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少两个独立的出料喷嘴,每个喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;

(b) 使两种独立的流化混合物从独立喷嘴的开口喷进大气压环境,以便以来自各喷嘴的材料喷出速度形成独立的出料;

(c) 使各独立出料中至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;

(d) 靠流体把各独立出料中的其余组分带走离开旋转器;和

(e) 把各独立出料中的其余组分收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成被收集材料,收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动。

形成均匀材料的旋转法

[0001] 本申请为分案申请,其母案为申请日是2005年4月1日、申请号是200580010134.0和发明名称是“形成均匀材料的旋转法”的申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及从旋转器喷出材料并以纤维状非织造片材或包含分立原纤或分立原纤和分立颗粒的组合的膜的形式收集一部分材料的领域。

背景技术

[0003] 闪纺是出料速度非常高的喷射法的一个例子。闪纺法包含让成纤物质在含本文称之为“纺丝剂”的挥发性流体中的溶液从高温高压环境通过,进入较低温度和较低压力的环境,使纺丝剂闪蒸或挥发并产生诸如纤维、原纤、泡沫或从丝状薄膜-原纤股或纤网之类的材料。材料纺丝的温度高于纺丝剂在大气压下的沸点,所以纺丝剂在从喷嘴喷出时挥发,使聚合物凝固成纤维、泡沫或薄膜-原纤股。使材料形成从丝状薄膜-原纤股纤网层的传统闪纺法已公开在U.S. 专利3,081,519(Blades等)、3,169,899(Steuber)和3,227,784(Blades等)、3,851,023(Brethauer等)中。但由这些传统闪纺法形成的纤网层不完全均匀。

发明内容

[0004] 本发明的目标是包含无规盘旋状截面聚合物原纤的膜,该膜的厚度 $\leq$ 约 $50\mu\text{m}$,以及机器方向上的均匀性指数 $\leq$ 约 $29(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 。

[0005] 在另一个实施方案中,本发明的目标是包含下列步骤的方法:(a)在高于大气压的压力下,把包含纺丝剂和至少两种熔点或软化温度不同的聚合物的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少一个出料喷嘴,喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;(b)使流化混合物从喷嘴开口喷进大气压环境,以便以材料喷出速度形成出料;(c)使出料中至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;(d)靠流体把出料中的其余组分带离开旋转器;(e)把出料中的其余组分收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成被收集材料,收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动;和(f)使被收集材料的温度在高于聚合物最低熔点或软化温度的温度下维持足够的时间,以使熔点或软化温度最低的聚合物发粘。

[0006] 在另一个实施方案中,本发明的目标是形成包含分立原纤的材料的方法,该方法包含下列步骤:(a)在高于大气压的压力下把包含聚合物在纺丝剂中浓度约0.5重量%~约5重量%的溶液的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少一个出料喷嘴,喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;(b)使流化混合物从喷嘴开口喷进大气压环境,以便以材料喷出速度形成出料;(c)使出料中至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;(d)靠流体把由出料中其余组分形成的分立原纤带离开旋转器;和(e)把分立原纤收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成厚度 $\leq 50\mu\text{m}$ 的膜,收集带以收集带

速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动。

[0007] 在另一个实施方案中,本发明的目标是包含下列步骤的方法:(a) 在高于大气压的压力下把包含不同聚合物组分的两种独立的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少两个独立的出料喷嘴,每个喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;(b) 使这两种独立的流化混合物从独立喷嘴的开口喷进大气压环境,以便以来自各喷嘴的材料喷出速度形成独立的出料;(c) 使各独立出料中的至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;(d) 靠流体把各独立出料中的其余组分带走离开旋转器;和(e) 把各独立出料中的其余组分收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成被收集料,收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动。

[0008] 定义

[0009] 术语“喷射”和“射流”在本文中可互换地用来指包括气体、空气或蒸汽的流体的空气动力移动流。术语“载喷”和“载料射流”在本文中可互换地用来指在其流动中运输材料的射流。

[0010] 术语“机器方向”(MD) 在本文中用来指移动收集表面的移动方向。“横向”(CD) 是垂直于机器方向的方向。

[0011] 术语“聚合物”,如本文所用,一般包括,但不限于,均聚物、共聚物(例如,嵌段、接枝、无规和交替共聚物)、三元共聚物等,以及共混物和它们的改性物。此外,除非特别限制,术语“聚合物”将包括所有可能的分子构型,包括,但不限于,全同、间同和无规对称性。

[0012] 术语“聚烯烃”,如本文所用,拟指任意系列仅由碳和氢组成的高饱和度聚合烃。典型的聚烯烃包括,但不限于,聚乙烯、聚丙烯、聚甲基戊烯以及单体乙烯、丙烯和甲基戊烯的各种不同组合。

[0013] 术语“聚乙烯”,如本文所用,拟不仅包括乙烯的均聚物,而且还包括至少 85% 重复单元是乙烯单元的共聚物,如乙烯和 α -烯烃的共聚物。优选的聚乙烯包括低密度聚乙烯、线形低密度聚乙烯和线形高密度聚乙烯。优选的线形高密度聚乙烯的熔点上限约为 $130^{\circ}\text{C} \sim 140^{\circ}\text{C}$,密度范围约为 $0.941 \sim 0.980\text{g}/\text{cm}^3$,以及熔体指数(如 ASTM D-1238-57T 条件 E 定义)在 $0.1 \sim 100$ 之间,优选 < 4 。

[0014] 术语“聚丙烯”,如本文所用,拟不仅包括丙烯的均聚物,而且还包括至少 85% 重复单元是丙烯单元的共聚物。优选的聚丙烯聚合物包括全同立构聚丙烯和间同立构聚丙烯。

[0015] 术语“纺丝剂”,在本文中用来指能进行闪纺的聚合物溶液中的挥发性流体。

[0016] 术语“膜”,在本文中用来指厚度小于 $50\mu\text{m}$ 的均匀薄片材。

[0017] 术语“原纤”和“分立原纤”,在本文中可互换地用来指具有无规盘旋状截面的不连续聚合物线股。

[0018] 附图简述

[0019] 包括进并构成本说明书一部分的附图示意本发明的优选实施方案,与文中叙述一起用来解释本发明的原理。

[0020] 图 1 是本发明方法中所用旋转器的横截面。

[0021] 图 2 是本发明方法中所用的包括旋转器和收集表面的设备的横截面。

[0022] 图 3 是示意适用于本发明的先有技术收集带的透视图。

[0023] 图 4 是包含用本发明的方法形成的分立原纤膜层和连续射流喷网纤维预成型基

体的复合材料片材的横截面的显微照片（电子显微镜照片）。

具体实施方式

[0024] 下面将详细参考本发明的优选实施方案，其中的实施例示意在附图中。在所有附图中，用相同符号表示相同元件。

[0025] 本发明涉及以下实施方案：

[0026] 1. 包含无规盘旋状截面聚合物原纤的膜，该膜的厚度 $\leq$ 约 $50\text{ }\mu\text{m}$ ，以及机器方向上的均匀性指数 $\leq$ 约 $29(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 。

[0027] 2. 实施方案 1 的膜，其中膜的基础重量为约 $2.4\text{g}/\text{m}^2 \sim$ 约 $91\text{g}/\text{m}^2$ 。

[0028] 3. 实施方案 1 的膜，其中膜的厚度 $\leq$ 约 $25\text{ }\mu\text{m}$ 以及机器方向上的均匀性指数 $<$ 约 $23(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 。

[0029] 4. 实施方案 1 的膜，其中膜的厚度 $\leq$ 约 $1\text{ }\mu\text{m}$ 。

[0030] 5. 实施方案 1 的膜，其中膜在机器方向上的均匀性指数 $<$ 约 $17(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 。

[0031] 6. 实施方案 1 的膜，其中原纤由选自下列一组的聚合物形成：聚烯烃、聚酯、部分氟化聚合物、聚酮、聚合物共混物，以及它们的组合。

[0032] 7. 实施方案 1 的膜，其中膜还包含至少一种选自下列一组的组分：颗粒、包含空心颗粒的泡沫、纤维网和 / 或丛丝状薄膜 - 原纤股。

[0033] 8. 实施方案 1 的膜，包含至少两种熔点或软化温度不同的聚合物，其中熔点或软化温度最低的聚合物是粘结的。

[0034] 9. 实施方案 8 的膜，其中熔点或软化温度最低的聚合物在聚合物总重量中占小重量比例。

[0035] 10. 实施方案 8 的膜，其中膜包含聚乙烯和聚丙烯。

[0036] 11. 实施方案 8 的膜，其中膜包含聚乙烯和聚烯烃弹性体。

[0037] 12. 实施方案 1 的膜，其中膜还包含纤维素。

[0038] 13. 实施方案 1 的膜，其中膜是多孔的。

[0039] 14. 实施方案 1 的膜，其中膜是无孔的。

[0040] 15. 包含实施方案 1 的膜沉积在预成型基材上的复合材料片材，所述基材选自下列一组：织造片材、非织造片材或薄膜。

[0041] 16. 包含下列步骤的方法：

[0042] (a) 在高于大气压的压力下，把包含纺丝剂和至少两种熔点或软化温度不同的聚合物的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内，该旋转器有至少一个出料喷嘴，喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口；

[0043] (b) 使流化混合物从喷嘴开口喷进大气压环境，以便以材料喷出速度形成出料；

[0044] (c) 使出料中至少一个组分蒸发或膨胀以形成射流；

[0045] (d) 靠流体把出料中的其余组分带走离开旋转器；

[0046] (e) 把出料中的其余组分收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上，以形成被收集材料，收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动；和

[0047] (f) 使被收集材料的温度在高于聚合物最低熔点或软化温度的温度下维持足够的时间，以使熔点或软化温度最低的聚合物发粘。

- [0048] 17. 实施方案 16 的方法,其中被收集材料维持在 $60^{\circ}\text{C} \sim 280^{\circ}\text{C}$ 的温度下。
- [0049] 18. 实施方案 16 的方法,其中在移动收集带上提供选自下列一组的预成型片材:非织造片材、织造片材或薄膜,以及出料中的其余组分被收集在预成型片材的表面上。
- [0050] 19. 实施方案 18 的方法,其中被收集材料在预成型片材表面上形成膜层,该膜层的厚度 $\leq 50\text{ }\mu\text{m}$ 以及机器方向上的均匀性指数 $\leq 23(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 。
- [0051] 20. 实施方案 19 的方法,其中所述膜层的厚度 $\leq 25\text{ }\mu\text{m}$,以及机器方向上的均匀性指数 $< 17(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$ 。
- [0052] 21. 实施方案 19 的方法,其中所述膜层的厚度 $\leq 1\text{ }\mu\text{m}$ 。
- [0053] 22. 实施方案 18 的方法,还包含在足以使被收集材料无孔的温度和压力下压延被收集材料和预成型片材。
- [0054] 23. 实施方案 22 的方法,还包含从预成型片材上取下被收集材料,以形成膜。
- [0055] 24. 形成包含分立原纤的材料的方法,该方法包含下列步骤:
- [0056] (a) 在高于大气压的压力下,把包含聚合物在纺丝剂中浓度约 0.5 重量%~约 5 重量%的溶液的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少一个出料喷嘴,喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;
- [0057] (b) 使流化混合物从喷嘴开口喷进大气压环境,以便以材料喷出速度形成出料;
- [0058] (c) 使出料中至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;
- [0059] (d) 靠流体把出料中其余组分形成的分立原纤带走离开旋转器;和
- [0060] (e) 把分立原纤收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成厚度 $\leq 50\text{ }\mu\text{m}$ 的膜,收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动。
- [0061] 25. 包含下列步骤的方法:
- [0062] (a) 在高于大气压的压力下,把包含不同聚合物组分的两种独立的流化混合物供至以一定转速绕轴自转的旋转器内,该旋转器有至少两个独立的出料喷嘴,每个喷嘴包含一个沿旋转器周边的开口;
- [0063] (b) 使两种独立的流化混合物从独立喷嘴的开口喷进大气压环境,以便以来自各喷嘴的材料喷出速度形成独立的出料;
- [0064] (c) 使各独立出料中至少一个组分蒸发或膨胀,以形成射流;
- [0065] (d) 靠流体把各独立出料中的其余组分带走离开旋转器;和
- [0066] (e) 把各独立出料中的其余组分收集在与旋转器轴同心的收集带的收集表面上,以形成被收集材料,收集带以收集带速度沿平行于旋转器旋转轴的方向移动。
- [0067] 传统闪纺法遇到的一个难点是试图以非常好的分散状态并以它们的移动速度来收集纤网层,这样也许会使产品的厚度和基础重量具有优良的均匀性。在传统方法中,溶液从喷嘴中喷出来的速度,也是纤网层的形成速度,在 300km/h 数量级上,随纺丝剂的分子量而变,而纤网层一般被收集在以 $8 \sim 22\text{km/h}$ 的速度移动的带上。该方法因纤网形成速度和纤网收集速度之差而引进的疏松要通过在横向-机器方向上振动纤网层而得以消除,但这样做并不导致均匀沉积的分立原纤。
- [0068] 本发明者已发展了使喷出颗粒,特别是分立原纤或分立原纤和分立聚合物颗粒的组合,更均匀沉积的方法,因而具有更均匀的分布和基础重量。
- [0069] 本发明者已开发了下述一种方法:在其中,靠射流自喷嘴喷出或“纺成”的分立原

纤或分立原纤和分立聚合物颗粒的组合的收集速度更接近于原纤或分立原纤和分立颗粒的喷出速度,以及下述一种方法:靠射流把流化混合物从旋转器喷嘴喷出形成纤维状片材或膜,并以接近于它们喷出速度的速度收集由此形成的固体。

[0070] 在本发明的方法中,把包含至少两个组分的流化混合物供至位于绕轴旋转的旋转器的喷嘴。流化混合物要在高于大气压的压力下供至喷嘴。从喷嘴的开口高速喷出或“纺”出流化混合物,以形成出料。喷嘴的精确形式将取决于出料的类型和所期望的产品。喷嘴有一个接收流化混合物的入口端和一个通往旋转器外缘把混合物作为出料喷出的出口端。在从喷嘴的出口端喷进旋转器周围的较低压环境中时,出料中的组分之一立即转化为蒸汽相,或者,如果已经是蒸气相,就迅速膨胀,而出料中的其余组分则凝固并从喷嘴中被喷出。优选在从喷嘴喷出时,至少有一半质量的流化混合物蒸发,或,作为蒸气,膨胀。

[0071] 出料中的其余组分,即在被喷出时不立即挥发的凝固物质,本文所也称之为“凝固材料”,能呈分立原纤或分立原纤和分立聚合物颗粒的组合的形式。凝固物质被源于旋转器内因流化混合物的迅速闪蒸或挥发性组分的膨胀所形成的高速射流带走离开旋转器。射流可包含蒸气、空气或其它气体,包括闪纺剂在内。携带凝固物质的射流在从旋转器喷出时,速度至少约 100 英寸/秒 (30m/s),优选大于约 200 英尺/秒 (61m/s)。用适合于形成材料和期望产品的装置收集凝固物质。当需要片材时,所用的收集器是离旋转器一定距离的同心收集表面。收集表面可位于离喷嘴的距离约 2 倍于收集表面上被收集物质的厚度~约 15cm 处。优选收集表面位于离喷嘴约 0.5cm~约 8cm 处。收集表面可以是移动带或靠移动带输送的收集表面。收集器可以是适合收集特定物质的移动收集带、静止圆柱结构、靠移动带输送的收集基材或收集容器。当把出料收集在收集表面上时,出料中的凝固组分就与射流或出料中的挥发性组分分离并留在收集带的收集表面上。

[0072] 材料通过喷嘴被闪纺成分立的原纤或分立原纤和分立颗粒的组合。闪纺所需的条件可从 U. S. 专利 3,081,519(Blades 等)、3,169,899(Steuber)、3,227,784(Blades 等)、3,851,023(Brethauer 等)中获知,这些文献的内容引于此供参考。

[0073] 把包含聚合物和纺丝剂的聚合物溶液的流化混合物在高于纺丝剂沸点的温度和足以把混合物保持在液态的压力下供至喷嘴入口。图 1 是本发明方法中所用的包括喷嘴 20 的旋转器 10 的横截面图。喷嘴包括流道 22,聚合物溶液经由该流道被供至减压孔 24。减压孔 24 通往减压室 26,以便把聚合物溶液维持在低于其雾点的低压下进入聚合物和纺丝剂的两相分离区。减压室通往与喷嘴出口或开口连通的纺丝孔 28。聚合物-纺丝剂混合物从喷嘴喷出,优选在高于纺丝剂沸点的温度下。混合物所喷进的环境,优选在纺丝剂沸点的约 40℃内,更优选在纺丝剂沸点的约 10℃内,以及压力要低于喷嘴入口处的供料压力。

[0074] 靠射流,本文也称之为“载料射流”,自喷嘴 20 喷出的物质,在喷嘴内开始膨胀,并在从喷嘴喷出时继续膨胀,以高速携带并推动出料离开喷嘴出口。射流以层流开始,然后在离喷嘴出口一定距离处变为湍流。出料本身的形式将取决于射流的流体流动类型。如果射流是层流,则出料的分散和分布要比射流是湍流时均匀得多,因此最好在湍流开始之前收集出料。

[0075] 出料的速度可以控制,方法是改变靠射流出料的压力和温度以及出料通过其喷出的开口的设计。

[0076] 在闪纺中,物质受射流推动的喷出速度随聚合物溶液中所用的防丝剂而变。已经

观察到, 纺丝剂的分子量越高, 则射流的喷出速度越低。例如, 已经发现, 用三氯一氟甲烷作为聚合物溶液中的纺丝剂导致约 150m/s 的射流喷出速度, 而用分子量较低的戊烷作为纺丝剂时, 已经发现导致约 200m/s 的射流喷出速度。从径向上离开旋转器的出料速度主要取决于射流的喷出速度, 而非取决于由旋转器旋转所产生的离心力。

[0077] 参考图 1, 喷嘴 20 的出口端能任选地包含狭缝出口, 本文也称之为“扇形喷口”, 如 U. S 专利 5, 788, 993 (Bryner 等) 所述, 该专利的内容引于此供参考。扇形喷口受紧挨纺丝孔 28 下游的两个相对面 30 的限定。使用这种扇形喷口使载料射流通过纺丝孔喷出时在狭缝宽度上分散开。射流把出料分散在取决于狭缝取向的不同方向上。按照本发明的一个实施方案, 狭缝主要在轴向取向, 这使出料沿轴向分散。这使出料在喷出时均匀分散。所谓“主要在轴向”是指狭缝的长轴在旋转器轴的 45° 以内。如果需要, 喷嘴 20 的狭缝出口也可以在一般非轴向上取向。所谓“非轴向”是指狭缝的长轴与旋转体的轴之间的夹角大于 45° 。

[0078] 喷嘴出口朝基本径向或非径向。当喷嘴出口朝径向时, 与喷嘴朝非径向时相比, 载料射流能把出料输送得离旋转体更远。当收集器位于离旋转器与旋转器同心的一定距离或间隙且出料必须横穿过间隙才能被收集时, 这一点变得很重要。喷嘴出口的取向也可以朝非径向, 即在偏离旋转的方向上。当情况确是如此且出料被收集在同心收集器上时, 为了避免材料包在旋转器周围, 旋转器与收集器之间的间隙应尽量小。在这种情况下, 射流的喷出速度应接近旋转器周边的切向速度且间隙应尽可能小。本发明实施方案的优点在于材料以接近于它被喷出的速度被收集, 而且在射流开始湍流之前。这样就导致分布非常均匀的产品。

[0079] 在本发明的一个实施方案中, 可以使喷嘴出口的取向朝收集带的移动方向。

[0080] 在本发明的旋转器有多个喷嘴的一个实施方案中, 可以在轴向间隔排列喷嘴。可以把喷嘴彼此间隔到使喷自一些喷嘴的材料与喷自相邻喷嘴的材料重叠或不重叠, 取决于所期望的产品。在本发明的一个实施方案中, 已发现当扇形喷口的宽度保持不变以及开口之间的距离约等于各喷口宽度的整数倍时, 会得到非常均匀的产品。

[0081] 或者, 喷嘴也可以沿旋转器周边周向间隔排布。以这种方式, 无需增加旋转器高度就能形成更多层。

[0082] 当纤维材料从扇形喷口喷出时, 喷口取向可使纤维总的排列影响机器方向和横向性能的平衡。在本发明的使用多个喷嘴的一个实施方案中, 一部分喷口与轴向或与旋转器轴之间的夹角在 $20 \sim 40^\circ$ 之间, 而一部分喷口相对于轴的夹角相等但方向相反。一部分喷口相对于轴以彼此相反的角度取向使产品具有较小的方向性且性能更加平衡。

[0083] 图 2 示意实施本发明方法的设备 40 可能的一种构型, 它包括安装在旋转轴 14 上的旋转器 10, 旋转轴 14 被支持在刚性框 13 上。旋转轴 14 是空心的, 所以能把流化混合物供至旋转器。沿旋转器周边是开口 12, 材料通过这些开口喷出。出料中的不挥发组分在从喷嘴喷出时被收集在通过多孔收集器 17 的移动带 (未示出) 上。收集器周围有一个真空箱 18, 用来对多孔收集器 17 抽真空, 从而把出料锁连到移动带的收集表面上。沿轴 14 有一个旋转密封, 包含一个静止部分 15a、一个旋转部分 15b 以及一根轴承 16。

[0084] 喷嘴的设计会影响从喷嘴喷出物质的分布且因此而对材料铺排的均匀性作出贡献。射流的分散导致被喷出凝固原纤或原纤和颗粒的分散。

[0085] 当出料包含聚合物时,优选把喷嘴温度维持在至少与聚合物的熔点或软化温度一样高的温度下。喷嘴可以用任何已知的方法加热,包括电阻、加热流体、蒸汽或感应加热。

[0086] 喷自喷嘴的载料射流可以在从喷嘴喷出后一定距离处一面自由或不受限制、两面自由或两面受限。喷射可以在一面或两面受平行于喷嘴狭缝出口安装的,优选在狭缝上游或之前,始自旋转器外相对于旋转器的旋转为静止的有利点的板的限制。它们起附壁箔的作用,使载料射流本身靠箔附近形成的低压区附在引导射流的箔上。这样就防止载料射流与箔所限制的一面或两面的气氛相混合,正如在喷射自由时发生的那样。因此箔的应用导致更高速的射流。其作用与缩短喷嘴出口与收集器之间的距离相同:物质在射流开始出现湍流之前被喷到收集器上。

[0087] 该箔可以是静止的也可以使之振动。振动箔有利于产品形成,因为它有助于高速振动正在铺排的物质。这一点在较低转速下特别有利于抵消出料的过量供料。优选该箔至少与纤网离开箔时纤网的分散宽度一样宽。

[0088] 按照本发明的方法可以供应几类流化混合物。所谓“流化混合物”是指液态或任何流体在高于其临界压力下的组合物,该混合物包含至少两个组分。流化混合物可以是均匀流体组合物,如溶质在溶剂中的溶液,不均匀流体组合物,如两种流体的混合物,或一种流体的液滴在另一种流体中的分散体,或在压缩蒸气相中的流体混合物。适用于本发明方法的流化混合物可包含聚合物在纺丝剂中的溶液,如下文所述。流化混合物可包含固体颗粒在流体中的分散体或悬浮液,或固体物质在流体中的混合物。在本发明的另一个实施方案中,该物质是固体-流体流化混合物。本发明的方法能用来造纸,方法是把纸浆和水的混合物供至旋转器,并供应足够的压力把混合物从喷嘴喷至位于离旋转器一定距离的收集器。在本发明的另一个实施方案中,把固体物质混合物,如纸浆,和流体,如水,在温度高于流体沸点和足以把流体保持在液态的压力下供至旋转器。在通过喷嘴时,流体蒸发,而固体物质被喷向并分散在收集器表面方向上。在优选实施方案中,物质被喷进的环境和/或收集表面要保持在接近于流体沸点的温度下,以尽量减少流体的冷凝。优选环境要保持在流体沸点的约 40℃ 以内,更优选在流体沸点的约 10℃ 以内。环境也可以保持在流体沸点之上或之下。

[0089] 能用于本发明实施方案的聚合物包括聚烯烃,包括聚乙烯、低密度聚乙烯、线形低密度聚乙烯、线形高密度聚乙烯、聚丙烯、聚丁烯和它们的共聚物。在适用于本发明的其它聚合物中有聚酯,包括聚对苯二甲酸乙二酯、聚对苯二甲酸丙二酯、聚对苯二甲酸丁二酯和聚对苯二甲酸 1,4-环己烷二甲醇酯;部分氟化聚合物,包括乙烯-四氟乙烯、聚偏氟乙烯和 ECTFE,即乙烯和三氟氯乙烯的共聚物;和聚酮,如乙烯和一氧化碳的共聚物 E/CO 以及乙烯、丙烯和一氧化碳的三元共聚物 E/P/CO。在本发明的非织造片材中也可以用聚合物共混物,包括聚乙烯和聚酯的共混物及聚乙烯和部分氟化的含氟聚合物的共混物。所有这些聚合物和聚合物共混物都能溶于纺丝剂以形成溶液,然后把该溶液纺成丛丝状薄膜-原纤的非织造片材。适用的纺丝剂包括氯氟碳和烃。能用于本发明的适用纺丝剂和聚合物-纺丝剂组合已描述在下列 U. S. 专中:5,009,820、5,171,827、5,192,468、5,985,196、6,096,421、6,303,682、6,319,970、6,096,421、5,925,442、6,352,773、5,874,036、6,291,566、6,153,134、6,004,672、5,039,460、5,023,025、5,043,109、5,250,237、6,162,379、6,458,304 和 6,218,460,它们的内容引于此供参考。在本发明的实施方案中,

纺丝剂至少是聚合物-纺丝剂混合物的约 90 重量%，或至少是混合物的约 95 重量%，甚至至少是混合物的 99.5 重量%。

[0090] 为了制成包含分立原纤或分立原纤和分立聚合物颗粒的組合的膜，流化混合物是聚合物或聚合物共混物溶解在纺丝剂中的溶液，该溶液的浓度低到足以从喷嘴喷出分立的原纤，浓度一般为约 0.5 重量%~约 5 重量%，取决于所用的具体聚合物和纺丝剂。虽然不希望受理论的限制，但本发明者相信，为了形成分立原纤，在溶液分离为聚合物在纺丝剂相中的喷嘴减压室内，聚合物相是非连续的。

[0091] 显然，本领域的技术人员将认识到，为适应以上讨论的液体混合物的各种实施方案，可能需要改变喷嘴 20（图 1）的设计。

[0092] 在被收集到收集表面上时或在后续过程中，可能会使凝固聚合物合并成多孔或无孔膜。该材料能包含原纤或分立聚合物颗粒和分立原纤的組合。膜中的原纤具有无规盘旋状横截面，如图 4 所示，其中本发明的盘旋状横截面原纤沉积在纤维具有圆形截面的传统射流成网纤网上。材料也可以包含原纤或颗粒和原纤的組合以及包含空心颗粒的泡沫、纤网和/或丛丝状薄膜-原纤股。按照本发明的膜，厚度 $\leq$ 约 50 μm ，或 $\leq$ 约 25 μm 或甚至 $\leq$ 约 1 μm ，以及机器方向上的均匀性指数（MDUI） $<$ 约 5（盎司/码²）^{1/2}（29（g/m²）^{1/2}），或甚至 $<$ 约 3（盎司/码²）^{1/2}（17（g/m²）^{1/2}）。作为对比，以商品名 **Tyvek®** 销售的商品级闪纺聚烯烃片材的 MD UI 是 16~22（盎司/码²）^{1/2}（93~128（g/m²）^{1/2}）。

[0093] 为了形成高度均匀的膜，旋转器的旋转速度要大于约 1000rpm，或甚至大于约 2000rpm。为了防止膜中出现孔洞，本方法优选在尽量低的真空下进行，以尽可能减少真空的锁连力对膜的冲击。

[0094] 意外的是，由本发明的方法制成的膜是多孔的。如果孔隙率不提供理想的空气渗透率，则可以用已知方法如压延法修饰该膜。例如，如果期望无孔膜，则可以在足以使膜无孔的温度和压力下用热压延法来粘结该材料。

[0095] 在本发明的另一个实施方案中，凝固的出料被收集在离旋转器周边一定径向距离的同心收集器的内表面上，该表面也被称为“收集表面”。收集器可以是由打孔金属片材或刚性聚合物制成的静止圆柱状多孔结构。收集器上可以涂布减磨涂层，如含氟聚合物树脂，或者也可以使之振动以减少被收集材料与收集表面之间的磨擦力或拖拽力。优选圆柱状结构是多孔的，这样在材料被收集时可以对材料施加真空以利于材料锁连在收集器上。在一个实施方案中，圆柱状结构包含蜂窝结构，它允许通过蜂窝材料对被收集材料抽真空，同时又提供足够的刚度使之不变形。蜂窝还可以盖有一层筛网以便收集出料。

[0096] 收集器还可以包含移过静止圆柱状多孔结构的柔性收集带。该收集带优选是光滑的多孔材料，这样可以通过圆柱状多孔结构对被收集材料施加真空而不会在被收集材料内形成孔洞。该带可以是沿旋转器轴向（在旋转器轴的方向上）移动的输送带，它可形变成围绕旋转器的同心圆柱，而在清理旋转器时又能回复到其平坦状态，如图 3 所示。在本发明的实施方案中，圆柱带不断收集从旋转器喷出的凝固材料。这种收集带已公开在 U. S. 专利 3,978,976 (Kamp)、3,914,080 (Kamp)、3,882,211 (Kamp) 和 3,654,074 (Jacquelin) 中。

[0097] 收集表面还可以包含在移动收集带上移动的基材，如织造或非织造织物或薄膜，这样出料就被收集在基材上而不是直接在带上。这一点在被收集材料是非常薄的薄膜时尤其有用。

[0098] 收集表面还可以是期望产品本身的一个组分。例如,预成型片材可以是收集表面,而低浓度溶液可以被喷至收集表面上,形成在预成型片材表面上的薄膜。这一点对于提高片材的表面性能,如可印刷性、粘结性、孔隙率等等特别有用。预成型片材可以是非织造或织造片材或薄膜。在该实施方案中,预成型片材甚至可以是在本发明方法中形成的非织造片材本身,然后第二次喂进,经历本发明的工艺,靠收集带支持作为收集表面。在本发明的另一个实施方案中,预成型片材甚至可以在本发明的方法中用作收集带本身。

[0099] 当喷出材料包含聚合物材料时,在本发明工艺期间可以加热被吸过收集表面的气体,从而使一部分聚合物材料软化并在某些点上自粘。气体可抽自旋转器端外和/或通过旋转器本身。辅助气体可供到旋转器与收集表面之间的腔内。当旋转器周边的切向速度大于喷出速度的约 25% 时,辅助气体最好供自旋转器本身。从旋转器供应气体的方法是靠吹气机和管道系统强迫气体通过旋转器,或在旋转器内加进叶片,或两者结合。设计叶片的尺寸、角度和形状,以造成气流。叶片的设计最好做到由旋转器产生的气体量约等于被真空吸过收集表面的气体量,且可以略多于或少些,取决于工艺条件。进入旋转器的气体量可加以控制,方法是密闭旋转器和收集器周围的空间,也叫做“纺丝池”,并在池腔内开一个通向旋转器且能改变尺寸的开口。

[0100] 被真空吸过收集表面的气体可以用使之经过热交换器的方法被加热,然后使之返回旋转器。

[0101] 在本发明的出料中包含聚合物纤维材料的一个实施方案中,把被收集在收集表面的材料加热到足以粘结该材料。实现这一点的方法可以是把被收集材料周围的气氛保持在足以粘结被收集材料的温度下。材料的温度能足以使一部分聚合物纤维材料软化或变粘,从而使它在被收集时自粘或与周围材料粘结。能使一小部分聚合物软化或变粘的方法是,在出料被收集之前把它加热到足以使其部分熔化,或者先收集材料然后立即靠通过其的加热气体熔化一部分被收集材料。以这种方式,本发明的方法可用来制造自粘的非织造产品,在其中,通过被收集材料的气体的温度足以熔化或软化一小部分被收集材料(分立原纤或分立原纤和分立颗粒的组合)但尚未高到熔化大部分材料。

[0102] 旋转器和收集器周围的空间,或纺丝池,最好封闭起来,这样就 能控制温度和压力。纺丝池可以按多种已知方法中的任意方法加热。例如,纺丝池的加热方法可以是下列方法中的一种或多种方法的组合:向纺丝池吹热风、纺丝池壁内的蒸汽管道、电阻加热等。纺丝池的加热是保证聚合物纤维材料良好地锁连在收集表面的途径之一,因为聚合物纤维在一定温度以上变粘。

[0103] 加热纺丝池还能生产在整个厚度上粘结性不同的非织造产品。实现这一点的方法可以从彼此对热具有不同敏感性的聚合物层形成产品。例如,可以把至少两种熔点和软化温度不同的聚合物同时从分立的喷嘴中喷出。把该工艺温度控制在比熔点较低的聚合物变粘的温度高而比熔点较高的聚合物变粘的温度低的温度下,这样熔点较低的聚合物就是粘着的,而熔点较高的聚合物仍然不粘着或不完全粘着。这样熔点较高的聚合物纤维和熔点较低的聚合物纤维就在它们形成时就粘结在一起了。非织造织物的粘结点在整个厚度方向上均匀分布。所得非织造织物具有高的抗分层性。

[0104] 通过喷出包含至少两种熔点或软化点不同的聚合物的混合物,还可以形成自粘聚合物非织造产品。在一个实施方案中,聚合物之一,优选占混合物中小重量比,例如占混合

物中约 5%~约 10 重量%，的聚合物，其熔点或软化点低于其余聚合物，以及出料温度在材料被收集在收集表面前、后一刻超过较低的熔点或软化温度，从而熔点较低的聚合物软化或发粘到足以把被收集材料粘结在一起。

[0105] 在本发明的一个实施方案中，供至喷嘴的材料是包含至少两种软化温度不同的聚合物的混合物，以及在收集表面上被收集材料周围的气氛温度要保持在介于两种聚合物软化温度之间的温度下，从而使软化温度较低的聚合物软化和 / 或变粘，以及出料粘结成内聚片材。例如，该实施方案中所用的聚合物可以是聚乙烯（熔点为 138℃）和聚丙烯（熔点为 165℃）。在该实例中，如果工艺在 136℃进行，则聚乙烯将软化并在其整个厚度上把被收集材料均匀地粘结在一起。取决于不同聚合物的选择，可以用约 60℃~约 280℃的温度。

[0106] 可以用多种方法把材料固定或锁连在收集器上。按照一种方法，要从收集表面的反面对收集器施以足够的真空度，使材料被锁连在收集表面。

[0107] 作为靠真空锁连材料的另一种选择，也可以靠材料与收集器之间，即材料与收集表面、收集圆柱状结构或收集带之间的静电吸引力来把材料锁连在收集表面，视本发明具体实施方案而定。实现这一点的方法是在旋转器与收集器之间的间隙内产生正或负离子，同时使收集器接地，这样刚喷出的材料就吸引荷电离子且因此变成被收集器吸引。在旋转器和收集器之间的间隙内产生正离子还是负离子，取决于哪一种能更有效地锁连住正在喷出的材料。

[0108] 为了在旋转器和收集表面之间的间隙内产生正离子或负离子，且因此而使通过该间隙的凝固出料带正电荷或负电荷，本发明方法的一个实施方案使用了安装在旋转器上的电荷感应元件。电荷感应元件可包含销钉、刷子、金属线或其它元件，其中，元件由导电材料如金属或渗碳合成聚合物制成。在电荷感应元件上施加电压，使电荷感应元件内产生电流，从而在电荷感应元件附近产生强电场，使元件附近的气体离子化，由此产生电晕。在电荷感应元件内产生的必要电流将取决于被加工的具体材料，但最小值必须足以锁连住材料，而最大值要刚好低于电荷感应元件与接地收集带之间出现电弧的水平。在闪纺聚乙烯从丝状纤网的情况下，一般指南如下：当每克纤网材料荷以约 8 μC 电量时，材料就能锁连得很好。在电荷感应元件上施加电压的方法是把电荷感应元件与电源连接。出料离收集器越远，则电压必须更高才能达到相同的静电锁连。为了把静止电源上产生的电压施加到安装在纺丝旋转器上的电荷感应元件上，可以在旋转器内包括一个滑环。

[0109] 在一个优选实施方案中，所用的电荷感应元件是指向收集器的导电销或刷子而且可以隐藏在旋转器周边内，使它们不戳进旋转器与收集表面之间的间隙中。电荷感应元件位于喷嘴下游或喷嘴之后旋转器外相对于旋转器的旋转为静止的有利点上，使材料从喷嘴喷出后接着就被电荷感应元件荷电。

[0110] 在另一个实施方案中，电荷感应元件是安装在旋转器内的销钉或刷子，因而它们位于旋转器表面的切向并指向从喷嘴中喷出的材料。

[0111] 当电荷感应元件是销钉时，优选它们包含导电金属。可以用一个或多个销钉。当电荷感应元件是刷子时，它们可以包含任何导电材料。或者，也可以用诸如钢琴线之类的金属线作为电荷感应元件。

[0112] 在本发明的另一个用静电力来锁连住材料的实施方案中，安装在旋转器上的导电元件如销钉、刷子或金属线等要通过一个穿过滑环的接头接地，以及收集带也要连接电

源。收集带包含不会产生逆电晕的任何导电材料,逆电晕是使气体颗粒带错误极性电荷从而干扰锁连效果的条件。

[0113] 在本发明的另一个实施方案中,收集带是非导电的并受包含导电材料的支撑结构的支持。在该实施方案中,支撑结构要与电源连接以及旋转器要接地。

[0114] 如果需要正离子使材料带正电荷,则要在收集器上施加负电压。如果需要负离子,则在收集器上要施加正电压。

[0115] 在本发明的一个实施方案中,用真空锁连和静电锁连的组合来保证材料被有效地锁连在收集表面。

[0116] 如果材料是聚合物且已被加热到足以自粘,如本文以上所述,则材料能在收集表面形成内聚片材或膜,而不必施加真空或静电力。

[0117] 保证材料锁连在收集表面的另一种方法是在旋转器和收集表面之间的间隙内引进成雾流体。在该实施方案中,从喷嘴中喷出包含液体的成雾流体,这种喷嘴可以与出料喷嘴具有相同类型。本文把这类喷嘴称做“成雾喷口”。成雾喷口喷出液滴的雾,这有助于纤维铺排在收集表面上。优选每个出料喷嘴配一个成雾喷口。成雾喷口位于喷嘴附近,这样就把从其中喷出的雾直接引进自喷嘴中喷出的载料射流中,而且某些液滴被载料射流夹带并接触出料。从成雾喷口喷出的液雾也可以起到向出料提供更多动量和减少出料在铺排到收集表面之前所遇到的拖拽力。

[0118] 旋转器周边的切向速度与从喷嘴中喷出的射流速度之比,本文也称之为“铺排/喷出比”可以是至多为1的任何值,优选在约0.01~1之间,甚至在约0.5~1之间。这两个速度彼此越接近,即铺排/喷出比越接近于1,则被收集材料层的分布就越均匀。已经发现,通过减少每个喷嘴的质量产率可进一步提高被收集材料的均匀性。

[0119] 为了使产品达到所期望的基础重量,可以选择收集带速度和旋转器产率。为了达到被收集材料所期望的层数和各层的厚度,要选择旋转器内的喷嘴数和旋转器的转速。因此,对于给定的期望基础重量,有两条途径来增加层数:增加旋转器内的喷嘴数,同时按比例减少每个喷嘴的产率,以保持基础重量恒定;或者也可增加旋转器的转速。

[0120] 当按本发明的方法纺聚合物溶液时,溶液浓度会影响每个喷嘴的聚合物产率。聚合物浓度越低,则聚合物的质量产率就越低。每个喷嘴的产率也可以通过改变喷嘴孔的尺寸而改变,这一点对于熟练技工来说是显而易见的。

[0121] 由本发明的方法制成的产品包括由分立原纤或分立原纤与分立聚合物颗粒的组合形成的多孔或连续膜。本发明的方法使产物具有意外均匀的基础重量。能制成机器方向上的均匀性指数(MD UI)小于约14(盎司/码²)^{1/2}(82(g/m²)^{1/2})的产品,或小于约8(盎司/码²)^{1/2}(47(g/m²)^{1/2}),或甚至小于4(盎司/码²)^{1/2}(23(g/m²)^{1/2}),甚至小于约3(盎司/码²)^{1/2}(17(g/m²)^{1/2})。产品更加均匀,因为各层被收集材料非常薄。每层可薄至≤约50 μm,或甚至≤约25 μm,甚至≤约1 μm。许多薄层,不管各层的非均匀性,会导致对非均匀性不敏感并产生比包含较少层相同均匀性的产品更均匀的产品。

[0122] 试验方法

[0123] 下列试验方法用来测定本文报告的多项特性。ASTM是指美国试验材料学会。ISO是指国际标准组织。TAPPI是指纸浆和纸工业技术协会。

[0124] 基础重量(BW)按ASTM D-3776测定并以g/m²为单位报告,该标准引于此供参考。

[0125] 拉伸强度按 ASTM D 1682 测定,该标准引于此供参考,但作下列更改。在试验中,夹住 2.54cm×20.32cm(1 英寸×8 英寸)试样的两端。夹头夹在试样上 12.7cm(5 英寸)间距处。以 5.08cm/min(2 英寸/min)的速度稳定地拉伸试样直到试样断裂。记录断裂时的力,单位为磅/英寸。

[0126] 厚度(TH) 按 ASTM D177-64 测定,以 mm 为单位报告,该标准引于此供参考。

[0127] 断裂伸长率(本文也称之为“伸长率”)片材的断裂伸长率是片材在窄条拉伸试验中断裂前伸长量的量度。把宽 2.54cm(1 英寸)的样品夹在恒速伸长拉伸试验机如 Instron 台式试验机的夹头内,夹头间距为 12.7cm(5 英寸)。以 5.08cm/min(2 英寸/min)的十字头速度在样品上施加不断增加的载荷直到断裂。测量值以断裂前的伸长百分数给出。该试验基本符合 ASTM D 5035-95,该标准引于此供参考。

[0128] 密度片材密度的计算方法如下:把单位为 g/m²的基础重量乘以 10,000 得到以 g/cm² 为单位的值,然后除以单位为 cm 的厚度,得到以 g/cm³ 为单位的密度值。

[0129] 空隙分数聚合物片材的空隙分数是片材孔隙率的量度。空隙分数的计算方法如下:1 减去本文计算的片材密度,然后除以聚合物的理论密度,再乘以 100,以%报告。

[0130] Frazier 渗透率是多孔材料空气渗透率的量度,以英尺³/min/英尺²为单位量度,然后经转换,以 l/s/m² 单位报告。该试验测量在 0.5 英寸水(1.25cm 水)的压差下透过材料的空气体积。在真空系统上安装一个小孔来限制透过样品的空气量达到可检测量。小孔的尺寸取决于材料的孔隙率。Frazier 渗透率,也叫做 Frazier 孔隙率,用 Sherman W. Frazier 公司的双重测压计测量,标定孔单位为英尺³/英尺²/min。

[0131] Gurley Hill 孔隙率(GH) 是片材对气态物质渗透率的量度。尤其量度一定体积的气体要多长时间通过内部存在一定压力梯度的材料面积。Gurley-Hill 孔隙率用 Lorentzen & Wettre 121D 型纸透气测定仪按 TAPPI-T-4600M-88 测定,该标准引于此供参考。该试验测量在约 1,21kPa(4.9 英寸)水的压差下驱动 100cm³ 空气通过 28.7mm 直径(面积为 1 英寸²)的样品所需要的时间。结果用秒表示,也称之为 Gurley 秒。

[0132] Mullenburst 爆破强度按 TAPPI T403-85 测量并以磅/英寸² 为单位量度,该标准引于此供参考。

[0133] 静水压头(HH) 是片材在静载荷下对液态水透过的阻力的量度。把 18cm×18cm(7 英寸×7 英寸)试样安装在 SDL 18Shirley 静水压头试验机(Shirley Developments Limited, Stockport, England 制造)上。以 60±3cm/min 的速率对 102.6cm² 试样的一面泵水,直到试样中有 3 处透水。静水压头以英寸为单位量度。该试验基本符合 ASTM D 583,该标准引于此供参考,该标准已于 1976 年 11 月撤出出版物。数值越高表示产品对液体通过的阻力越大。

[0134] 湿气渗透率(MVTR) 以 g/m²/24h 为单位报告并用 Lyssy Instrument 按 TAPPI T-523 试验方法测量,该标准引于此供参考。

[0135] Elmendorf 撕裂强度是使片材内撕裂切口扩展所需力的量度。片材内继续舌形撕裂所需的平均力要通过测量撕裂一定距离的功来确定。试验机由带夹头的扇形摆构成,当该摆抬到能最大的起始位置时它与固定夹头对准。把试样夹紧在夹头内,由夹头间试样上的狭缝切口开始撕裂。松开摆,随移动夹头移离固定夹头,样品被撕裂。Elmendorf 撕裂强度按下列标准方法以 N 为单位量度:TAPPI-T-414om-88 和 ASTM D 1424,这些标准引于此

供参考。对下文实施例报告的撕裂强度都是对片材至少进行 12 次测量的平均值。

[0136] 分层强度片材样品的分层强度用恒速伸长拉伸试验机如 Instron 台式试验机测量。使 1.0 英寸 (2.54cm) × 8 英寸 (20.32cm) 样品分层约 1.25 英寸 (3.18cm)，方法是用手把一个尖锐的小工具插进试样横截面内来引发分离和分层。把分层试样面安装在试验机的夹头内，夹头间距为 1.0 英寸 (2.54cm)。起动试验机并以 5.0 英寸 /min (12.7cm/min) 的十字头速度进行试验。在十字头行程达到约 0.5 英寸并消除松动后，计算机开始采集力读数。使样品分层约 6 英寸 (15.24cm)，在此期间采集 3000 个力读数并进行平均。平均分层强度是平均力除以样品宽度，并以 N/cm 为单位表示。该试验基本符合 ASTM D 2724-87，该标准引于此供参考。对下文实施例报告的分层强度都基于对片材至少进行 12 次测量的平均值。

[0137] 不透明性按 TAPPI T-425om-91 测定，该标准引于此供参考。不透明性是单一片材对黑背景的反射与对白背景标准反射之比，以百分数表示。对下文实施例报告的不透明性都基于对片材至少 6 次测量值的平均值。

[0138] Spencer 抗穿刺性按 ASTM D 3420 测定，该标准引于此供参考，它测量穿刺样品所需要的能量。Spencer 抗穿刺性以英寸 - 磅 / 英寸² 为单位量度。设备，即用 Spencer 冲击附件 60-64 型改型的落摆式试验机，由 Thwing-Albert Instrument 公司制造。

[0139] 机器方向上的均匀性指数 (MD UI) 片材机器方向上的均匀性指数 (MD UI) 按下列步骤计算。用 β 厚度和基础重量量规 (可购自 Honeywell-Measurex, Cupertino, California) 扫描片材且在横向 (CD) 上每隔 0.2 英寸就测一次基础重量。然后让片材沿机器方向 (MD) 前进 0.425 英寸，用量规在 CD 方向上读取另一行基础重量测量值。以这种方法，扫描整个片材，基础重量数据以电子信号储存在表格内。表内各行各列的基础重量分别对应于 CD 和 MD 方向上各“道”的基础重量测量值。然后，将列 1 内的每个数据点与其在列 2 中的相邻数据点进行平均；将列 3 内的每个数据点与其在列 4 中的相邻数据点进行平均；依此类推。这样就有效地把 MD 的道数 (列数) 减去一半，并模拟 MD 道之间 0.4 英寸的间距，而不是 0.2 英寸。为计算机器方向上的均匀性指数 (“MDUI”)，要计算机器方向上各列的平均数据。各列数据的 UI 计算如下：首先计算基础重量与那一列平均基础重量的标准偏差。该列的 UI 就等于基础重量的标准偏差除以平均基础重量的平方根再乘以 100。最后，为计算片材在整个机器方向上的均匀性指数，要把各列的 UI 进行平均，以给出一个均匀性指数。本文以 $(g/m^2)^{1/2}$ 为单位报告均匀性指数。

[0140] 实施例 1

[0141] 将 1% Mat 8 高密度聚乙烯 (HDPE) (获自 Equistar Chemicals LP) 在纺丝剂 **Freon**[®] 11 三氯一氟甲烷 (获自 Palmer Supply Company) 中的聚合物溶液闪纺成包含分立原纤的膜，方法如下：在 190℃ 温度下和 2028 ~ 2200 磅 / 英寸² (14 ~ 15MPa) 减压孔上游的滤压下，使溶液通过以 1000rpm 旋转的旋转器内的喷嘴。在实施例 1 ~ 4 和实施例 6 ~ 7 中，所用旋转器的直径为 16 英寸 (41cm)，高度为 3.6 英寸 (9.2cm)。实施例 1 中所用的喷嘴包含通往减压室的直径为 0.025 英寸 (0.064cm)、长度为 0.038 英寸 (0.096cm) 的减压孔。减压室通到直径为 0.025 英寸 (0.064cm)、长度为 0.08 英寸 (0.2cm) 的纺丝孔。喷嘴的狭缝出口平行于旋转器的轴。闪纺材料从喷嘴出来沿径向离开旋转器。原纤形式的闪纺材料被纺到位于多孔收集带上的白色 **Sontara**[®] 织物 (可购自杜邦 deNemours and Company.

Inc.) 引导片材上。喷嘴出口与收集带之间的距离为 3 英寸 (7.5cm)。旋转器封闭在纺丝池内以及纺丝池内部保持在 60°C 的温度下。

[0142] 静电力由均匀分布在喷嘴附近下游的一排针产生。各喷嘴通过旋转器接地。因此这些针也通过旋转器接地。收集带是电绝缘的且接到负电压。电源以电流控制模式操作, 因此电流一直稳定在 0.3mA。

[0143] 用流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 0 ~ 1000RPM 的真空抽气机对收集带施加真空。同时使用静电力和真空的目的是促进闪纺纤网锁连在收集器上。

[0144] 已观察到膜样品内无针孔。测得样品的厚度为 0.001 英寸 (25 μm)。用热压粘结法将被收集材料的单层样品在 142°C 和 18,000 磅 / 英寸² (120 MPa) 下热压 2 秒钟使之粘结。测得其基础重量为 0.44 盎司 / 码² (15g/m²)。测得 Frazier 空气渗透率为 2.7 英尺³/min/英尺² (0.82m³/min/m²)。测得样品在机器方向上的均匀性指数 (MD UI) 为 1.08 (盎司 / 码²)^{1/2} (6.3 (g/m²)^{1/2}), 以及横向的均匀性指数 (CD UI) 为 1.98 (盎司 / 码²)^{1/2} (11 (g/m²)^{1/2})。

[0145] 实施例 2

[0146] 将 96 % Mat 8HDPE (获自 Equistar Chemicals LP) 和 4 % 蓝 HDPE 在纺丝剂 **Freon**[®] 11 三氯一氟甲烷 (获自 Palmer Supply Company) 中的 0.5 % 聚合物溶液闪纺成包含分立原纤和聚合物颗粒的膜, 方法如下: 在 170°C ~ 180°C 温度下和 2150 ~ 2200 磅 / 英寸² (15MPa) 减压孔上游的滤压下, 使溶液通过以 1000rpm 旋转的旋转器内的喷嘴, 到达位于多孔收集带上的白色 **Sontara**[®] 织物 (可购自杜邦 de Nemours and Company) 引导片材上。喷嘴包含通到减压室的直径为 0.025 英寸 (0.064cm)、长度为 0.08 英寸 (0.20cm) 的减压孔。减压室通到直径为 0.025 英寸 (0.064cm) 的纺丝孔。喷嘴出口与收集带之间的距离为 1.5 英寸 (3.7cm)。旋转器封闭在纺丝池内以及纺丝池内部保持在 60°C 的温度下。

[0147] 静电力由均匀分布在喷嘴附近下游的一排针产生。各喷嘴通过旋转器接地。因此这些针也通过旋转器接地。收集带是电绝缘的且被接到负电压。电源以电流控制模式操作, 因此电流一直稳定在 0.20mA。

[0148] 用流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 2000RPM 的真空吹气机对收集带施加真空。同时使用静电力和真空的目的是促进闪纺纤网锁连在收集器上。

[0149] 在 **Sontara**[®] 引导片材上沉积了非常均匀的原纤和颗粒的膜层。该样品横截面的显微照片示于图 4, 示意沉积在 **Sontara**[®] 引导片材 (由圆截面纤维示意) 上聚合物原纤的无规盘旋转状截面。**Sontara**[®] 引导片材本身的基础重量为 2.08 盎司 / 码² (70g/m²) 以及 Frazier 空气渗透率为 92 英尺³/min/英尺² (0.63m³/min/m²)。与膜层一起, 引导片材的基础重量为 2.50 盎司 / 码² (85g/m²), Gurley Hill 孔隙率为 11.5 秒以及静水压头为 22 英寸 (56cm) 水。膜层厚度约为 35 μm 。

[0150] 实施例 3

[0151] 将 4 % **Tefzel**[®] ETFE (乙烯 - 四氟乙烯共聚物) (可购自杜邦 de Nemours and Company) 在纺丝剂 **Freon**[®] 11 三氯一氟甲烷 (获自 Palmer Supply Company) 中的聚合物溶液闪纺成包含分立原纤和聚合物颗粒的膜, 方法如下: 在 210°C 温度下和 2160 ~ 2340 磅 / 英寸² (15 ~ 16MPa) 减压孔上游的滤压下, 使溶液通过以 1000rpm 旋转的旋转器内的两个直径如实施例 1 所述的喷嘴, 到达位于多孔收集带上的 **Typar**[®] 织物 (可购自杜邦 de

Nemours and Company) 导引片材上。喷嘴的出口狭缝相对于旋转器轴的取向角为 $+20^{\circ}$ 和 -20° 。闪纺材料从喷嘴出来沿径向离开旋转器。喷嘴出口与收集带之间的距离为 1 英寸 (2.5cm)。旋转器封闭在纺丝池内以及纺丝池内部保持在 60°C 的温度下。

[0152] 静电力由均匀分布在喷嘴附近下游的一排针产生。各喷嘴通过旋转器接地。因此这些针也通过旋转器接地。收集带是电绝缘的且被接到负电压。电源以手工模式操作,因此要不断调节电流来保证被收集材料的良好铺排。被收集材料铺排得非常均匀直到切断静电力,这时样品从 **Typar**[®] 引导片材上脱开。

[0153] 用流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 2000RPM 的真空抽气机对收集带施加真空。同时使用静电力和真空的目的是促进闪纺纤网锁连在收集器上。

[0154] 被收集材料的表面积为 $3.6\text{m}^2/\text{g}$, 基础重量为 0.17 盎司 / 码² ($5.8\text{g}/\text{m}^2$) 以及厚度 $< 20\mu\text{m}$ 。发现被收集材料样品的 Frazier 空气渗透率为 53 英尺³/min/ 英尺² ($16\text{m}^3/\text{min}/\text{m}^2$) 以及静水压头为 5.3 英寸 (13cm) 水。

[0155] 实施例 4

[0156] 将 2% Mat 6HDPE (获自 Equistar Chemicals LP) 在纺丝剂 **Freon**[®] 11 三氯一氟甲烷 (获自 Palmer Supply Company) 中的聚合物溶液闪纺成包含分立原纤的膜, 方法如下: 在 180°C 温度下和 $1790 \sim 1960$ 磅 / 英寸² ($12 \sim 13\text{MPa}$) 减压孔上游的滤压下, 使溶液通过以 500rpm 旋转的旋转器内直径如实施例 1 所述的喷嘴, 到达位于多孔收集带上的白色 **Reemay**[®] 纺粘聚酯织物 (可购自 BBA Nonwovens) 上。闪纺材料从喷嘴出来沿径向离开旋转器。喷嘴出口与收集带之间的距离为 1 英寸 (2.5cm)。旋转器封闭在纺丝池内以及纺丝池内部保持在 80°C 的温度下。

[0157] 用在流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 2000RPM 的真空抽气机对收集带施加真空, 以促进闪纺纤网锁连在收集器上。

[0158] 被收集材料样品的表面积为 $2.0\text{m}^2/\text{g}$, 基础重量为 0.32 盎司 / 码² ($11\text{g}/\text{m}^2$) 以及厚度为 1.8 密耳 ($46\mu\text{m}$)。样品的 MD UI 为 3.3 (盎司 / 码²)^{1/2} ($19(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$) 以及 CD UI 为 4.2 (盎司 / 码²)^{1/2} ($24(\text{g}/\text{m}^2)^{1/2}$)。

[0159] 将被收集材料的样品在 140°C 热压粘结 2 秒钟。已经发现它在 MD 方向上的拉伸强度为 1.5 磅 / 英寸 ($2.6\text{N}/\text{cm}$), CD 方向上的拉伸强度为 0.45 磅 / 英寸 ($0.78\text{N}/\text{cm}$), 以及 MD 和 CD 方向上的伸长率分别为 21% 和 61%。

[0160] 实施例 5

[0161] 将 1 重量% BH600/20 α -Cel 食品级纤维素 (获自 International Fiber Corp.) 和 0.5 重量% Mat 8HDPE (获自 Equistar Chemicals LLP) 的组合在纺丝剂 **Freon**[®] 11 三氯一氟甲烷 (获自 Palmer Supply Company) 中的聚合物溶液纺成包含纤维素和聚合物分立原纤层沉积在从丝状薄膜 - 原纤 HDPE 材料的非粘结闪纺片材表面上的样品, 方法如下: 在 $170^{\circ}\text{C} \sim 180^{\circ}\text{C}$ 温度下和 1500 磅 / 英寸² (10MPa) 减压孔上游的滤压下, 使溶液通过含有把溶液分配到喷嘴的通道的纺丝梁内直径如实施例 1 所述的 5 个喷嘴, 到达位于多孔收集带上的非粘结从丝状薄膜 - 原纤元件 (获自杜邦 de Nemours and Company) 片材上。喷嘴出口与收集带之间的距离为 3 英寸 (7.5cm)。

[0162] 用流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 2000RPM 的真空抽气机对收集带

施加真空。

[0163] 静电力由均匀分布在喷嘴附近下游的一排针产生。各喷嘴通过旋转器接地。因此这些针也通过旋转器接地。收集带是电绝缘的且被接到负电压。电源以电流控制模式操作，因此电流一直稳定在 0.3mA。

[0164] 所得沉积层的基础重量为 0.24 盎司 / 码² (8.1g/m²)。

[0165] 对所得纤维素和分立原纤沉积在非粘结闪纺片材上的样品按试验方法 ISO 15416 “条形码印刷质量指南”进行试验，该试验测量印刷条形码标记的质量参数。试验了 5 个样品，每个样品试验 10 次，质量参数的平均值为 2.7，在条形码印刷基材适用性的 A ~ F 级别上相当于等级 C 强。

[0166] 实施例 6

[0167] 将 80% Mat 6HDPE (获自 Equistar Chemicals LLP) 和 20% **Engage**[®] 8407 聚烯烃弹性体 (获自杜邦 Dow Elastomers LLC, Wilmington, Delaware) 的组合在包含约 6% **Vertrel**[®] HFC-43-10mee (可购自杜邦 de Nemours and Company, Inc.) 和 94% 二氯甲烷的纺丝剂中的 4% 溶液闪纺成包含原纤的样品，方法如下：在 175 ~ 185℃ 温度下和 800 ~ 1900 磅 / 英寸² (5 ~ 13MPa) 减压孔上游的滤压下，把溶液喂进以 500rpm 旋转的旋转器内两个包含通向扇形喷口的纺丝孔的喷嘴。每个喷嘴包含一个直径为 0.025 英寸 (0.064cm)、长度为 0.032 英寸 (0.081cm) 的通往减压室的减压孔。减压室通到直径为 0.025 英寸 (0.064cm)、长度为 0.080 英寸 (0.20cm) 的纺丝孔。闪纺材料被纺到黑色织造尼龙带 (获自 Albany International) 上。闪纺材料从喷嘴出来以径向离开旋转器。喷嘴出口与收集带之间的距离为 0.38 英寸 (1cm)。旋转器封闭在纺丝池内以及纺丝池内部保持在 106 ~ 107℃ 的温度下。纺丝池的温度使聚烯烃弹性体软化并变粘，因此自粘被收集材料。

[0168] 把从喷嘴面径向延伸 0.62 英寸 (1.6cm) 的气动不锈钢箔安装在喷嘴侧面上游邻近喷嘴出口狭缝的旋转器周边。该箔用来保证射流速度在离开喷嘴后仍是高的。箔以相对于径向成 45° 角安装。

[0169] 用流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 2500RPM 的真空抽气机对收集带施加真空，以促进闪纺材料锁连在收集器上。

[0170] 静电力由均匀分布在喷嘴附近下游的一排针产生。各喷嘴通过旋转器接地。因此这些针也通过旋转器接地。收集带是电绝缘的且被接到负电压。电源以电流控制模式操作，因此电流一直稳定在 0.42mA。

[0171] 所得沉积层的基础重量为 0.97 盎司 / 码² (33g/m²)，厚度为 3.7 密耳 (94 μm) 和表面积为 0.52m²/g。沉积层的 MD UI 为 18 (盎司 / 码²)^{1/2} (104(g/m²)^{1/2})，CD UI 为 4.0 (盎司 / 码²)^{1/2} (23(g/m²)^{1/2})。已观察到改变收集带的速度导致较高的 MD UI。

[0172] 实施例 7

[0173] 将 0.5% Mat 8HDPE (获自 Equistar Chemicals LP) 在纺丝剂 **Freon**[®] 11 三氟一氟甲烷 (获自 Palmer Supply Company) 中的分散体闪纺成包含原纤和聚合物颗粒的膜，方法如下：让分散体通过包含通道的纺丝梁，通道把分散体分配到一组直径如实施例 1 所述的 4 个喷嘴。

[0174] 把分散体通过扇形喷口闪纺到金属化 **Mylar**[®] (可购自杜邦 TeijinFilm,

Hopewell, Virginia) 收集基材上。分散体在 $176^{\circ}\text{C} \sim 179^{\circ}\text{C}$ 之间的温度和 $1440 \sim 1900$ 磅/英寸² ($10 \sim 13\text{MPa}$) 减压孔上游的滤压下进行闪纺。Mylar[®] 收集基材和被收集材料靠移动的多孔收集带输送。喷嘴出口与收集带之间的距离为 3 英寸 (7.6cm), 在该距离上, 射流基本上是层流。

[0175] 用流体中通过管道系统与收集带互通的转速为 1000RPM 的真空抽气机对收集带施加真空, 把 Mylar[®] 固定在收集带上。聚合物颗粒的粘性足以粘附在 Mylar[®] 上而无需任何其它明显的锁连力。

[0176] 在金属化 Mylar[®] 基材表面上沉积了一层 HDPE 原纤和颗粒层, 该沉积层的基础重量是 0.4 盎司/码² ($14\text{g}/\text{m}^2$) 和厚度为 0.001 英寸 ($25\mu\text{m}$)。

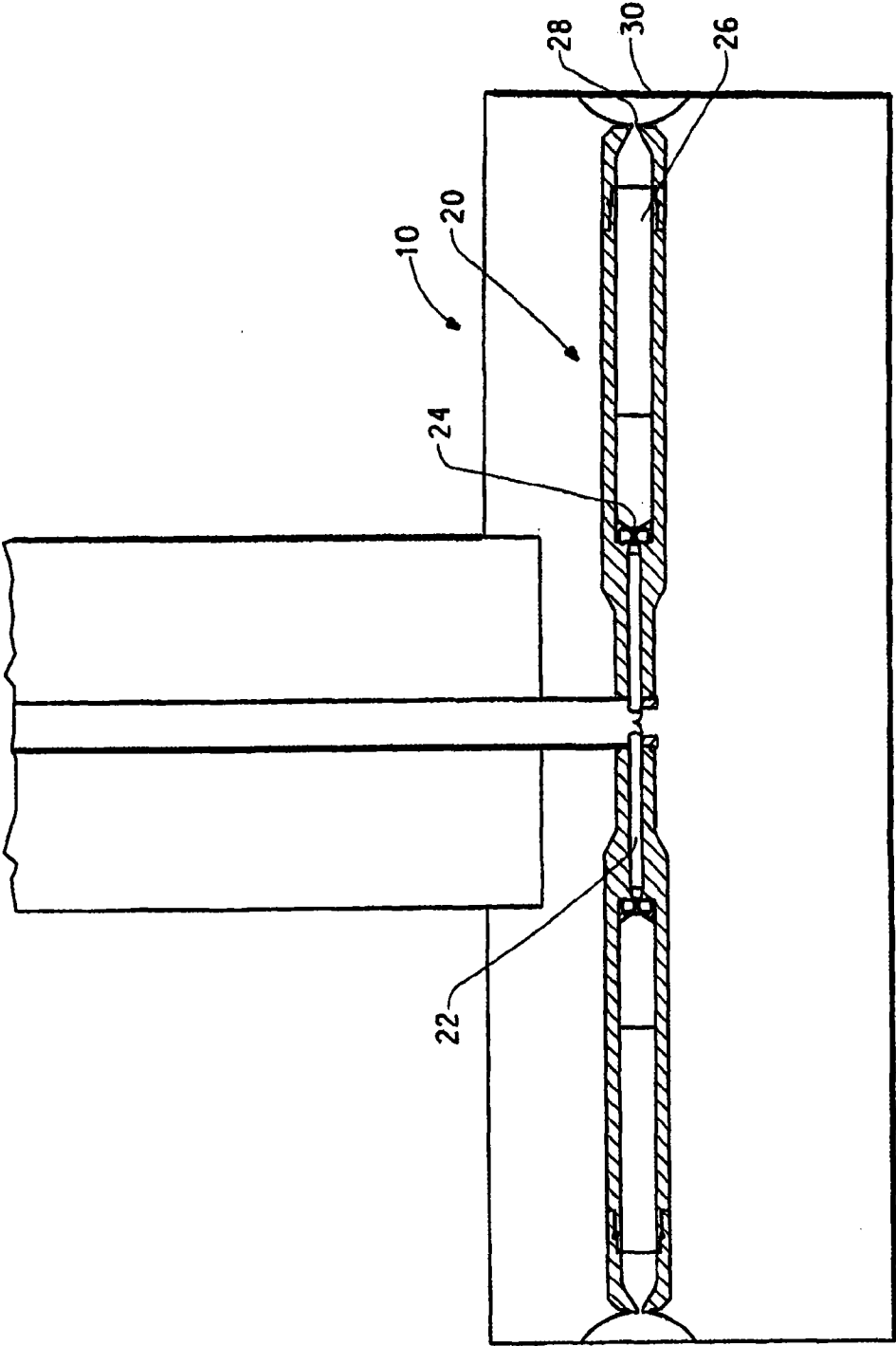


图 1

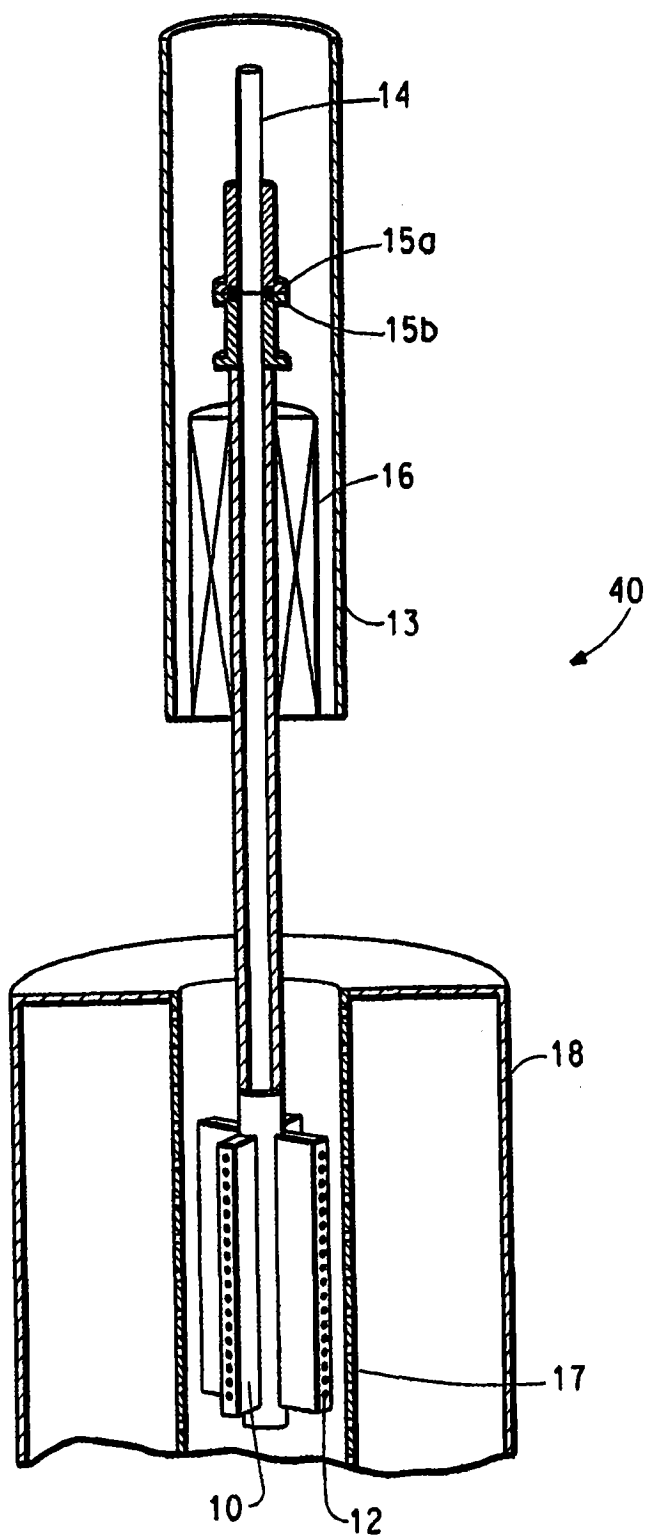


图 2

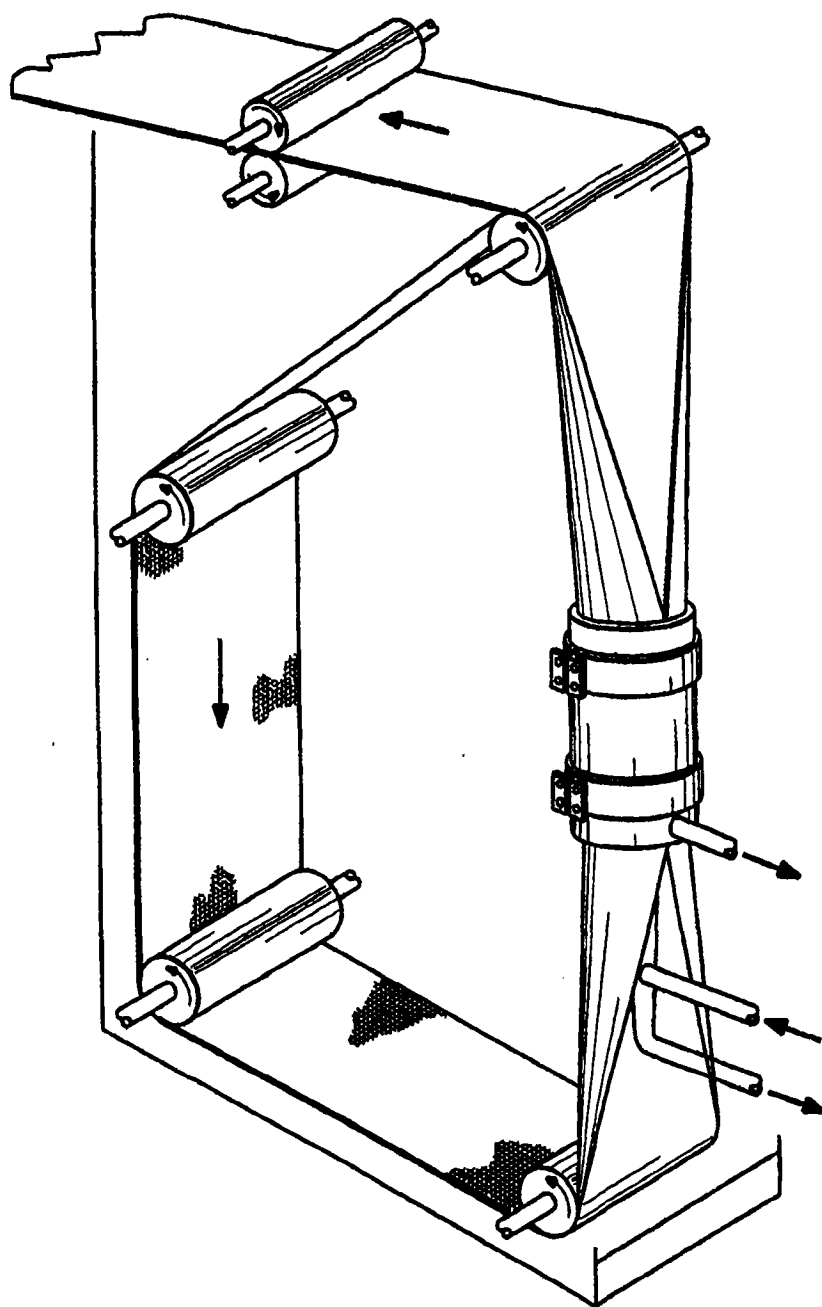


图 3

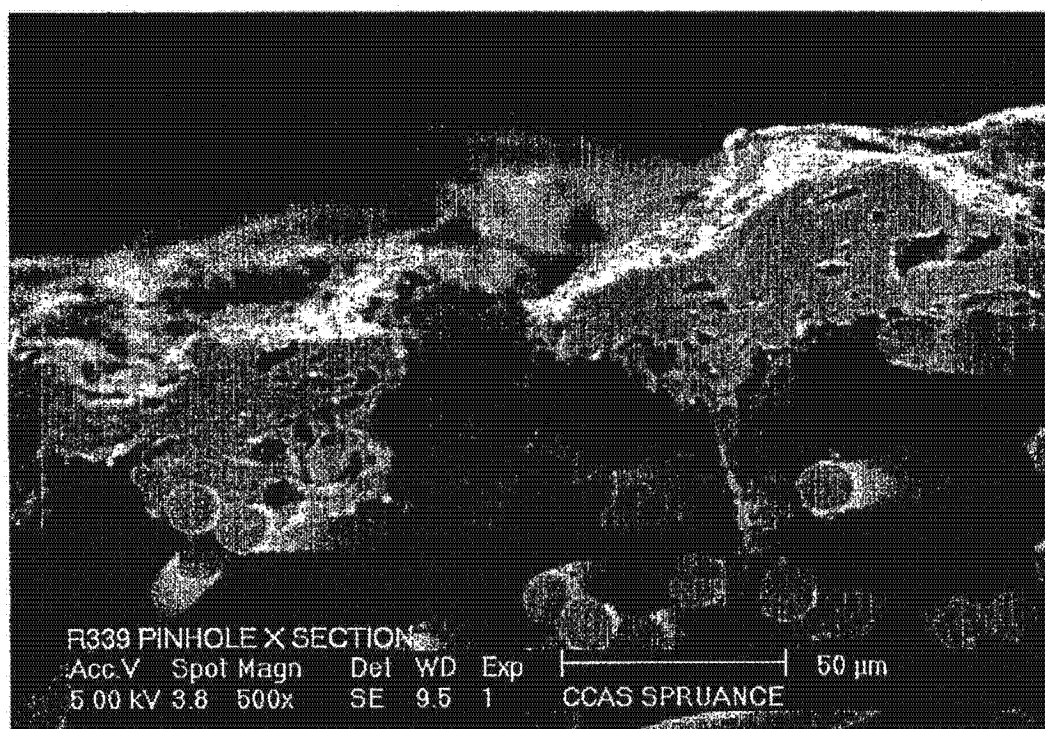


图 4